

# **Charakterisierung und Bewertung der Zug- und Ermüdungseigenschaften von Mikrobauteilen aus 17-4PH Edelstahl**

Ein Vergleich von mikropulverspritzgegossenem  
und konventionell hergestelltem Material

Zur Erlangung des akademischen Grades  
**Doktor der Ingenieurwissenschaften**  
der Fakultät für Maschinenbau  
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte  
**Dissertation**  
von

Dipl.-Ing. Stefan Andreas Slaby  
geb. am 24.09.1984  
in Mosbach

Tag der mündlichen Prüfung:	21.12.2015
Hauptreferent:	Prof. Dr. rer. nat. Oliver Kraft
Korreferent:	Prof. Dr. rer. nat. Christoph Eberl



# Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand am Institut für Angewandte Materialien – Werkstoff- und Biomechanik (IAM-WBM) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) und am Lehrstuhl für Mikro- und Werkstoffmechanik des Instituts für Mikrosystemtechnik (IMTEK) der Albert-Ludwigs-Universität Freiburg im Rahmen der unabhängigen Nachwuchsgruppe N01 des Sonderforschungsbereiches 499, dem Transferprojekt T5 und des Schwerpunktprogramms SPP 1466, die alle dankenswerterweise von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) finanziert wurden.

Prof. Oliver Kraft möchte ich für die Übernahme des Hauptreferats, die vielfältige Unterstützung, seine fachlichen Beiträge, die Ermöglichung der Teilnahme an mehreren Konferenzen sowie für die Beherbergung am IAM-WBM sehr herzlich danken.

Besonderer Dank gilt Prof. Christoph Eberl, der mich zunächst am KIT und später auch an der Universität Freiburg betreute. Seine stets motivierende Art, die vielen fachlichen Diskussionen und Anregungen sowie die permanente Unterstützung haben sehr stark zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Ebenso sei meinen T5 Projektpartnern, insbesondere Herrn Tobias Müller und Dr. Volker Piotter vom IAM-WPT, für die Bereitstellung des Probenmaterials herzlichst gedankt.

Des Weiteren möchte ich mich bei allen Kollegen aus Karlsruhe und Freiburg für die schöne Zeit und die Unterstützung bedanken. Insbesondere bei Herrn Ewald Ernst, auf dessen handwerkliche Beihilfe und Beratung ich immer zählen konnte. Sowie bei Dr. Tobias Kennerknecht, dessen entwickelte Versuchsaufbauten die Grundlagen für meine Arbeit darstellten und der bei experimentellen Problemen mir immer hilfreich zur Seite stand. Außer-

dem bei meinen Mitdoktoranden/-innen Nicola Schmitt (REM), Luis Straßberger (TEM) und Moritz Wenk (EBSD) die mich mit sehr viel Mühe und Zeitaufwand bei meinen Mikrostrukturuntersuchungen unterstützten; sowie bei Dr. Dimitri Litvinov, der die EDX Messungen durchführte.

Zum Schluss möchte ich mich bei meinen Eltern, meiner Familie und meiner Freundin Nico für den Rückhalt und all die Unterstützung bedanken.

# Kurzfassung

Das Mikropulverspritzgießen ( $\mu$ PIM) ist eine vielversprechende Massenproduktionstechnik für die Mikrosystemtechnik, denn es ermöglicht eine relativ kostengünstige Herstellung von komplex geformten, dreidimensionalen Mikrostrukturen aus einer Vielzahl von Metallen und Keramiken. Allerdings sind typische Mikrosystemtechnik-Anwendungen – wie beispielsweise Mikro-Sensoren oder Aktuatoren – im Betrieb hochgradig mechanisch beansprucht und verlangen dementsprechend ein hohes Maß an mechanischer Zuverlässigkeit. Der Messung der mechanischen Eigenschaften kommt somit eine entscheidende Bedeutung zu. Mit sinkender Komponentengröße steigt jedoch die Komplexität der mechanischen Werkstoffprüfung. Daher sind für Proben dieser Größenskala bisher nur sehr wenige Prüfsysteme entwickelt worden. Folglich sind die mechanischen Eigenschaften von  $\mu$ PIM Bauteilen zurzeit noch weitestgehend unerforscht.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde daher ein geeignetes Testverfahren entwickelt, mit dem sich Mikrobauteile hinsichtlich ihrer Zug- und Ermüdungseigenschaften charakterisieren lassen. Mit diesem Verfahren sind die mechanischen Eigenschaften von  $\mu$ PIM und konventionell hergestellten Mikrobauteilen aus 17-4PH Edelstahl gemessen worden. Anschließend wurden die Mikrostrukturen untersucht und mit den gemessenen Eigenschaften korreliert. Durch einen ausführlichen Vergleich der Ergebnisse mit Literaturwerten von konventionell- und pulvermetallurgisch hergestelltem 17-4PH konnte abschließend die Eignung des  $\mu$ PIM-Verfahrens für die Herstellung von Komponenten der Mikrosystemtechnik – aus mechanischer Sicht – bewertet werden. Dabei zeigte sich, dass das Material bereits gute mechanische Eigenschaften aufweist, im Bereich der Mikrostruktur aber noch Optimierungsbedarf besteht.



# Inhaltsverzeichnis

Danksagung.....	i
Kurzfassung.....	iii
Inhaltsverzeichnis .....	v
Variablenverzeichnis .....	ix
Abkürzungsverzeichnis .....	xi
1 Einleitung.....	1
2 Problemstellung.....	3
3 Theoretische Grundlagen.....	7
3.1 Einführung 17-4PH.....	8
3.2 Konventionell hergestellter 17-4PH.....	13
3.2.1 Mikrostruktur konv. 17-4PH.....	13
3.2.2 Mechanische Eigenschaften konv. 17-4PH .....	16
3.3 Pulverspritzgegossener (PIM) 17-4PH.....	19
3.3.1 Mikrostruktur PIM 17-4PH.....	20
3.3.2 Mechanische Eigenschaften PIM 17-4PH .....	21
3.4 Mikropulverspritzgegossener ( $\mu$ PIM) 17-4PH .....	26
3.4.1 Mikrostruktur $\mu$ PIM 17-4PH .....	27
3.4.2 Mechanische Eigenschaften $\mu$ PIM 17-4PH.....	29
3.5 Materialverhalten auf kleinen Skalen .....	30
3.6 Mechanisches Testen auf kleinen Skalen.....	34
4 Zielsetzung dieser Arbeit .....	41
5 Versuchsbeschreibung .....	43
5.1 Ausgangsstruktur.....	43
5.2 Grundwerkstoff und Fertigung .....	44
5.2.1 Mikropulverspritzgegossenes Material.....	44
5.2.2 Konventionell hergestelltes Material .....	46

5.3	Probengeometrie.....	46
5.3.1	Probengeometrie der urgeformten Proben.....	46
5.3.2	Probengeometrie der extrahierten Proben.....	47
5.4	Probenpräparation.....	48
5.4.1	Extraktion aus der Membran.....	48
5.4.2	Wärmebehandlung.....	49
5.4.3	Oberflächenbearbeitung.....	49
5.5	Übersicht Probentypen.....	52
5.6	Versuchsstand.....	54
5.6.1	Mechanische Funktionsweise.....	54
5.6.2	Spannen der Proben.....	57
5.6.3	In-Situ Observation.....	57
5.6.4	Steuerung des Versuchsstandes.....	58
5.7	Versuchsdurchführung.....	58
5.7.1	Probenvermessung.....	58
5.7.2	Versuchsdurchführung Zugversuche.....	58
5.7.3	Versuchsdurchführung Ermüdungsversuche.....	60
5.8	Versuchsauswertung.....	61
5.8.1	Statische Versuche.....	61
5.8.2	Ermüdungsversuche.....	64
5.9	Mikrostrukturelle Untersuchungen.....	67
5.9.1	Lasermikroskopie.....	67
5.9.2	Rasterelektronenmikroskopie (REM).....	67
5.9.3	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX).....	68
5.9.4	Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).....	68
6	Mikrostrukturuntersuchungen.....	69
6.1	Mikropulverspritzgegossenes Material.....	69
6.1.1	Gesinterter Zustand.....	69
6.1.2	Ausscheidungsgehärteter Zustand.....	77
6.2	Konventionell hergestelltes Material.....	87
6.2.1	Ausscheidungsgehärteter Zustand.....	87



7	Ergebnisse der Zugversuche.....	95
7.1	Zugversuche bei einer Dehnrates von $5E-4 \text{ s}^{-1}$ .....	95
7.1.1	Mikropulverspritzgegossenes Material.....	95
7.1.2	Konventionell hergestelltes Material .....	107
7.2	Zugversuche bei Dehnrates von $5E-5 \text{ s}^{-1}$ bis $5E-1 \text{ s}^{-1}$ .....	110
7.2.1	Mikropulverspritzgegossenes Material.....	110
7.2.2	Konventionell hergestelltes Material .....	113
8	Ergebnisse der Ermüdungsversuche .....	117
8.1	Mikropulverspritzgegossenes Material.....	117
8.1.1	Gesinterter Zustand.....	117
8.1.2	Ausscheidungsgehärteter Zustand .....	122
8.2	Konventionell hergestelltes Material .....	128
9	Diskussion.....	133
9.1	Diskussion der Mikrostruktur .....	133
9.1.1	Vergleich der Wärmebehandlungen.....	134
9.1.2	Gefügeentwicklung im $\mu\text{PIM}$ Material.....	136
9.1.3	Gefügeentwicklung im konventionell hergestellten Material.....	150
9.1.4	Vergleich der Mikrostrukturen .....	152
9.2	Diskussion der Zugversuche .....	155
9.2.1	Einfluss der $\mu\text{PIM}$ Parameter auf das mechanische Verhalten.....	155
9.2.2	Vergleich der einzelnen Probenotypen.....	156
9.2.3	Vergleich mit konventionell hergestellten Makro- Proben .....	161
9.2.4	Vergleich mit $\text{PIM}$ Makroproben .....	164
9.2.5	Vergleich der Dehnratesabhängigkeit.....	166
9.3	Diskussion der Ermüdungsversuche.....	168
9.3.1	Abhängigkeit des Ermüdungsverhaltens von den $\mu\text{PIM}$ -Parametern.....	168
9.3.2	Vergleich der Ergebnisse des Treppenstufenverfahrens.....	169

9.3.3 Vergleich mit konventionell hergestellten Makroproben.....	175
9.3.4 Vergleich mit Pulverspritzgegossenen Makroproben.....	179
9.4 Bewertung des $\mu$ PIM Materials .....	181
10 Zusammenfassung.....	185
11 Ausblick.....	189
12 Literaturverzeichnis .....	191
Anhang .....	207
A.1 Zugekaufte Komponenten des Versuchsaufbaus.....	207
A.2 Zusätze zum Treppenstufenverfahren.....	209
A.3 Analytische Beschreibung des mechanisches Verhaltens von radial gespannten Membranen.....	209

# Variablenverzeichnis

$A$	Bruchdehnung
$b_0$	Ausgangsbreite der Messstrecke
$b_S$	Stufenbreite
$D10$	Gibt den Wert einer kumulativen Häufigkeitsverteilung an, unter dem 10 % der Messwerte liegen
$D50$	Gibt den Wert einer kumulativen Häufigkeitsverteilung an, unter dem 50 % der Messwerte liegen
$D90$	Gibt den Wert einer kumulativen Häufigkeitsverteilung an, unter dem 90 % der Messwerte liegen
$d_K$	Korngröße
$E$	E-Modul
$f$	Frequenz
$h_0$	Ausgangshöhe der Messstrecke
$i$	Zählindex
$I_i$	Anzahl durchgeführter Versuche auf Spannungshorizont $i$
$k_{HP}$	Hall-Petch-Konstante
$k_P$	Längen-Querschnitts-Proportionalitätsfaktor
$l_0$	Ausgangslänge der Messstrecke
$\Delta l_x$	Längenänderung in x-Richtung
$\bar{l}_x^i$	Gemittelter x-Abstand in Bild $i$
$M$	Mittelwert
$m$	Dehngeschwindigkeitsexponent
$N_G$	Grenzlastspielzahl
$p$	Druck
$p_{mess}$	Messdruck
$p_{ref}$	Referenzdruck
$P_{\dot{U}}$	Überlebenswahrscheinlichkeit
$R$	Spannungsverhältnis
$\hat{R}_D$	Schätzwert der Dauerfestigkeit
$\bar{R}_D$	Mittlere Dauerfestigkeit
$R_{D 10 \%}$	Dauerfestigkeit basierend auf 10 % Überlebenswahrscheinlichkeit
$R_{D 90 \%}$	Dauerfestigkeit basierend auf 90 % Überlebenswahrscheinlichkeit

$\bar{R}_{D,rel}^{Kor}$	Korrigierte, relative, mittlere Dauerfestigkeit
$R_m$	Zugfestigkeit
$R_{p,0,2}$	Dehngrenze gegen 0,2 % plastische Verformung
$\bar{R}_W$	Mittlere Wechselfestigkeit
$R_{W10\%}$	Wechselfestigkeit basierend auf 10 % Überlebenswahrscheinlichkeit
$R_{W90\%}$	Wechselfestigkeit basierend auf 90 % Überlebenswahrscheinlichkeit
$\bar{R}_{W,rel}^{Kor}$	Korrigierte, relative, mittlere Wechselfestigkeit
$S$	Streuspanne
$s$	Sicherheitsfaktor
$SA$	Standard Abweichung
$SH_0$	Niedrigster, gültiger Spannungshorizont
$S_{rel}$	Relative Streuspanne
$T$	Temperatur
$T_S$	Sintertemperatur
$Z$	Brucheinschnürung
$\varepsilon$	Dehnung
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrate
$\varepsilon_x^i$ <i>technisch</i>	Technische Dehnung in x-Richtung in Bild $i$
$v$	Querkontraktion
$v_{PA}$	Verfahrgeschwindigkeit Piezo-Aktuator
$\rho_{rel}$	Relative Dichte
$\sigma$	Spannung
$\sigma_a$	Amplitudenspannung
$\sigma_i$	Inertfestigkeit
$\sigma_m$	Mittelspannung
$\sigma_{max}$	Maximalspannung
$\sigma_{rmax}$	Maximale Randfaserspannung in radialer Richtung
$\sigma_{tmax}$	Maximale Randfaserspannung in tangentialer Richtung
$\sigma_y$	Fließspannung
$Var$	Varianz
$\varphi, \phi, \chi$	Summenwerte aus dem Treppenstufenverfahren

# Abkürzungsverzeichnis

μPIM	Mikropulverspritzgießen
μPIM-EX-S+H1025	
μPIM-UG-S	Probenbezeichnungen:
μPIM-UG-S+H1025	Siehe Tabelle 5.6 auf Seite 53
K-EX-LG+H925	
17-4PH	Ausscheidungshärtbarer Edelstahl
316L	Austenitischer Edelstahl
ASTM	American Society for Testing and Materials
DFG	Deutsche Forschungsgemeinschaft
DIN	Deutsches Institut für Normung
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
EX	Extrahiert
H****	Auslagerungsverfahren (* = T [Fahrenheit])
LG	Lösungsglühen
LIGA	Herstellverfahren basierend auf Lithographie, Galvanik und Abscheidung
LM	Lichtmikroskop
MEMS	Mikro-Elektro-Mechanische-Systeme
MPIF	Metall Powder Industrie Federation
MST	Mikrosystemtechnik
PH	Ausscheidungshärten (Precipitation Hardening)
PIM	Pulverspritzgießen
REM	Rasterelektronenmikroskop
RVE	Repräsentatives Volumenelement
S	Sintern
STEM	Raster- Transmissionselektronenmikroskop
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
UG	Urgeformt



# 1 Einleitung

In den vergangenen Jahrzehnten hielt die Miniaturisierung in vielen Bereichen der Technik Einzug. Besonders anschaulich zeigt dies die Entwicklung der Unterhaltungselektronik und der Computertechnik. Doch neben der Elektronik haben sich auch in der Sensorik, Aktorik, Mechanik und Optik Mikrokomponenten etabliert [1]. Von besonderer Bedeutung sind dabei die sogenannten Mikrosysteme, die einzelne Komponenten dieser Sparten zu leistungsfähigen Einheiten fusionieren [2]. Daraus hat sich ein riesiger, globaler Markt entwickelt, der aktuell einen Umsatz von mehreren Milliarden US-Dollar hat [3]. Dementsprechend wird die Mikrosystemtechnik (MST) von vielen Experten als eine der Schlüsseltechnologien des 21. Jahrhunderts bezeichnet [1], [4].

Für die Herstellung solcher Mikrosysteme spielen Mikroformgebungsverfahren, wie beispielsweise die Röntgenlithographie [5], das darauf basierende LIGA Verfahren [6], Excimer-Laserbearbeitungen [7], selektive Ätzprozesse [8], [9] und diverse mikrospanende Verfahren [10], [11] eine entscheidende Rolle. In den meisten Fällen sind die Kosten dieser Prozesse aber sehr hoch und die Materialauswahl stark eingeschränkt [12]. Daher besteht nach wie vor ein großes industrielles Interesse an ökonomischen Massenproduktionsprozessen, die eine einfache Herstellung von dreidimensionalen Mikrostrukturen aus einem möglichst breiten Spektrum von Materialien ermöglichen [12]. Das Mikropulverspritzgießen [13], [14] ist ein Verfahren, welches diesen Anforderungen gerecht werden könnte [12]. Allerdings ist nach Piotter et al. [15] die pulvermetallurgische Herstellung von komplexen Mikrobauanteilen mit strengen Maßtoleranzen noch immer problematisch. Zudem hängen die mechanischen Eigenschaften von pulvermetallurgischen Bauteilen sehr stark von den Prozessbedingungen ab. Daher ist für eine zuverlässige industrielle Anwendung die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften von

entscheidender Bedeutung [16], [17]. Jedoch lassen sich diese nicht mehr mit makroskopischen Testmethoden ermitteln [18]. Daher muss nach Yin et al. [18] die Entwicklung von geeigneten Mikroprüfverfahren forciert werden, um die rasche Entwicklung des Mikropulverspritzgießens nicht auszubremsen.

Zwar wurden im Bereich der Mikro-Elektro-Mechanischen-Systeme (MEMS) bereits eine Reihe von Testmethoden für Mikrokomponenten entwickelt [16], [19]–[21], jedoch werden die dafür benötigten Teststrukturen zumeist mit selektiven Ätzverfahren hergestellt, was nur auf eine kleine Gruppe von einkristallinen Materialien angewendet werden kann. Mechanisches Testen von mikroskaligen Metall- und Keramikkomponenten steckt nach Hemker und Sharpe [22] dagegen noch in den Kinderschuhen. Dies zeigt sich auch daran, dass mit Ausnahme des Nanoindenters bis heute noch keine kommerziell erhältlichen Testsysteme – oder gar Normungen – für die Messung von mechanischen Eigenschaften auf der Mikroskala zur Verfügung stehen.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist daher die Entwicklung einer Testmethodik, mit deren Hilfe die Eignung des  $\mu$ PIM-Verfahrens als Massenproduktionsprozess für Mikrokomponenten – aus mechanischer Sicht – bewertet werden kann. Um dieses Ziel umzusetzen wurde mit einer Forschergruppe aus dem Bereich der Mikropulverspritzgusstechnik zusammengearbeitet. Die Problemstellung des gemeinsamen Projekts wird im folgenden Abschnitt genauer erläutert.

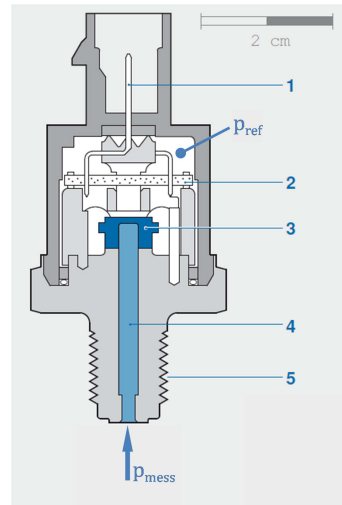


## 2 Problemstellung

Um sowohl die Entwicklung des Mikropulverspritzgießen als auch der mikromechanischen Testverfahren weiter zu fördern, wurde im Rahmen des Sonderforschungsbereiches SFB 499 – *Entwicklung, Produktion und Qualitätssicherung urgeformter Mikrobauteile aus metallischen und keramischen Werkstoffen* – der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) das Transferprojekt T5 gegründet. Ziel des Projekts war es, ein industriell gefertigtes Mikrobauteil mikropulverspritzgusstechnisch zu replizieren und anschließend die Eignung dieses Herstellungsprozesses anhand der Maßhaltigkeit, der Mikrostruktur und den mechanischen Eigenschaften des Bauteils zu bewerten. Die Entwicklung und Durchführung des Mikropulverspritzgussprozesses wurde dabei von Piotter et al. [15] am Institut für Angewandte Materialien – Werkstoffprozess-technik (IAM-WPT) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) durchgeführt. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit, wurden die dafür geeigneten Testmethoden entwickelt und die dimensionierungsrelevanten mechanischen Eigenschaften von industriell gefertigten- und spritzgusstechnisch replizierten Mikrobauteilen gemessen und bewertet. Um dabei möglichst aussagekräftige Ergebnisse zu erzielen, sollte einerseits ein Mikrobauteil gewählt werden das im Betrieb einer hohen mechanischen Belastung ausgesetzt ist. Andererseits sollte das Bauteil eine gewisse Komplexität in der Geometrie aufweisen, um auch das  $\mu$ PIM-Verfahren entsprechend weiterentwickeln zu können. Ein Bauteil das beiden Bedingungen gerecht wird, und zudem eine hohe Praxisrelevanz aufweist, ist der Membranträger eines Mikro-Hochdrucksensors. An dieser Stelle soll kurz die Funktionsweise eines solchen Sensors erläutert werden. Abbildung 2.1 zeigt eine Schnittdarstellung durch einen solchen Sensortyp [23]. Der Membranträger (3) befindet sich im Inneren des Sensors und besteht im Wesentlichen aus einer in das Trägerelement integrierten, rotationssymmetrischen Membran. Die Funktionsweise dieses Sensors basiert auf

dem dehnungsbasierten Messprinzip [24], [25]. Wird über die Bohrung (4) ein Messdruck  $p_{\text{mess}} > p_{\text{ref}}$  auf die Membran geleitet, führt dies zu einer Auslenkung der Membran. Solange diese Auslenkung kleiner als 10 % der Membrandicke ist, verhält sie sich linear zum angelegten Druck [26]. Auf der druckabgewandten Seite kann diese Auslenkung beispielsweise durch aufgedampfte Dehnwiderstände gemessen werden [23]. Die integrierte Auswerteschaltung (2) transformiert das Messsignal in einen Spannungsbereich von 0 V bis 5 V und führt es über den Steckanschluss (1) dem Steuergerät zu. Mit Hilfe der Kennlinie kann nun aus dem Ausgangssignal der anliegende Druck berechnet werden [23], [26], [27]. Der Messbereich der Sensoren kann dabei über die Membrandicke angepasst werden [23].

Die Membran solcher Sensoren besteht aus Edelstahl [23], [28]. Zumeist wird dabei ein Stahl vom Typ 17-4PH eingesetzt [29], [30]. Eine typische Anwendung solcher Sensoren ist die Messung des Kraftstoff-Einspritzdrucks in Kraftfahrzeugen [23], [28]. Dabei können Drücke von bis zu 200 bar auf den Sensor wirken [23]. Da der Sensor zudem bei jedem Einspritzvorgang einem Druckstoß ausgesetzt ist, und – nach Angaben unseres Industriepartners – bis zu 15 Millionen dieser Druckstöße während der Lebensdauer ertragen muss, erfährt die Membran im Betrieb eine Ermüdungsbelastung im *High Cycle Fatigue* (HCF) Bereich. Für die Auslegung des Sensors sind demnach – neben den typischen Kennwerten wie



**Abbildung 2.1** Schematische Schnittdarstellung eines Mikro-Hochdrucksensors [23].

Streckgrenze und Zugfestigkeit – die Ermüdungsfestigkeit und deren Streuung von entscheidender Bedeutung. Dementsprechend sind Testmethoden erforderlich, die sowohl die Zugeigenschaften als auch die Ermüdungseigenschaften im HCF-Regime an Proben aus dem Membranbereich des Sensors messen können. Spritzgusstechnisch liegt die Schwierigkeit in der Einhaltung der typischen Maßtoleranz solcher Bauteile, da die starken Wandstärkenunterschiede den Sinterschrumpf schwer kontrollierbar machen und zudem die Gefahr des Bauteilverzugs erhöhen. Des Weiteren sind porenfreie Abformungen von solch dünnen Strukturen wie der Membran nur sehr schwer zu erreichen. Aufgrund dieser Herausforderungen wurde ein solcher Membranträger als Demonstrator für das Projekt gewählt. Als Werkstoff wurde der Edelstahl 17-4PH ausgesucht, da er nicht nur im Bereich der Sensorik, sondern auch vielfach im Bereich der chemischen- und nuklearen Industrie sowie im Flugzeug- und Schiffsbau Anwendung findet [31], [32]. Aufgrund dieser technischen Relevanz sind die zu ermittelnden mechanischen Kennwerte für eine Vielzahl von Anwendungen relevant.

Bevor nun die entwickelten Testmethoden vorgestellt werden, sollen im nachfolgenden Grundlagenteil zunächst der Werkstoff 17-4PH und dessen typischen Gefügestrukturen und mechanischen Eigenschaften – in Abhängigkeit von der Herstellungsart – dokumentiert werden. Anschließend wird der Stand der Forschung im Bereich der Mikrottestverfahren zusammengefasst. Danach folgt in Kapitel 5 und 6 die Dokumentation der experimentellen Vorgehensweise, bzw. der Mikrostruktur der einzelnen Probenotypen. Kapitel 7 und 8 fassen die Ergebnisse der Zug- und Ermüdungsversuche zusammen, die anschließend in Kapitel 9 diskutiert und mit der Mikrostruktur korreliert werden. Abschließend werden die Erkenntnisse dieser Arbeit zusammengefasst und es wird ein Ausblick gegeben.



### 3 Theoretische Grundlagen

In der vorliegenden Arbeit sollen die mechanischen Eigenschaften von unterschiedlich hergestellten Mikrobauteilen aus Edelstahl gemessen, verglichen und bewertet werden. Dabei spielt die Mikrostruktur des Werkstoffs eine entscheidende Rolle, da sie die Festigkeit und die Verformungsfähigkeit metallischer Werkstoffe bestimmt [33]. Dies zeigt sich beispielsweise am Prinzip der Ausscheidungshärtung. Dabei wird in einer mehrphasigen Legierung – durch eine geeignete Wärmebehandlung – die Ausscheidung einer Phase in Form von feinen, homogen verteilten Partikeln erzwungen [34]. Durch deren Hinderniswirkung auf die Versetzungsbewegung wird eine deutlich höhere Spannung zur plastischen Verformung des Materials benötigt, da zu ihrer Überwindung Kletter- oder Schneidprozesse notwendig sind [33]. Folglich kann durch diese gezielte Veränderung der Mikrostruktur, die Festigkeit des Materials gesteigert werden. Ein zweites Beispiel ist der von Hall [35] und Petch [36] in den frühen fünfziger Jahren entdeckte Zusammenhang von Festigkeit und Korngröße in metallischen Werkstoffen. Dieser Zusammenhang wird heute als Hall-Petch-Effekt bezeichnet und üblicherweise mit Gleichung (3.1) beschrieben [37]. Er besagt, dass in Abhängigkeit von der Inertfestigkeit  $\sigma_i$  und der Hall-Petch-Konstante  $k_{HP}$  die Fließspannung  $\sigma_y$  des Materials mit sinkender Korngröße  $d_K$  ansteigt.

$$\sigma_y = \sigma_i + k_{HP} * d_K^{-1/2} \quad (3.1)$$

Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass in makroskaligen, metallischen Werkstoffen das plastische Verformungsverhalten durch Interaktion und Bildung von Versetzungsnetzwerken bestimmt wird [38]. Wird der dazu zur Verfügung stehende Platz – in Form der Korngröße – geändert, beeinflusst dies auch die

Versetzungsbewegung und somit wiederum das plastische Verformungsverhalten. Beide Beispiele zeigen, dass die Mikrostruktur einen entscheidenden Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat. Daher wird in den folgenden Abschnitten zunächst der in dieser Arbeit verwendete Edelstahl 17-4PH, seine typischen Mikrostrukturen und seine mechanische Eigenschaften – in Abhängigkeit des zugrundeliegenden Herstellungsverfahrens – vorgestellt.

### 3.1 Einführung 17-4PH

17-4PH ist ein martensitischer, ausscheidungshärtender und korrosionsbeständiger Stahl [39], der aufgrund der Kombination aus exzellenten mechanischen und korrosionsbeständigen Eigenschaften vielfach im Bereich der chemischen- und nuklearen Industrie sowie im Flugzeug- und Schiffsbau Anwendung findet [31], [32]. Die Bezeichnung 17-4PH ist der Handelsname der Firma *AK steel* [32], [40] und steht für einen Chromgehalt von bis zu 17 %, einen Nickelgehalt von bis zu 4 % und die Ausscheidungshärtbarkeit (*Precipitation Hardening*) des Stahls. Nach deutschem Standard DIN EN 10088-3 [39] wird dieser Stahl als X5CrNiCuNb16-4 bezeichnet und unter der Werkstoffnummer 1.4542 geführt, nach der amerikanischen Normung ASTM A564 [41] als S17400 Typ 630. Da sich in der Literatur aber die Bezeichnung 17-4PH für alle Stähle dieses Typs durchgesetzt hat, wird sie auch in dieser Arbeit verwendet.

Neben den Bezeichnungen legen die Normungen auch die erforderliche chemische Zusammensetzung fest. Tabelle 3.1 gibt die vorgeschriebene Zusammensetzung für die deutsche und die amerikanische Normung an. Wie ersichtlich sind neben dem Kohlenstoff vor allem die Elemente Chrom, Nickel und Kupfer die Hauptlegierungselemente dieses Stahls. Der hohe Chrom- und Nickelgehalt ist für die gute Korrosionsbeständigkeit verantwort-

lich [42], während der hohe Kupfergehalt das Ausscheidungshärten ermöglicht [43].

Element	Massenanteil nach	Zusammensetzung nach
	DIN EN 10088-3 [39]	ASTM A564 [41]
	[%]	[%]
C	0,07	0,07
Si	0,70	1,00
Mn	1,50	1,00
P	0,04	0,04
S	0,03	0,03
Cr	15,00-17,00	15,00-17,50
Mo	0,60	
Ni	3,00-5,00	3,00-5,00
Cu	3,00-5,00	3,00-5,00
Nb	5*C-0,45	
Nb+Ta		0,15-0,45

**Tabelle 3.1** Vergleich der chemischen Zusammensetzung von 17-4PH nach DIN EN 10088-3 [39] und ASTM A564 [41].

Literatur- bezeichnung	Auslagerungs- temperatur	Auslagerungs- dauer	Abkühl- medium
	[° C]	[h]	
H900	480	1	Luft
H925	500	4	Luft
H1025	550	4	Luft
H1075	580	4	Luft
H1100	600	4	Luft
H1150	620	4	Luft

**Tabelle 3.2** Gängige Auslagerungsverfahren für 17-4PH [44].

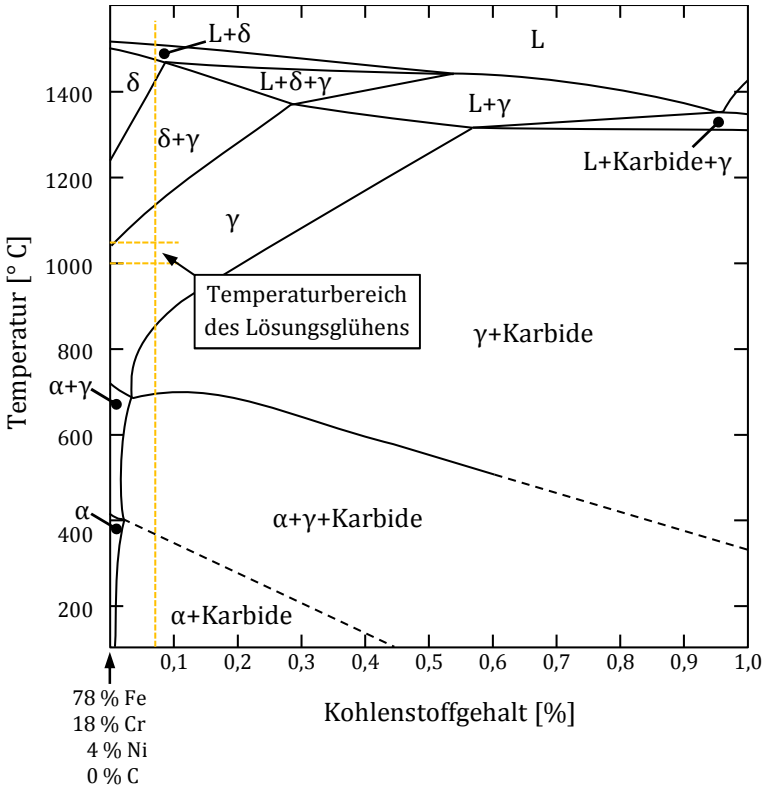
Für die Ausscheidungshärtung ist eine zweistufige Wärmebehandlung, bestehend aus Lösungsglügen (LG) und Auslagern, notwendig. Das Lösungsglügen wird in einem Temperaturbereich zwischen 1000° C und 1050° C durchgeführt, die Abkühlung der Bauteile erfolgt anschließend an Luft, Öl oder Wasser [44]–[47].

Für die Auslagerung sind mehrere Varianten gängig, die in Tabelle 3.2 zusammengefasst sind.

Um den Einfluss der Wärmebehandlungen auf die Mikrostruktur beurteilen zu können, ist ein geeignetes Phasendiagramm notwendig. Da es sich bei 17-4PH um einen hochlegierten Stahl handelt, muss der Einfluss der Legierungselemente auf die Phasenbildung berücksichtigt werden. Wie bereits festgestellt, sind neben dem Kohlenstoff, Chrom, Nickel und Kupfer die Hauptlegierungselemente von 17-4PH. Chrom wirkt in Eisenlegierungen als starker Ferritbildner und engt dadurch das Existenzgebiet des  $\gamma$ -Mischkristalls deutlich ein [48]. Nickel wirkt dagegen als starker Austenitbildner und erweitert somit das  $\gamma$ -Mischkristallgebiet [48]. Der Einfluss von Kupfer auf Eisenlegierungen ist eher gering [48]. Folglich sollten neben dem Kohlenstoff hauptsächlich die Legierungselemente Chrom und Nickel die Gefügebildung beeinflussen.

Abbildung 3.1 zeigt ein pseudo-binäres Phasendiagramm für das System Fe-C bei einem Chromgehalt von 18% und einem Nickelgehalt von 4%. Da diese Zusammensetzung sehr nahe an der des 17-4PH liegt, eignet sich das Diagramm nach Sedriks [49] für die Phasenbetrachtung des Stahls. In das Diagramm sind die Kohlenstoffkonzentration des 17-4PH und der Temperaturbereich des Lösungsglühens eingetragen. Wie ersichtlich befindet sich ihr Schnittpunkt im reinen  $\gamma$ -Gebiet. Durch das Abschrecken wird eine gleichgewichtsnahen Umwandlung verhindert. Unterhalb von 200° C setzt daher die Martensitumwandlung ein [50], wobei sich ein kohlenstoffarmer, nahezu unverzerrter Martensit bildet [32], der eine geringfügige Härte bei passabler Verformbarkeit aufweist [42]. Da die *Martensit-finish-Temperatur*  $M_F$  mit 30° C [51] knapp über der Raumtemperatur liegt, kann ein rein martensitisches Gefüge erzeugt werden.

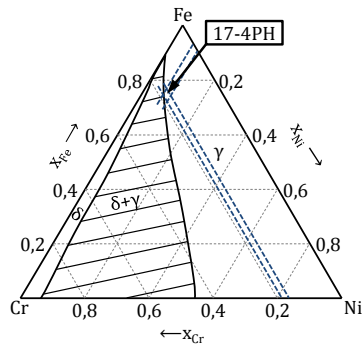




**Abbildung 3.1** Pseudo-binäres Phasendiagramm für eine Legierung aus Fe-18 % Cr-4 % Ni in Abhängigkeit des Kohlenstoffgehalts. Neu erstellt nach [49].

Neben dem Martensit können auch einige Prozent  $\delta$ -Ferrit im Gefüge enthalten sein [31], [32], [52], [53], was sich auf die in Tabelle 3.2 zusammengefassten zulässigen Spannweiten der chemischen Zusammensetzung zurückführen lässt. Mit Hilfe des Chrom- und Nickel-Äquivalents nach Espy [54] lässt sich die Gefügezusammensetzung – unter Berücksichtigung aller Legierungselemente – aus einem Fe-Cr-Ni Diagramm ablesen.

Abbildung 3.2 zeigt einen isothermen Schnitt durch dieses System bei einer Temperatur von  $1027^{\circ}\text{C}$  [55]. Diese Temperatur liegt innerhalb des angegebenen Temperaturbereichs des Lösungsglühens. Ausgehend von den zulässigen Konzentrationsgrenzen aus Tabelle 3.2 lässt sich jeweils ein maximales und minimales Chrom- bzw. Nickel-Äquivalent bestimmen. Anhand von diesen Werten wurde der Existenzbereich des 17-4PH in Abbildung 3.2 eingezeichnet. Wie ersichtlich, kann bei dieser Temperatur je nach Zusammensetzung auch ein Gefüge aus  $\delta+\gamma$  vorliegen.



**Abbildung 3.2** Isothermer Schnitt durch das ternäre System Fe-Cr-Ni bei  $1027^{\circ}\text{C}$ . Neu erstellt nach [55].

Nach dem Lösungsglühn erfolgt in der Regel eines der in Tabelle 3.2 aufgelisteten Auslagerungsverfahren. Mit den Auslagerungsprozessen unterhalb von  $540^{\circ}\text{C}$  können für gewöhnlich die höchsten Festigkeiten und Härten erzielt werden. Im Gefüge bilden sich dabei kohärente, kupferreiche Cluster [31], [32], [53]. Bei höheren Auslagerungstemperaturen nehmen Festigkeit und Härte – zugunsten der Zähigkeit – wieder ab. Im Gefüge bilden sich dabei inkohärente, kubisch flächenzentrierte Kupferausscheidungen [31], [32], [53]. Neben den Kupferausscheidungen können sich bei höheren Auslagerungstemperaturen auch wieder austenitische Bereiche bilden [56]–[59]. Hsiao et al. [59] vermuten, dass die Ausscheidung der Kupferpartikel zeitlich gesehen zuerst abläuft; anschließend sollen die Kupferausscheidungen als bevorzugte Keimbildungsstätte für den Austenit wirken, da sie die gleiche Gitterstruktur und einen sehr ähnlichen Gitterabstand aufweisen [59].

Je nach verwendetem Auslagerungsverfahren lässt sich folglich eine andere Mikrostruktur im Werkstoff einstellen. Dadurch lassen sich die mechanischen Eigenschaften in großem Maße beeinflussen [32]. Neben der Wärmebehandlung haben aber auch die Herstellungsverfahren einen großen Einfluss auf die Mikrostruktur. Daher werden in den folgenden Abschnitten sowohl die typischen Mikrostrukturen, als auch die mechanischen Eigenschaften von 17-4PH – in Abhängigkeit von der Wärmebehandlung und der Herstellungsart – vorgestellt.

## 3.2 Konventionell hergestellter 17-4PH

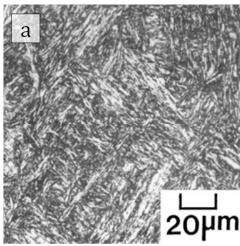
Die konventionelle Herstellung von 17-4PH weist keine nennenswerten Besonderheiten gegenüber anderen Stahlsorten auf, daher soll an dieser Stelle auf die klassische Literatur zur Stahlerzeugung verwiesen werden [60], [61]. Entscheidend für den Fortgang dieser Arbeit sind vor allem die mikrostrukturellen Besonderheiten und die typischen mechanischen Eigenschaften, die in den folgenden Abschnitten vorgestellt werden.

### 3.2.1 Mikrostruktur konventioneller 17-4PH

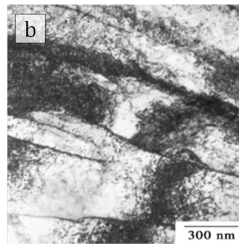
In Abbildung 3.3 sind Mikroskopaufnahmen der charakteristischen Gefügebestandteile des 17-4PH dargestellt. Teilbild a zeigt zunächst eine lichtmikroskopische Aufnahme eines rein martensitischen 17-4PH nach dem Lösungsglühen. Hier sind bereits die lattenförmigen Martensitstrukturen zu erahnen. In der Transmissionselektronenmikroskopischen (TEM) Aufnahme aus Teilbild b sind die einzelnen Latten deutlich zu erkennen. Teilbild c zeigt ebenfalls eine TEM Aufnahme der Martensitlatten. Allerdings erfolgte diese Aufnahme nach dem Auslagern und zeigt folglich, dass auch nach dem Auslagern noch ein lattenförmiger Martensit vorliegt.

Wie im vorherigen Abschnitt erläutert, kann neben dem Martensit auch  $\delta$ -Ferrit im Gefüge des 17-4PH enthalten sein. In konventionell hergestelltem Stahl bilden sich dabei zumeist langgezogene Ferritbänder (Teilbild d und e) aus. Auch hier zeigt eine Aufnahme den lösungsgeglühten und eine den ausgelagerten Zustand. Aus den Bildern wird deutlich, dass die Bänderstruktur auch über das Auslagern hinweg erhalten bleibt. Teilbild f zeigt zusätzlich eine TEM-Aufnahme eines ferritisch martensitischen Bereichs. Hier wird deutlich, dass die ferritischen Bereiche – im Gegensatz zum Martensit – keine Substruktur aufweisen.

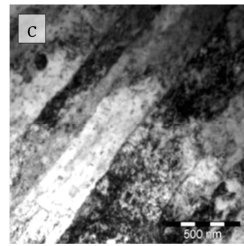
Um die im vorherigen Abschnitt beschriebenen Kupferausscheidungen sichtbar zu machen, sind hochvergrößernde TEM Aufnahmen nötig. Teilbild g und h zeigen solche Aufnahmen von zwei unterschiedlich ausgelagerten 17-4PH Proben. In beiden Bildern sind die Ausscheidungen in Form von kleinen dunklen Punkten zu erkennen. Wandelt bei der Auslagerung der Martensit wieder zu Austenit um, finden sich – wie in Teilbild i dargestellt – rundliche Austenit-Körner an den Lattengrenzen [59].



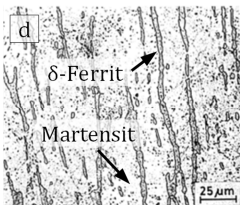
Lichtmikroskopische Aufnahme eines martensitischen Gefüges  
LG  
Hsiao et al. [59]



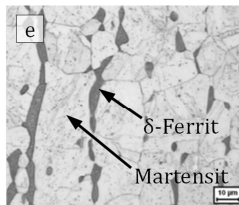
TEM Aufnahme einer martensitischen Mikrostruktur  
LG  
Wu und Lin [32]



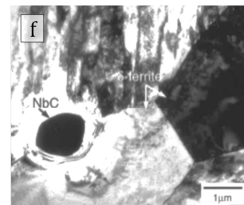
TEM Aufnahme der martensitischen Mikrostruktur  
LG+H1100  
Wang et al. [62]



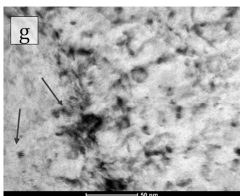
Lichtmikroskopische Aufnahme von δ-Ferritbänder  
LG  
Kamachi Mudali et al. [63]



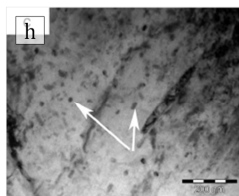
Lichtmikroskopische Aufnahme von δ-Ferritbänder  
LG+H1150  
Das et al. [64]



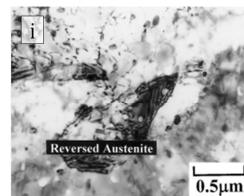
TEM Aufnahme von δ-Ferrit  
LG  
Murayama et al. [43]



TEM Aufnahme von Cu-Ausscheidungen innerhalb von Martensitlatten  
LG+H900  
Matlack et al. [65]



TEM Aufnahme von Cu-Ausscheidungen innerhalb von Martensitlatten  
LG+H1100  
Wang et al. [62]



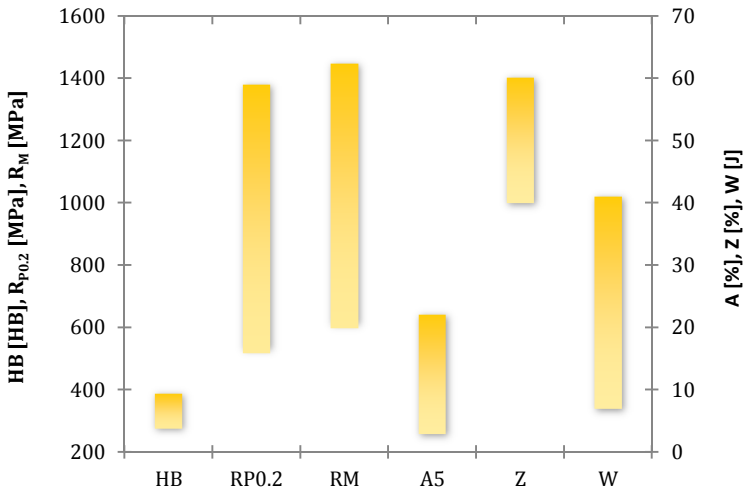
Reversierter Austenit  
LG+H1150  
Hsiao et al. [59]

### Abbildung 3.3

Typische Mikrostrukturen von 17-4PH.  
a-c) Martensitische Strukturen  
d-f) Ferritisch-martensitische Strukturen  
g+h) Kupferausscheidungen  
i) Reversierter Austenit

### 3.2.2 Mechanische Eigenschaften konventioneller 17-4PH

Die mechanischen Eigenschaften von konventionell hergestelltem 17-4PH sind sehr ausführlich in den Datenblättern der Stahlhersteller dokumentiert. Aufgrund der vielen unterschiedlichen Auslagerungsmöglichkeiten ergibt sich eine sehr große Spannweite von möglichen Kennwerten. Abbildung 3.4 zeigt eine Übersicht über die möglichen Wertebereiche, basierend auf den Angaben der nachfolgenden Hersteller [44]–[47], [50], [66], [67].

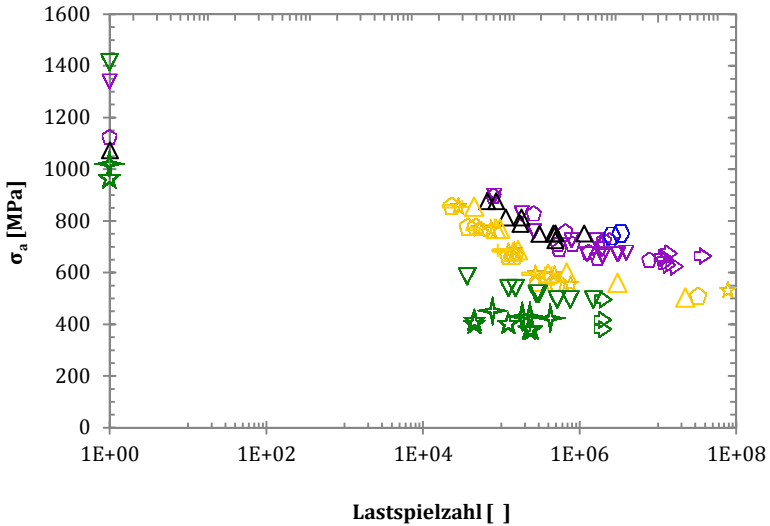


**Abbildung 3.4** Durch verschiedene Auslagerungen erzielbare mechanische Eigenschaften von konventionell hergestelltem 17-4PH. Werte aus [44]–[47], [50], [66], [67].

Zu den Ermüdungseigenschaften macht keiner der Hersteller genauere Angaben. In der Literatur finden sich jedoch einige Veröffentlichungen, die den Einfluss des gewählten Auslagerungsprozesses auf das Ermüdungsverhalten untersuchen. In Abbildung 3.5 sind die jeweiligen Daten zusammengetragen. Tabelle 3.3 gibt

zusätzlich eine Übersicht über die jeweiligen Versuchsparameter und die Wärmebehandlung der Proben. Die Daten von Wu und Lin [32] wurden mit einem Spannungsverhältnis von  $R = 0,1$  ermittelt. In diesem Falle liegt die Dauerfestigkeit  $R_D$  in einem Bereich von 375 MPa bis 500 MPa. Die restlichen Daten gelten für ein Spannungsverhältnis von  $R = -1$ . Dabei liegt die Wechselfestigkeit ungefähr zwischen 500 MPa und 700 MPa.

Neben konventionell hergestelltem 17-4PH soll im Rahmen dieser Arbeit auch mikropulverspritzgegossener 17-4PH untersucht werden. Da es sich beim Mikropulverspritzgießen lediglich um eine Weiterentwicklung des Pulverspritzgießens handelt [12], wird zunächst das konventionelle Pulverspritzgießen betrachtet.



**Abbildung 3.5** Ermüdungsdaten von 17-4PH. Informationen zu den einzelnen Datenreihen finden sich in Tabelle 3.3.

	Wärme- behandlung	Frequenz	$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$	Quelle
▽	LG+H900	k.a.	-1	Boeing Vertol Div. [68]
◇	LG+H1050	k.a.	-1	
△	LG+H1025	100 Hz	-1	Nie und Mutoh [69]
◇	k.a.	20 kHz	-1	Kazymyrovych [70]
△	LG+4h 538° C	k.a.	-1	Viswanathan et al. [71]
+	LG+4h 593° C	k.a.	-1	
☆	LG+4h 620° C	k.a.	-1	
◇	LG+4h 650° C	k.a.	-1	
-	LG+4h 677° C	k.a.	-1	
☆	LG	20 Hz	0,1	Wu und Lin [32]
▽	LG+H900	20 Hz	0,1	
☆	LG+H1150	20 Hz	0,1	

**Tabelle 3.3** Zusammenfassung der Parameter der Ermüdungsversuche aus Abbildung 3.5.



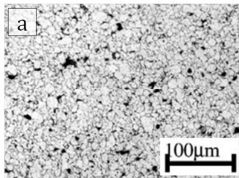
### 3.3 Pulverspritzgegossener (PIM) 17-4PH

17-4PH ist ein Stahl der sich sehr gut für das Pulverspritzgießen eignet [72] und dementsprechend häufig verwendet wird [73]. Bevor jedoch auf seine mikrostrukturellen Besonderheiten und die mechanischen Eigenschaften eingegangen wird, sollen an dieser Stelle die Grundzüge des Pulverspritzgussprozesses kurz erläutert werden.

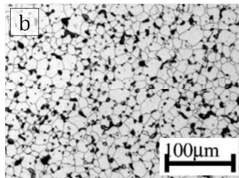
Mittels Pulverspritzgießen (PIM = Powder Injection Molding) lassen sich relativ kostengünstig komplex geformte, dreidimensionale Strukturen aus metallischen und keramischen Werkstoffen herstellen [12], [74]. Der grundlegende Prozess besteht aus vier Schritten [12], [72]. Im ersten Schritt wird ein metallisches oder keramisches Pulver unter erhöhter Temperatur mit einem geeigneten Bindemittel vermengt [72]. Während des Vermengens wird der Binder aufgeschmolzen und benetzt im Idealfall die gesamte Oberfläche des Pulvers [72]. Im zweiten Schritt wird das benetzte Pulver unter Druck und Temperatur in das Formwerkzeug gepresst. Dabei schmilzt das Bindemittel erneut auf und verbindet die einzelnen Pulverpartikel miteinander. Der so erzeugte Grünling wird dann in der Form abgekühlt und anschließend ausgestoßen. Im dritten Schritt erfolgt das Entbindern. Dabei wird das Bindemittel in einem Temperaturbereich von 400° C bis 600° C aus dem Grünling ausgebrannt. Im vierten und letzten Schritt wird die Struktur bei hohen Temperaturen unter Schutzatmosphäre gesintert, um Dichte und mechanische Eigenschaften zu verbessern [12]. Grundsätzlich bilden sich dabei die gleichen metallurgischen Phasen wie bei konventionell hergestelltem 17-4PH, jedoch finden sich in den Gefügen einige prozessbedingte Besonderheiten, die im nachfolgenden Abschnitt zusammengefasst sind.

### 3.3.1 Mikrostruktur PIM 17-4PH

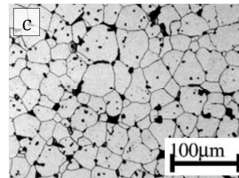
Bei einem pulverspritzgegossenem Material wird die Mikrostruktur sehr stark von den Sinterbedingungen beeinflusst. Der Zusammenhang von Sinter Temperatur und Mikrostrukturentwicklung in einem 17-4PH wurde beispielsweise von Sung et al. [75] ausführlich untersucht. Abbildung 3.6 a, b und c zeigt jeweils einen Gefügeschliff aus seiner Versuchsreihe. Es wird deutlich, dass mit steigender Sinter Temperatur die im Bild dunkel erscheinende Porosität abnimmt. Die Korngröße nimmt dagegen mit steigender Sinter Temperatur zu. Ein weiterer Unterschied zu konventionell hergestelltem 17-4PH findet sich in der strukturellen Ausprägung des  $\delta$ -Ferrits. Wie in Abbildung 3.6 d bis f dargestellt, bilden sich hier keine langgezogenen Ferritbänder; vielmehr umhüllt der Ferrit die bestehenden Martensitkörner [76].



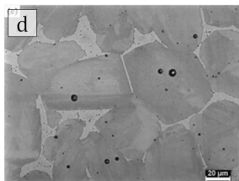
Gefüge von PIM 17-4PH  
Bei 1000° C 1h gesintert  
Sung et al. [75]



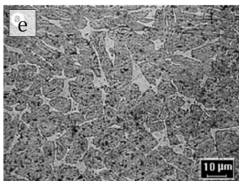
Gefüge von PIM 17-4PH  
Bei 1250° C 1h gesintert  
Sung et al. [75]



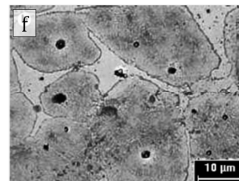
Gefüge von PIM 17-4PH  
Bei 1350° C 1h gesintert  
Sung et al. [75]



$\delta$ -Ferrit in PIM 17-4PH  
LG+H1100  
Wu et al. [76]



$\delta$ -Ferrit in PIM 17-4PH  
LG+4h bei 480° C  
Gülsoy [77]



$\delta$ -Ferrit in PIM 17-4PH  
LG+4h bei 480° C  
Gülsoy [77]

**Abbildung 3.6** Typische Mikrostrukturen von PIM 17-4PH.  
a-c) Auswirkung der Sinterparameter auf die Gefügebildung  
d-f) Erscheinungsform der  $\delta$ -Ferrit Phase

### 3.3.2 Mechanische Eigenschaften PIM 17-4PH

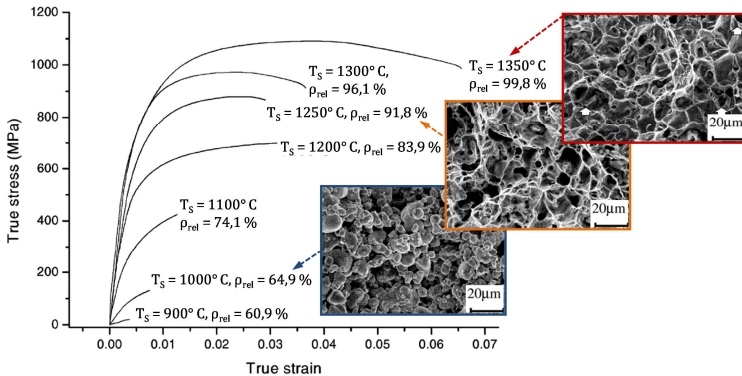
Wird pulverspritzgegossenes Metall bis auf eine Dichte von 98 % gesintert, entsprechen die chemischen, physikalischen, elastischen, elektrischen und thermodynamischen Eigenschaften in der Regel den Werten aus konventionellen Tabellenwerken [78]. So entsprechen nach Smarslok und German [79] auch die mechanischen Eigenschaften unter Zugbeanspruchung denen der konventionell hergestellten Werkstoffe. Die Mindestfestigkeiten und Bruchdehnungen sind für PIM-Metalle und Legierungen von der MPIF (Metall Powder Industrie Federation) festgelegt und in ihrem Standard 35 Handbuch [80] veröffentlicht worden. Allerdings liegen nach PIM international [78] ca. 50 % der veröffentlichten Werten unter diesem Standard, da Mikrostruktur, Porosität, Korngröße und Verunreinigungen einen drastischen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften von PIM Materialien haben. Um einen Eindruck von der Spannweite der veröffentlichten Daten zu gewinnen, werden im Folgenden einige Arbeiten über die mechanischen Eigenschaften von PIM 17-4PH vorgestellt und anschließend ihre Werte mit dem entsprechenden MPIF Standard [80] verglichen.

Ausführliche Arbeiten zu den mechanischen Eigenschaften von PIM 17-4PH sind in der Literatur leider nur selten zu finden. In der Regel befassen sich die Arbeiten mit der Abhängigkeit der Zugfestigkeit von bestimmten Prozessparametern. So untersuchten beispielsweise Wu et al. [81] den Einfluss der Pulverherstellungsart auf die Zugfestigkeit. Dabei stellte sich heraus, dass sowohl die Festigkeiten als auch die Bruchdehnungen von Proben aus *water atomized* Pulvern die Werte der aus *gas atomized* Pulver hergestellten Proben übertrafen. Auch die Gruppe um Gülsoy [82] beschäftigte sich mit der Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Pulverherstellungsart und konnte den gleichen Zusammenhang finden. Sie betrachtete gleichzeitig aber auch den Einfluss der Sintertemperaturen, was ebenso Sung et al. [75]

bearbeiteten. In beiden Studien zeigte sich, dass sich bei der maximal möglichen Sinteremperatur von 1350° C auch die maximalen Zugfestigkeiten und Bruchdehnungen einstellten. Beide führen dies auf die sinkende Porosität mit steigender Sinteremperatur zurück. In weiteren Arbeiten versuchte die Gruppe um Gülsoy die verbleibende Restporosität durch Zugabe von NiB [77] und FeB [83] weiter zu reduzieren. In beiden Fällen zeigte sich, dass die Restporosität durch eine geringe Borid Zugabe verringert werden kann. Dadurch konnten sie sowohl die Zugfestigkeit, als auch die Bruchdehnung des Materials steigern. Chang et al [84] verwendeten dagegen Graphitpulver als Zugabe. Dabei zeigte sich, dass sich über den Graphitgehalt der  $\delta$ -Ferrit Anteil beeinflussen lässt. Bei einer Zugabe von 0,26 Ma% Graphit erzielten sie die höchsten Festigkeiten. Weitere Arbeiten zu den mechanischen Eigenschaften finden sich auch von Li et al. [85] und Khalil und Kim [86] die jeweils die Zugfestigkeit in Abhängigkeit des Pulverfüllgrades untersuchten. Beide zeigten, dass sich die Zugfestigkeit mit steigendem Pulvergehalt erhöht, da – bei gleichen Sinterparametern – die Porosität mit steigendem Pulvergehalt abnimmt. Neben diesen wissenschaftlichen Veröffentlichungen finden sich auch auf der Internetpräsenz eines  $\mu$ PIM Pulverherstellers [87] einige Angaben zur Zugfestigkeit des in dieser Arbeit verwendeten Pulvers.

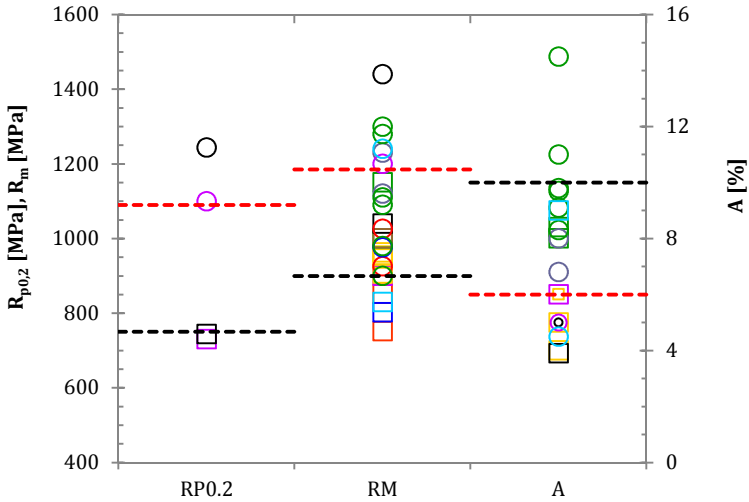
Über alle Arbeiten hinweg zeigte sich, dass mit sinkender Porosität sowohl die Zugfestigkeit als auch die Bruchdehnungen ansteigen. Besonders anschaulich verdeutlicht dies die Arbeit von Sung et al. [75], in der Zugversuche an PIM 17-4PH Proben durchgeführt wurden, die bei unterschiedlichen Temperaturen jeweils eine Stunde lang gesintert wurden. Abbildung 3.7 zeigt seine Spannungs-Dehnungs-Kurven in Abhängigkeit der Sinteremperatur  $T_S$  und der relativen Dichte  $\rho_{rel}$ . Zusätzlich sind noch einige Aufnahmen der Bruchflächen abgebildet. Diese zeigen, dass bei niedrigen Dichten noch die einzelnen Pulverpartikel in der Bruch-

fläche zu erkennen sind. Erst bei hohen Dichten bilden sich Vollmaterial ähnliche Bruchflächen aus.



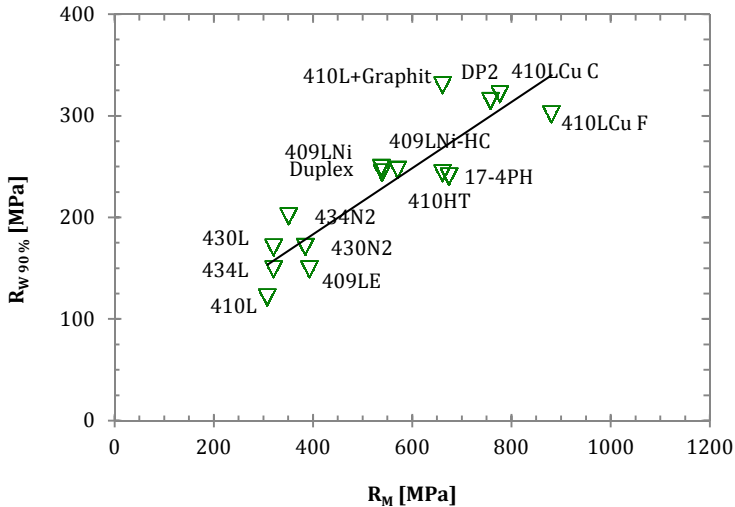
**Abbildung 3.7** Untersuchungen von Sung et al. [75] zur Auswirkung der Sintertemperatur  $T_s$  und der relativen Dichte  $\rho_{rel}$  auf die Spannungs-Dehnungs-Kurve und die Strukturierung der Bruchflächen eines PIM 17-4PH.

Um die Ergebnisse aller Arbeiten zusammenzufassen, wurde in Abbildung 3.8 zunächst die von der MPIF vorgegebenen Werte für die Dehngrenze  $R_{p0,2}$ , die Zugfestigkeit  $R_m$  und die Bruchdehnung  $A$  eines pulverspritzgegossenen 17-4PH im gesinterten (schwarz) und ausscheidungsgehärteten Zustand (rot) eingetragen. Zusätzlich wurden von allen vorgestellten Studien die Werte der Proben typen, die sowohl vom Pulvertyp, der Sintertemperatur und der chemischen Zusammensetzung den Proben dieser Arbeit entsprechen, in das Diagramm eingetragen. Dabei wurden die Werte des gesinterten Zustands mit einem  $\square$  Symbol und die Werte der ausscheidungsgehärteten Zustände mit einem  $\circ$  Symbol markiert. Am Beispiel der Zugfestigkeit zeigt sich deutlich, dass die Werte der vorgestellten Studien um bis zu 200 MPa ober- bzw. unterhalb der MPIF Vorgabe liegen.



**Abbildung 3.8** Vergleich der mechanischen Eigenschaften unter Zugbeanspruchung von pulverspritzgegossenem 17-4PH aus verschiedenen Veröffentlichungen mit dem MPIF Standard 35 [80]. Die  $\square$  Symbole stehen dabei für den gesinterten, die  $\circ$  Symbole für den wärmebehandelten Zustand.

- |           |                           |           |  |
|-----------|---------------------------|-----------|--|
| ---       | MPIF 35 [80]<br>Gesintert | ---       | MPIF 35 [80]<br>Ausscheidungsgesintert |
| $\square$ | Gülsoy et al. [82]        | $\square$ | Gülsoy et al. [83]                     |
| $\square$ | Gülsoy [77]               | $\square$ | ATW [88]                               |
| $\square$ | Li et al. [85]            | $\square$ | Wu et al. [81]                         |
| $\square$ | Sung et al. [75]          | $\square$ | Sandvik [89]                           |
| $\square$ | Chang et al. [84]         |           |  |



**Abbildung 3.9** Übersichtsdiagramm über die Wechselfestigkeiten (90 % Überlebenswahrscheinlichkeit) von ausscheidungshärtbaren PIM Stählen in Abhängigkeit von der Zugfestigkeit [90].

Zu den Ermüdungseigenschaften von pulverspritzgegossenem 17-4PH finden sich in der Literatur fast keine Angaben. Lediglich PIM International [78] gibt an, dass die Ermüdungsfestigkeit von PIM 17-4PH 500 MPa betragen soll. Allerdings sind dazu keine weiteren Angaben zum Materialzustand oder den Ermüdungsparametern vorhanden. Schade et al. [90] veröffentlichten aber das in Abbildung 3.9 dargestellte Übersichtsdiagramm zur Wechselfestigkeit diverser ausscheidungshärtbarer PIM Stähle in Abhängigkeit von der Zugfestigkeit. In dem Diagramm ist auch ein Wert für PIM 17-4PH vorhanden. Dieser gibt für eine Zugfestigkeit von  $R_m = 675$  MPa eine Wechselfestigkeit – basierend auf 90 % Überlebenswahrscheinlichkeit – von  $R_{W,90\%} = 240$  MPa an. Zudem zeigt das Diagramm, dass über alle PIM-Stähle hinweg die Wechselfestigkeit annähernd linear mit der Zugfestigkeit des Werkstoffs skaliert.

## 3.4 Mikropulverspritzgegossener ( $\mu$ PIM) 17-4PH

Das Mikropulverspritzgießen wird in der Literatur als  $\mu$ PIM (Micro Powder Injection Molding) bezeichnet. Bei dem Verfahren handelt es sich um eine Weiterentwicklung des konventionellen Pulverspritzgießens [12]. Nach Liu et al. [12] lassen sich mit dem  $\mu$ PIM-Verfahren Strukturen mit lateralen Abmessungen von wenigen Millimetern und Details von wenigen Mikrometern herstellen [12]

Die größte Herausforderung beim Mikropulverspritzgießen liegt in der Einhaltung von engen Maßtoleranzen. Nach Attia und Alcock [72] ist dies hauptsächlich auf die hohen Temperaturen und Drücke, denen das Bauteil während des Herstellungsprozesses ausgesetzt ist, zurückzuführen. So kann es beispielsweise während des Sinterns zu einem Bauteilschrumpf von bis zu 24 % kommen [72]. Dieses Schrumpfverhalten ist nach German [91] aber noch nicht vollständig kontrollierbar. Besonders schwierig wird die maßgenaue Herstellung wenn zudem ausgeprägte Wandstärkenunterschiede im Bauteil vorhanden sind [15], da neben ungleichmäßigem Schrumpf dann auch die Gefahr des Bauteilverzugs besteht [72]. Dies beruht zum einen darauf, dass unterschiedliche Wandstärken eine ungleichmäßige Befüllung des Formwerkzeugs verursachen [15]. Zum anderen können sich – aufgrund der unterschiedlichen Wandstärken – starke Eigenspannungen im Bauteil bilden [72]. Für das in der Problemstellung vorgestellte Transferprojekt wurde mit dem Membranträger jedoch ein Demonstrator gewählt, der sehr ausgeprägte Wandstärkenunterschiede aufweist (Vgl. Kapitel 5.1). Daher entwickelten Piotter et al. [15] – im Rahmen des Transferprojekts – einen neuartigen Fertigungsprozess, der am Beispiel des Membranträgers aufzeigen soll, wie Bauteile mit ausgeprägten Wandstärkenunterschieden hergestellt werden können.

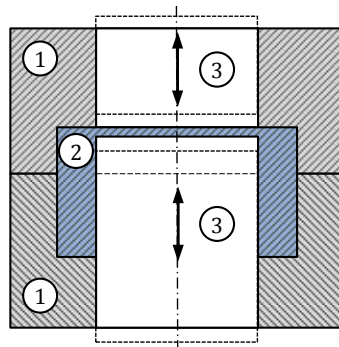


Dafür verwendeten sie gemäß Abbildung 3.10 zwei bewegliche Kolben innerhalb des Formwerkzeugs. Während des Einspritzvorgangs wurden die Kolben so weit auseinander gefahren, dass eine gleichmäßige Befüllung möglich ist. Nach dem Einspritzen des Pulver-Binder-Gemischs wurden die Kolben dann bis auf das gewünschte Endmaß zusammengefahren. Dadurch konnten sie minimale Membrandicken von  $100\ \mu\text{m}$  ohne nennenswerte Porenbildung erzeugen [15].

Auch beim  $\mu\text{-PIM}$  Verfahren gibt es einige prozessbedingte Besonderheiten bezüglich der Ausprägung der Mikrostruktur, die im nachfolgenden Abschnitt vorgestellt werden.

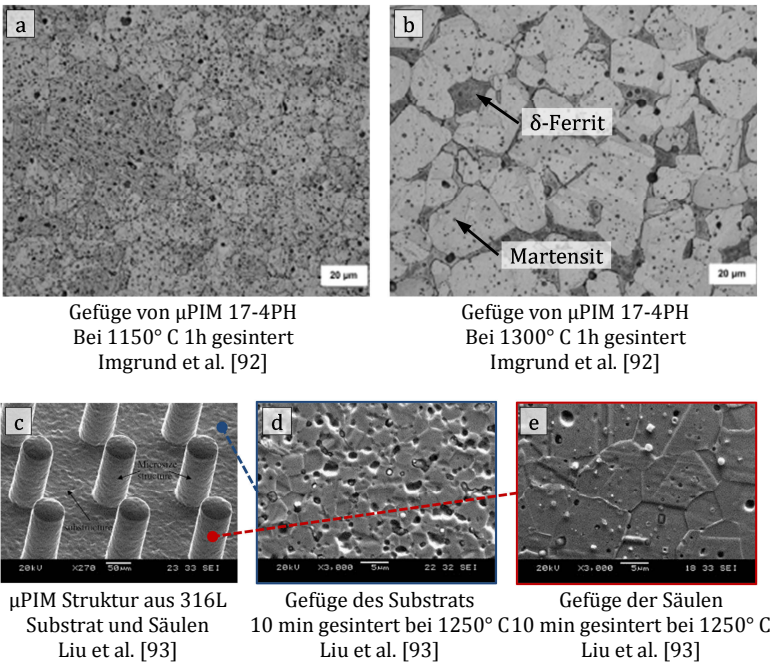
### 3.4.1 Mikrostruktur $\mu\text{PIM 17-4PH}$

Analog zu den PIM Mikrostrukturen haben auch beim  $\mu\text{PIM}$  Verfahren die Sinterbedingungen einen großen Einfluss auf die Gefügeausbildung. Abbildung 3.11 a und b zeigt zwei 17-4PH Gefüge, die mit unterschiedlichen Temperaturen gesintert wurden. Auch hier ist ein deutlicher Unterschied in der Korngröße und der Porosität erkennbar. Des Weiteren zeigt Teilbild b, dass auch bei  $\mu\text{PIM 17-4PH}$  die ferritischen Bereiche die martensitischen umranden.



- 1 Formwerkzeug
- 2 Membranträger
- 3 Beweglicher Kolben

**Abbildung 3.10** Schematische Darstellung des von Piotter et al. [15] entwickelten Prozesses zur Herstellung von  $\mu\text{PIM}$  Bauteilen mit ausgeprägten Wandstärkeunterschieden



**Abbildung 3.11** Typische Mikrostrukturen von  $\mu$ PIM 17-4PH.  
 a&b) Auswirkung der Sinterparameter auf das Gefüge  
 c-e) Auswirkung der Strukturgröße auf das Gefüge

Eine weitere Studie von Liu et al. [93] zeigte, dass bei  $\mu$ PIM Bauteilen die Dichte aber nicht nur von den Sinterbedingungen, sondern auch direkt von der Bauteilgröße abhängt. Teilbild c zeigt eine ihrer Teststrukturen aus 316L Stahl. Die Struktur besteht aus Mikrosäulen mit einem Durchmesser von 80  $\mu$ m, die aus einem Substrat herausragen. Nach dem Sintern untersuchten sie jeweils die Mikrostruktur des Substrats (Teilbild d) und der Säulen (Teilbild e). Der Vergleich zeigt, dass die Mikrostruktur der Säulen eine geringere Porosität und eine höhere Korngröße aufweist. Dieses Verhalten führen sie auf das erhöhte Oberflächen-Volumen-

Verhältnis der Mikrosäulen zurück, da dies die Wechselwirkung mit der Sinteratmosphäre erleichtert und so die sinterhemmende Oxidbildung stärker eindämmt. Auch Attia und Alcock [72] geben an, dass in feinen Strukturen höhere Dichten erreicht werden. Zusätzlich sind nach Piotter [94] die  $\mu$ PIM-Pulver deutlich feiner als die PIM Varianten, dadurch ist die Porosität von vornherein geringer. Dementsprechend ist davon auszugehen, dass bei  $\mu$ PIM Bauteilen die Porosität – im Vergleich zu PIM Bauteilen – geringer ist.

### 3.4.2 Mechanische Eigenschaften $\mu$ PIM 17-4PH

Wie in der Einleitung erläutert, sind die mikromechanischen Testverfahren noch nicht sehr weit verbreitet. Dementsprechend finden sich in der Literatur nur sehr wenige Angaben zu den mechanischen Eigenschaften von  $\mu$ PIM Materialien. Im Bereich der keramischen Werkstoffe finden sich Arbeiten von Kennerknecht [95] und Auhorn et al. [96]–[98]. Im Bereich der  $\mu$ PIM Stähle haben beispielsweise Fu et al. [99] den E-Modul von  $\mu$ PIM 316L Stahl mittels Nanoindentierung bestimmt. Quinard et al. [100] verwendeten  $\mu$ PIM Zugproben mit 9 mm Länge und einem Querschnitt von  $1,4 \text{ mm}^2$  um Zugfestigkeit und Bruchdehnung von  $\mu$ PIM 316L zu bestimmen. Zu 17-4PH findet sich nur eine Veröffentlichung von Nishiyabu et al. [101]. Sie haben die die Vickers Härte von  $\mu$ PIM Zahnradern aus 17-4PH bestimmt. Für den gesinterten Zustand erhielten sie einen Wert von 325 HV, für den ausgelagerten einen Wert von 402 HV.

Die geringe Anzahl von Veröffentlichungen zeigt deutlich, dass die Weiterentwicklung der mikromechanischen Testverfahren für die Optimierung von  $\mu$ PIM Bauteilen dringend von Nöten ist. Bevor nachfolgend der Stand der Forschung im Bereich der mikromechanischen Testverfahren zusammengefasst wird, soll zunächst anhand einiger grundlegender Überlegungen erörtert

werden, wie weit sich das mechanische Verhalten von mikroskaligen Proben im Vergleich zu Makroproben verändert.

### 3.5 Materialverhalten auf kleinen Skalen

Wie in der Einleitung von Kapitel 3 erläutert, werden die mechanischen Eigenschaften von polykristallinen Metallen hauptsächlich von der Mikrostruktur beeinflusst. Daher stellt sich die Frage, wieso überhaupt mikroskalige Testverfahren von Nöten sind und nicht einfach Makroproben mit identischen Gefügen getestet werden. Dies lässt sich damit begründen, dass ein Teil der mechanischen und physikalischen Eigenschaften nicht größenunabhängig sind, sondern gewissen Größeneffekten unterliegen, die unter dem Überbegriff *size effects* in der Literatur abgehandelt werden [38], [102], [103]. Grundsätzlich lassen sich diese Effekte in zwei verschiedene Gruppen aufteilen. So gibt es zum einen eine Gruppe von Größeneffekten, deren Einfluss proportional mit dem relevanten Größenmaß skaliert. Zum anderen treten aber auch Größeneffekte auf, die erst zum Tragen kommen, wenn das relevante Größenmaß einen kritischen Wert überschritten hat.

Ein typisches Beispiel für die erste Gruppe von Effekten ist das Oberflächen-Volumen-Verhältnis. Je kleiner eine Struktur, desto größer ist ihre Oberfläche im Verhältnis zum Volumen. Wie bereits in Abschnitt 3.4.1 erläutert, ist dieser Skalierungseffekt beispielsweise dafür verantwortlich, dass sich – bei gleichen Herstellungsbedingungen – die Mikrostruktur eines  $\mu$ PIM Bauteils von einem PIM Bauteil unterscheiden kann und in der Folge sich auch andere mechanische Eigenschaften ergeben können. Daneben hat das Oberflächen-Volumen-Verhältnis auch einen entscheidenden Einfluss auf jegliche Wärmebehandlungen, da es die Aufheiz- und Abkühlbedingungen drastisch verändert. Weitere Skalierungseffekte finden sich auch in den typischen Prozessparametern des  $\mu$ PIM-Verfahrens. Da die Anwendung der Spritz-

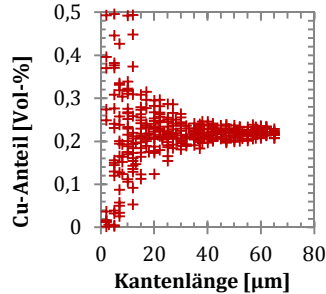
gusstechnik aber nicht Bestandteil dieser Arbeit ist, soll an dieser Stelle nur auf die Arbeit von Yao und Kim [104] verwiesen werden.

Ein Beispiel für die zweite Gruppe von Größeneffekten ist der sogenannte *Hall-Petch breakdown* [105], [106]. Wie bereits in der Einleitung des Kapitels erläutert, besagt der Hall-Petch-Effekt, dass die Fließspannung eines metallischen Polykristalls – gemäß Gleichung (3.1) – mit sinkender Korngröße zunimmt. Wird die Korngröße dabei bis an das untere Ende der Mikrometerskala verkleinert, verliert der Hall-Petch-Effekt plötzlich seine Gültigkeit [37]. Voraussetzung dafür ist, dass – im unverformten Zustand – der Abstand zwischen den einzelnen Versetzungen in der Größenordnung der Mikrostruktur liegt. Nach Zhang et al. [107], [108] können sich dann keine Versetzungsnetzwerke mehr ausbilden. Somit beruht die Verformung auf der Bewegung einzelner Versetzungen. Dabei ist die Wahrscheinlichkeit, dass Versetzungen aus der Probenoberfläche austreten und die Probe somit an Versetzungen verarmt, recht hoch. In Folge dessen wird die Neubildung von Versetzungen plötzlich zum verformungsbestimmenden Mechanismus [38]. Ausgehend von einer Versetzungsdichte von  $1E12\text{ m}^{-2}$  bis  $1E13\text{ m}^{-2}$  im unverformten Zustand, liegt der kritische Wert des relevanten Längenmaßes für metallische Materialien nach Kraft et al. [38] bei ca.  $1\text{ }\mu\text{m}$ . Dies deckt sich nahezu mit den Ergebnissen von Uchic et al. [109], die in Kompressionsversuchen an zylindrischen Mikroproben aus einkristallinem Nickel – ab einem Probendurchmesser von ca.  $5\text{ }\mu\text{m}$  – eine drastische Veränderung im mechanischen Verhalten beobachteten.

Nun muss die Mikrostrukturgröße aber nicht zwangsläufig mit der Bauteilgröße skalieren. Wird zum Beispiel ein Mikrobauteil oder eine Mikroprobe aus einem konventionellen Material herausgetrennt, liegt in der Mikroprobe ebenfalls die Mikrostruktur des konventionellen Materials vor. Ist dieses entnommene Volumen aber bereits so klein, dass kein repräsentatives Volumenele-

ment (RVE) des Ausgangsgefüges mehr vorliegt, werden auch hier die mechanischen Eigenschaften nicht mehr denen des Ausgangsmaterials entsprechen. Diesen Effekt verdeutlicht beispielsweise eine simulative Studie von Echlin et al. [110]. Als Ausgangsmaterial erstellten sie einen Quader aus Wolfram-Kupfer-Komposit mit Abmessungen von  $515 \mu\text{m} \times 620 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$ . Innerhalb des Quaders wurden 19,3 Vol-% Kupfer regellos verteilt. Anschließend wurden aus dem Quader zwanzig gleichgroße, virtuelle Würfel – an zufällig ausgewählten Stellen – entnommen und ihr Kupfergehalt bestimmt. Dieser Vorgang wurde dann mit verschiedenen Würfelgrößen wiederholt.

Abbildung 3.12 stellt den Kupfergehalt der Würfel in Abhängigkeit ihrer Kantenlängen dar. Es zeigt sich, dass in den größeren Würfeln der gemessene Kupferanteil relativ eng um die vorgegebenen 19,3 Vol-% streut. Wird die Kantenlänge reduziert, steigt die Streuung stark an. Bei den kleinsten Würfeln streut der Volumenanteil des Kupfers zwischen 0 % und 50 %.



**Abbildung 3.12** Auswirkung des Testvolumens auf die Streuung der Meswerte. Neu erstellt nach [110].

Wolfram und Kupfer haben grundsätzlich sehr unterschiedliche mechanische Eigenschaften, dementsprechend würden bei diesem Beispiel die Würfel mit einer Kantenlänge von weniger als ca.  $30 \mu\text{m}$  eine hohe Streuung in ihren mechanischen Eigenschaften zeigen.

Furuya [111] untersuchte dieses Verhalten an realen Proben. Dazu führte er Ermüdungsversuche an hochfesten Stahlproben unterschiedlichen Durchmessers im *very high cycle fatigue* (VHCF) Regime durch. Die Proben wurden dabei alle aus dem gleichen



Die Beispiele zeigen, dass sowohl eine Reduktion der Probengröße, als auch eine Verkleinerung der Mikrostruktur das mechanische Verhalten drastisch ändern können. Dementsprechend geben auch Uchic et al. [109] an, dass es für die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften auf der Mikroskala unabdingbar ist, die Mikrostruktur und die Probengröße genau zu definieren. Im Umkehrschluss bedeutet dies, dass die mechanischen Eigenschaften eines Mikrobauteils auch an Proben der gleichen Größenskala mit gleicher Mikrostruktur gemessen werden müssen.

Da nun deutlich gemacht wurde, weshalb das mikromechanische Testen in der vorliegenden Arbeit eingesetzt werden soll, wird im folgenden Abschnitt der Stand der Forschung zu mikromechanischen Testverfahren zusammengefasst.

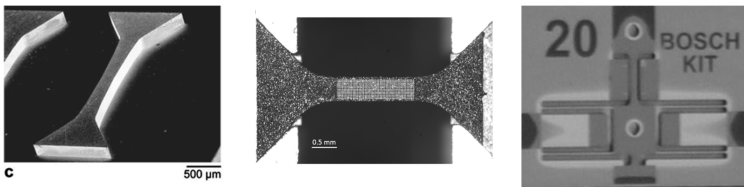
## 3.6 Mechanisches Testen auf kleinen Skalen

Wie bereits in der Einleitung erwähnt, ist das mechanische Testen auf kleinen Skalen noch nicht so weit entwickelt, dass standardisierte Probengeometrien einfach hergestellt und in kommerziell erhältlichen Systemen getestet werden können. Dies liegt daran, dass sich sowohl die Probenherstellung, Präparation und Vermessung, als auch die Last- bzw. Dehnungsaufbringung und deren Messung auf dieser Größenskala als sehr schwierig erweisen [17], [20], [22].

Nach Gianola und Eberl [17] lassen sich mikro- und nanoskalige Zugproben anhand des erforderlichen Probenhandlings in drei Gruppen einteilen. Dabei finden sich am oberen Ende der Mikroskala Proben die unter Zuhilfenahme von Pinzetten dem Testsystem noch von Hand zugeführt werden können. Handelt es sich dabei um spröde und empfindliche Materialien, werden die eigentlichen Probengeometrien oftmals in einen Testrahmen integriert, dessen stabilisierende Arme erst unmittelbar vor Testbe-



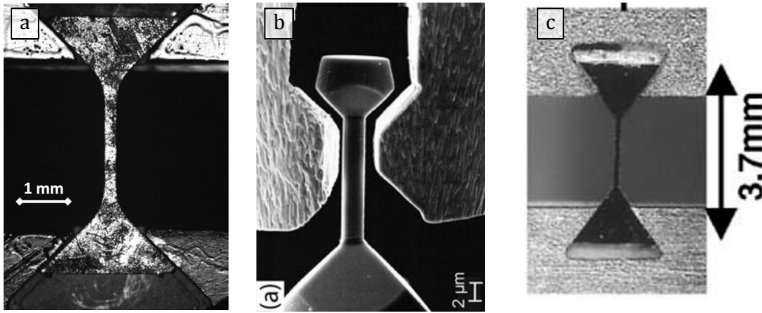
ginn getrennt werden. Diese Technik kommt häufig im Bereich der MEMS Materialien zum Einsatz [17], [113]. Abbildung 3.14 zeigt einige Beispiele für diese Probentypen. Die nächste Gruppe erfasst die Proben, deren Dimensionen bereits so klein sind, dass für den Einbau in das Testsystem Mikromanipulatoren notwendig sind. Typische Probentypen dieser Gruppe sind *nanowires* [114] und biologische Proben [115]. Die letzte Gruppe fasst die Probentypen zusammen, für deren Handling bereits ein Nanomanipulator verwendet werden muss, wie beispielsweise *nanotubes* [116].



**Abbildung 3.14** Beispiele für Mikroproben der obersten Größenklasse.

- a) Mittels LIGA-Verfahren hergestellte, freistehende Mikroprobe aus Ni [22].
- b) Freistehende Mikroprobe aus nanoporösem Gold [117].
- c) In einen Testrahmen integrierte Mikroprobe aus Siliziumkarbid [118].

Für das mechanische Testen der in dieser Arbeit verwendeten Mikro-Hochdrucksensoren sollen Proben aus der integrierten Membran des Sensors extrahiert werden. Aufgrund der in Kapitel 5.1 dokumentierten Abmessungen der Membran, fallen die Proben in die erste Gruppe von Probentypen. Daher soll im Folgenden besonders auf die Extraktions- und Testmethoden für Proben dieser Größenordnung eingegangen werden.



**Abbildung 3.15** Beispiele für keilförmige Probeneinspannungen.  
 a) Eingespannt Mikroprobe aus nanoporösem Gold [95].  
 b) Spannprinzip für das Testen von einkristallinen Kupferproben [119].  
 c) Eingespannte Mikroprobe aus LIGA-Nickel [120].

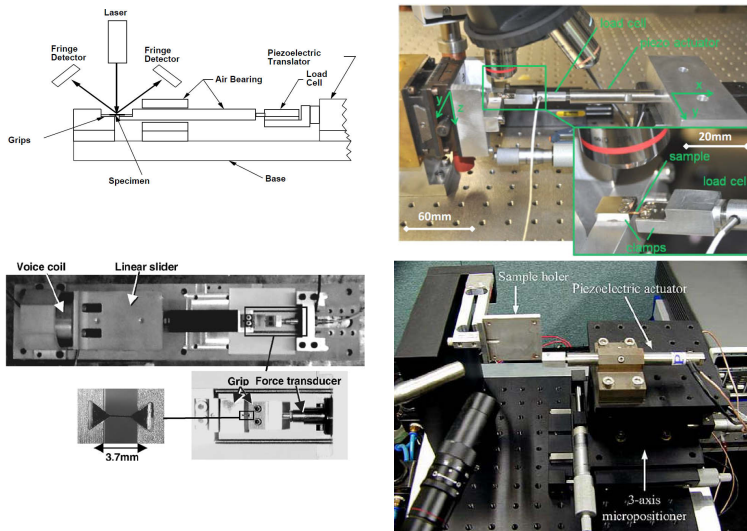
Nach Hemker und Sharpe [22] besteht die Schwierigkeit bei der Extraktion solcher Probentypen darin, die Eigenschaften des Materials durch den Extraktionsprozess nicht zu verändern. Sie empfehlen daher die von der TEM-Folien Präparation bekannten Techniken, wie beispielsweise Diamantdrahtsägen, Funkenerosionsverfahren und das Polieren unter Zuhilfenahme eines Tripods.

Wurde die Probengeometrie erfolgreich hergestellt, stellt das Spannen und Ausrichten der Proben eine weitere Herausforderung dar [20]. Nach Haque und Saif [20] werden deshalb von vielen Forschergruppen speziell geformte Spannbacken verwendet. Dabei finden sich in den meisten Arbeiten selbstausrichtende Systeme, die auf einem keilförmigen Spannprinzip beruhen [95], [117], [119], [120]. Abbildung 3.15 zeigt einige Beispiele für ein solches Spannprinzip. Zum Aufbringen der Belastung können kommerziell erhältliche Aktuatoren eingesetzt werden [17], [22]. Nach Gianola und Eberl [17] existieren bereits eine Reihe von Systemen, die Wegauflösungen im Nano- und sub-Nanometer Bereich aufweisen. Da aber gleichzeitig ein möglichst großer Verfahrweg benötigt wird, reduziert sich die Auswahl im Wesent-

lichen auf Piezoelektrische Stapelaktuatoren [17]. Für Probendimensionen aus dem unteren Bereich der Mikroskala können aber auf thermischer Ausdehnung basierende Systeme – wie beispielsweise von Zhu et al. [121] demonstriert – verwendet werden [17]. Des Weiteren wird besonders im Bereich der Mikro-Kompressions- und Biegeversuche häufig ein Nanoindenter als Aktuator eingesetzt [122]. Nach Hemker und Sharpe [22] hat diese Vorgehensweise den Vorteil, dass Kraft- und Wegmessung bereits im System integriert sind. Bei der Verwendung von Piezoelektrischen Stapelaktuatoren muss dagegen eine eigenständige Kraftmesseinrichtung in das System integriert werden. Nach Gianola und Eberl [17] sind dafür aber auch konventionelle Kraftmesszellen mit Auflösungen im Millinewton-Bereich geeignet. Problematischer gestaltet sich dagegen die Dehnungsmessung. Zwar sind kapazitive Wegaufnehmer mit Auflösungen von bis zu 10 nm erhältlich, jedoch kann bei mikroskaligen Versuchsaufbauten die Verlängerung der gesamten Belastungskette – im Verhältnis zur Probenverlängerung – nicht mehr als klein angesehen werden [22]. Daher ist es notwendig, nur die Verlängerung der Messstrecke der Probe zu detektieren. Dafür haben sich kontaktfreie Messverfahren etabliert, wobei zumeist die digitale Bildkorrelation [123]–[125] (DIC = Digital Image Correlation) eingesetzt wird [125]. Bei der DIC handelt es sich um ein digitales Verfahren, das Bildaufnahmen der Probenoberfläche im unbelasteten und belasteten Zustand vergleicht und daraus die Vollfeld-Verschiebung der Probenoberfläche berechnet [125]. Dabei kann sowohl eine zweidimensionale, als auch eine dreidimensionale [126] Verschiebung der Probenoberfläche detektiert werden. Für mikromechanische Untersuchungen wird aber zumeist auf die zweidimensionale Messmethodik zurückgegriffen. Die Anforderungen, die die DIC an die Probenoberfläche und die optische Bildaufnahme stellt, sind sehr gering, weshalb sie sich auf eine Vielzahl von experimentellen Aufbauten anpassen lässt. Im Falle einer zweidimensionalen DIC ist es entscheidend, dass es sich um

eine planparallele Probenoberfläche handelt. Dabei müssen die Oberflächenkontraste einem zufällig verteilten Muster entsprechen. Sind die Kontraste der Oberfläche nicht ausreichend stark oder nicht zufällig verteilt, können auch sogenannte *speckle patterns* aufgebracht werden [125]. Dabei handelt es sich zumeist um schwarze oder weiße Farbpartikel, die auf die Probenoberfläche aufgesprüht werden. Genauere Details zu den verschiedenen Methoden finden sich in [127]. Für das bildgebende Verfahren ist entscheidend, dass – im Falle einer zweidimensionalen Messung – die Bildsensorebene planparallel zur Probenoberfläche ausgerichtet ist. Zudem muss gewährleistet sein, dass die Probenverschiebung nur in der Sensorebene stattfindet, da Verschiebungen außerhalb der Sensorebene zu einem anderen Abbildungsmaßstab führen. Der Effekt kann im Falle einer optischen Bildaufnahme durch die Verwendung von telezentrischen Objektiven vermindert werden [125]. Des Weiteren ist nach Pan et al. [125] darauf zu achten, dass bei einer optischen Messung die verwendeten Objektive nahezu verzerrungsfrei abbilden. Bei der Verwendung von geometrisch verzerrtem Bildmaterial – wie beispielsweise REM-Aufnahmen – muss eine Verzerrungskorrektur [128] durchgeführt werden [125].

Obwohl die zuvor beschriebenen Prinzipien für das mechanische Testen auf der Mikroskala schon in mehreren Review Papers [17], [20], [22], [129] beschrieben wurden, sind in der Literatur nur wenige Versuchsaufbauten – die das freistehende Testen von Mikroproben der oberen Größenklasse ermöglichen – beschrieben. Für Mikro-Zug- und Ermüdungsversuche finden sich einige Veröffentlichungen, die auf die Arbeitsgruppen von Eberl [95], [117], Hemker [120], [130], und Sharp [130], [131] zurückzuführen sind. Daneben gibt es noch eine Publikation von Son et al. [132].



**Abbildung 3.16** Zugversuchsaufbauten für Mikroproben der oberen Größenklasse.

- Mikro-Zugversuchsaufbau der Gruppe um Sharpe [131].
- Mikro-Zug- und Ermüdungsaufbau aus der Arbeitsgruppe von Eberl [95].
- Mikro-Ermüdungsaufbau von Cho aus der Arbeitsgruppe von Hemker [120].
- Mikro-Ermüdungsaufbau von Son et al. [132].

Abbildung 3.16 zeigt beispielhaft einige dieser Aufbauten. Der in Teilbild a dargestellte Zugversuchsaufbau von Sharpe [131] nutzt einen piezoelektrischen Antrieb. Dessen Bewegung wird über einen Luftlager der Probe zugeführt. Für die Dehnungsmessung setzen sie ein interferometrisches Messprinzip ein. Teilbild b zeigt einen Mikro-Zug- und Ermüdungsaufbau von Kennerknecht [95]. Hier wird als Antrieb eine Kombination aus einem Piezostapelaktuator und einem Linearmotor verwendet. Die Kraftmessung erfolgt über eine kommerzielle Kraftmesszelle. Die Dehnungsmessung erfolgt mittels DIC. Die dafür nötige Bildaufnahme erfolgt optisch. Der Mikro-Ermüdungsaufbau aus Teilbild c stammt von

Cho et al. [120]. Er verwendet eine Schwingspule, um eine zyklische Belastung auf die Probe aufzubringen. Die Dehnungsmessung erfolgt interferometrisch. Teilbild d zeigt ebenfalls einen Mikroermüdungsaufbau, diesmal von Son et al. [132]. Hier wird die Probe durch einen Piezoaktuator belastet. Die aufgebrachte Verschiebung wurde über einen, im Piezoaktuator integrierten Messsensor ausgelesen.

Da der Versuchsaufbau von Kennerknecht [95] sowohl die Durchführung von Zug-, als auch von Ermüdungsversuchen ermöglicht, wurde er als Grundlage für die Entwicklung des Versuchsaufbaus dieser Arbeit verwendet. In den beiden folgenden Kapiteln wird nun zuerst das genaue Ziel der mechanischen Untersuchungen formuliert und anschließend der dafür entwickelte Versuchsaufbau dokumentiert.

## 4 Zielsetzung dieser Arbeit

Im Rahmen dieser Arbeit soll ein Prüfstand aufgebaut werden, der die Messung von Zug- und Ermüdungseigenschaften an Mikrobau- teilen ermöglicht. Am Beispiel von Membranträgern eines Mikro- Hochdrucksensors soll dann erstmals demonstriert werden, wie die Zug- und Ermüdungseigenschaften von  $\mu$ PIM-Bauteilen aus 17-4PH gemessen werden können. Daneben sollen auch konven- tionell hergestellte Membranträger getestet werden. Auf Basis dieser Ergebnisse soll dann die Eignung des Mikropulverspritz- gießens für die Massenproduktion von Mikrobau- teilen bewertet werden.

Mittels Mikro-Zugversuchen sollen die grundlegenden Werkstoff- kennwerte, wie Streckgrenze, Zugfestigkeit, E-Modul und Bruch- dehnung bestimmt werden. Zudem sollen auch Versuche mit mög- lichst hohen Belastungsgeschwindigkeiten durchgeführt werden, um schlagartige Lastaufbringungen zu simulieren.

Anhand der Mikro-Ermüdungsversuche soll die Ermüdungsfestig- keit und deren Streuung ermittelt werden. Außerdem soll dabei überprüft werden, in wie weit sich die typische Oberflächenstruk- tur eines  $\mu$ PIM Bauteils auf die Ermüdungseigenschaften auswirkt.

Als Versuchsmaterial kommt der weit verbreitete Edelstahl 17-4PH zum Einsatz. Dieser wird üblicherweise im lösungsgeglüh- tem und ausgelagerten Zustand verwendet. Im Falle einer konven- tionellen Bauteilherstellung erfolgt das Lösungsglüh- en in der Regel am Rohmaterial. Danach erfolgt die Formgebung und im Anschluss die Auslagerung. Beim  $\mu$ PIM-Verfahren handelt es sich jedoch um ein Urformverfahren, somit kann das Lösungsglüh- en erst nach der Formgebung erfolgen. Wie jedoch in Abschnitt 3.4 erläutert, neigen  $\mu$ PIM Bauteile mit ausgeprägten Wandstärken- unterschieden zu starkem Verzug. Demnach würde ein Lösungs- glüh- en mit anschließendem Abschrecken die Maßhaltigkeit sol-

cher Mikrobauteile mit großer Wahrscheinlichkeit verschlechtern und im Extremfall sogar das Bauteil beschädigen. Daher wird im Rahmen dieser Arbeit bei den  $\mu$ PIM Proben auf das Lösungsglügen verzichtet. Da davon auszugehen ist, dass dies einen entscheidenden Einfluss auf die Gefügebildung hat, soll die Mikrostruktur der Proben ausführlich untersucht und mit den mechanischen Eigenschaften korreliert werden.



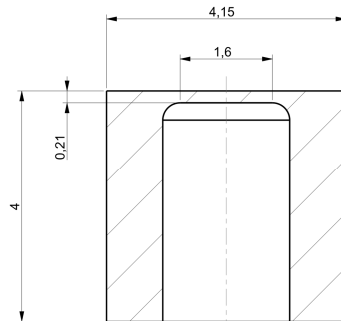
# 5 Versuchsbeschreibung

In diesem Kapitel wird die experimentelle Vorgehensweise dokumentiert. Begonnen wird in den folgenden Abschnitten mit dem Material und der Probenherstellung, anschließend werden der Versuchsaufbau, die Versuchsdurchführung und die verwendeten Auswertemethoden vorgestellt.

## 5.1 Ausgangsstruktur

Für das Transferprojekt wurde der Membranträger eines Mikro-Hochdrucksensors als Demonstrator gewählt. Abbildung 5.1 zeigt eine abstrahierte Schnittdarstellung dieses Membranträgers. Wie ersichtlich besteht er im Wesentlichen aus einer rotationssymmetrischen Membran mit einer Dicke von  $210\ \mu\text{m}$ . Diese ist in ein zylindrisches Gehäuse mit einer Wandstärke von  $1,3\ \text{mm}$

integriert. Industriell werden solche Membranträger typischerweise mikrospanend aus einem konventionell hergestellten Halbzeug gefertigt; solche Serienteile wurden als Vergleichsmaterial für diese Arbeit übernommen. Die mikrospritzgegossenen Demonstratoren wurde am Institut für Angewandte Materialien-Werkstoffprozesstechnik (IAM-WPT) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) von Piotter et al. [15] hergestellt.



**Abbildung 5.1** Abstrahierte Schnittdarstellung des Membranträgers.

## 5.2 Grundwerkstoff und Fertigung

Beide Demonstratorvarianten wurden aus 17-4PH hergestellt. Die bekannten Informationen über die Ausgangsmaterialien und die Herstellungsprozesse werden in den beiden folgenden Abschnitten vorgestellt.

### 5.2.1 Mikropulverspritzgegossenes Material

Für die Herstellung der mikrospritzgegossenen Demonstratoren wurde ein 17-4 PH Pulver der Firma Sandvik vom Typ „Osprey 17-4 PH“ [133] verwendet. Die Partikelgrößenverteilung wird vom Hersteller gemäß Tabelle 5.1 angegeben. Die Angaben zur chemischen Zusammensetzung sind in Tabelle 5.2 zusammengefasst. Als Bindemittel kam ein am IAM-WPT entwickelter Binder zum Einsatz, der aus 50 % Wachs, 45 % Polyethylen und 5 % Stearinsäure besteht. Pulver und Binder wurden eine Stunde lang in einem Messknetter bei 125° C zu einer Formmasse vermengt. Der Volumenanteil des Stahlpulvers betrug dabei 63 Vol.-% [15]. Anschließend wurde diese Masse in das Formwerkzeug eingespritzt. Dabei kam die in Kapitel 3.3 erläuterte Prozesstechnik zum Erstellen von  $\mu$ PIM Bauteilen mit ausgeprägten Wandstärkenunterschieden [15] zum Einsatz. Im Rahmen dieser Arbeit wurden vier verschiedene Chargen der so gefertigten Demonstratoren verwendet. Die Prozessparameter dieser Chargen sind in Tabelle 5.3 zusammengefasst. Entbindern und Sintern wurde anschließend in einem Kombiprozess durchgeführt. Der Zeit-Temperatur-Verlauf und die Entbinderungs- bzw. Sinteratmosphären sind in Abbildung 5.2 angegeben. Der Sinterprozess führte bei allen Bauteilen zu einer Enddichte von 98% [134].

Pulvertyp	D10 [ $\mu\text{m}$ ]	D50 [ $\mu\text{m}$ ]	D90 [ $\mu\text{m}$ ]
80% - 5 $\mu\text{m}$	1,9	3,4	6,0

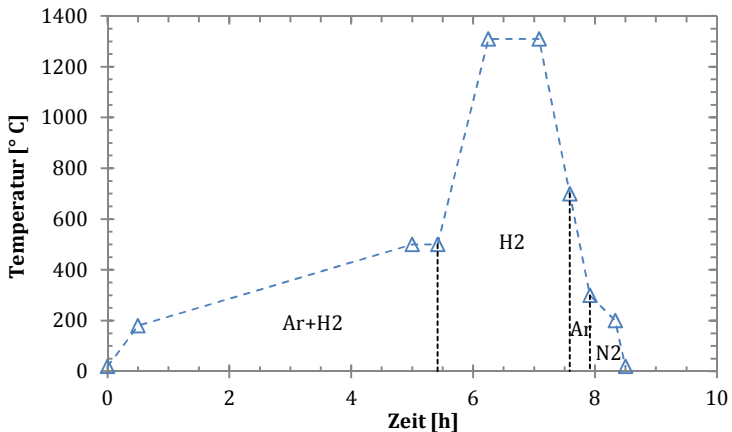
**Tabelle 5.1** Herstellerangaben zur Partikelgrößenverteilung des  $\mu\text{PIM}$ -Pulvers [135].

P	S	C	Mn	Si	Nb	Cu	Ni	Cr	Fe
					0,14	3,0	3,0	15,5	
0,03	0,04	0,07	1,0	1,0	-	-	-	-	Rest
					0,15	5,0	5,0	17,5	

**Tabelle 5.2** Herstellerangaben zur chemischen Zusammensetzung des verwendeten  $\mu\text{PIM}$ -Pulvers [133].  
Alle Angaben in %.

Charge	Verzögerung [s]	Prägekraft [% Motorleistung]	Kolbenhub [ $\mu\text{m}$ ]
V26	0,2	20	150
V31	0	20	150
V53	0	50	350
V54	0,1	50	350

**Tabelle 5.3** Fertigungsparameter der Grünlinge [134].



**Abbildung 5.2** Zeit-Temperatur-Verlauf des Sinterprozesses der mikrospritzgegossenen Proben [134].

## 5.2.2 Konventionell hergestelltes Material

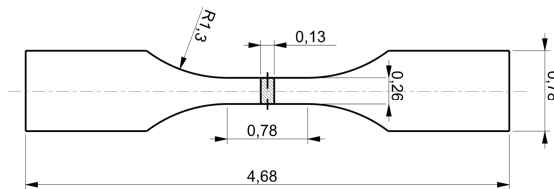
Die Fertigungsparameter der spanend hergestellten Demonstratoren sind leider nur auszugsweise bekannt. Das Rohmaterial ist ein kaltgezogenes 17-4 PH Rundmaterial mit einem Durchmesser von  $> 5$  mm, das im lösungsgelühtem Zustand angeliefert wurde. Das Lösungsglühen erfolgt bei  $1070^{\circ}\text{C}$ , das anschließende Abschrecken an Luft [136]. Die Außenkontur der integrierten Membran wird durch Drehen, die Innenkontur durch die Bearbeitung mit einem Formwerkzeug hergestellt. Anschließend erfolgt eine Ausscheidungshärtung bei  $495^{\circ}\text{C}$  mit einer Haltezeit von 4 Stunden [136].

## 5.3 Probengeometrie

Um die mechanischen Eigenschaften der Demonstratoren messen zu können, muss eine geeignete Probengeometrie aus den Sensoren extrahiert werden. Da die Probenoberfläche durch die Extraktion verändert wird, wurde noch ein zweiter, urgeformter Probentyp verwendet. Dieser erlaubt es, den Einfluss der leicht aufgerauten  $\mu\text{PIM}$  Oberfläche auf die mechanischen Eigenschaften zu analysieren.

### 5.3.1 Probengeometrie der urgeformten Proben

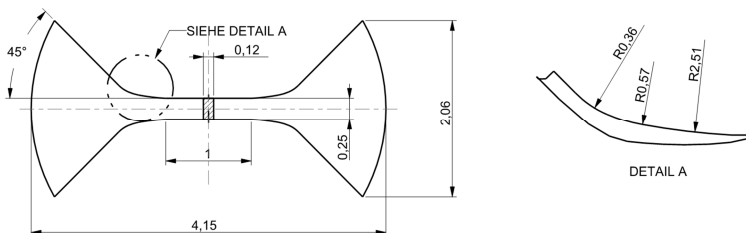
Abbildung 5.3 zeigt die Sollgeometrie der urgeformten Zugproben nach dem Sintern. Dabei handelt es sich um einen flachen Mikro-Zugstab mit einem Querschnitt von  $0,034\text{ mm}^2$  und einer Messlänge von  $780\text{ }\mu\text{m}$ . Im Anschluss an die Messstrecke sind auf beiden Seiten flache, rechteckige Spannbacken angesetzt; der Übergang ist durch einen Radius von  $1,3\text{ mm}$  verrundet.



**Abbildung 5.3** Geometrie der gesinterten, urgeformten Zugprobe.

### 5.3.2 Probengeometrie der extrahierten Proben

Die Probengeometrie der extrahierten Proben wurde speziell auf den in Abschnitt 5.1 vorgestellten Demonstrator angepasst. Abbildung 5.4 stellt die dafür entwickelte Geometrie vor. Dabei wurde die Probengröße so dimensioniert, dass die Messstrecke nur aus dem Bereich der freistehenden Membran entnommen wurde, während die Spannbacken auch Teile des Gehäuses beinhalten. Bei der Geometrie der Messstrecke handelt es sich um eine herunterskalierte flache Zugprobe der Form E nach DIN 50125 [137]. Dabei wurde die Länge der Messstrecke auf 1 mm festgelegt; der Querschnitt beträgt  $0,03 \text{ mm}^2$ . An beiden Seiten der Messstrecke wurde eine schwalbenschwanzförmige Spannbacke angesetzt. Um die Spannungsüberhöhungen im Übergangsbereich zu reduzieren, wurde der in Detail A dargestellte Querschnittsübergang nach der *Zugdreiecksmethode* von Mattheck [138] gestaltet.

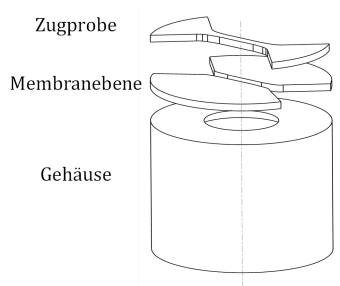


**Abbildung 5.4** Probengeometrie der extrahierten Proben.

## 5.4 Probenpräparation

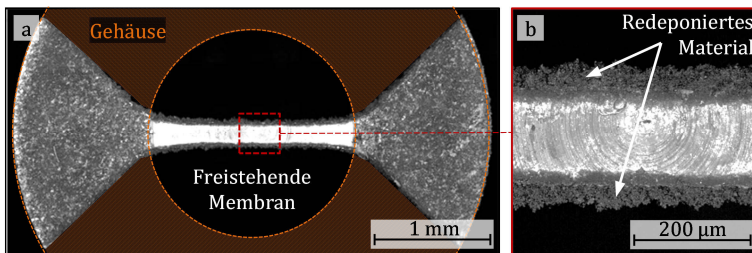
### 5.4.1 Extraktion aus der Membran

Um die Probengeometrie aus den integrierten Membranen zu extrahieren, wurde – wie schematisch in Abbildung 5.5 dargestellt – die Membranebene von dem Gehäuse getrennt. Im Anschluss wurde die Zugprobengeometrie aus der abgetrennten Membranebene herausgeschnitten. Zu Beginn des Projekts wurden

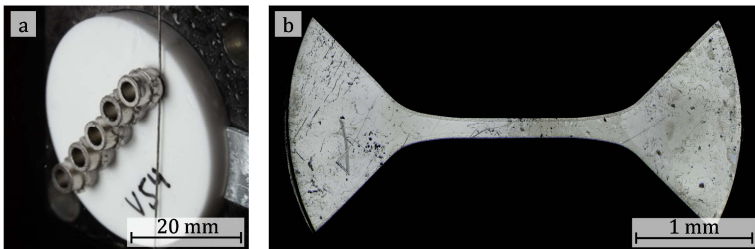


**Abbildung 5.5** Schematische Darstellung der Probenextraktion.

sämtliche Schneidarbeiten mittels Drahterodieren in der TID-Werkstatt des KIT durchgeführt. Im Laufe des Projekts wurde der Fertigungsablauf jedoch geändert. Danach wurde die Membranebene mit einem Diamantdraht abgetrennt und anschließend die Probengeometrie mit einem Laser herausgeschnitten. Das Laserschneiden erfolgte bei der Firma Edwin Schmitt Lasertechnik GmbH [139] aus Kalchreuth. Beide Varianten sind in Abbildung 5.6 bzw. Abbildung 5.7 bildlich dargestellt.



**Abbildung 5.6** Probenextraktion mittels Drahterodieren.  
 a) Blick auf die Gehäuse-Trennebene.  
 b) Vergrößerte Ansicht der Messstrecke.



**Abbildung 5.7** Probenextraktion mittels Diamantdrahtsägen und Laserschneiden.

- Abtrennen der Membranebene auf der Diamantdrahtsäge.
- Lasergeschnittene Zugprobe

## 5.4.2 Wärmebehandlung

Ein Teil des Probenmaterials wurden ausgelagert, um die in Kapitel 3.1 erläuterten Ausscheidungen zu erzeugen. Dazu wurden die folgenden vier – in der Literatur gängigen – Auslagerungsverfahren gewählt:

- H900
- H925
- H1025
- H1075

Die Temperaturen und Auslagerungsdauern dieser Prozesse wurden bereits in Tabelle 3.2 dokumentiert.

## 5.4.3 Oberflächenbearbeitung

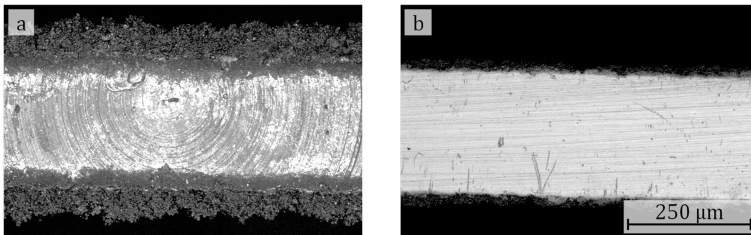
Um die Qualität der Probenoberflächen zu verbessern und die in Abschnitt 5.3 definierten Abmessungen zu erzielen, wurde ein Teil des Probenmaterials mittels schleifen und polieren nachbearbei-

tet. Je nach Versuchsart kamen dabei unterschiedliche Verfahren zum Einsatz, die nachfolgend erläutert werden.

#### 5.4.3.1 Mechanische Oberflächenbearbeitung

Da gemäß Abbildung 5.6 die Seitenflächen durch das Drahterodieren mit redeponiertem Material überzogen wurden, wurden die Proben einer sehr ausführlichen Ultraschallreinigung unterzogen. Anschließend wurden die Probenober- und Unterseite manuell geschliffen und poliert. Zur Bearbeitung wurde ein *TriPod* Probenhalter der Firma Struers verwendet, der ein planparalleles Schleifen der Probenoberfläche erlaubt. Als Schleif- und Poliermedium wurden Diamantschleiffolien gewählt. Die verwendeten Korngrößen sind in Tabelle 5.4 zusammengefasst. Abbildung 5.8 zeigt, welche Oberflächenqualität mit der mechanischen Bearbeitung erreicht werden konnte.

Bearbeitungsfolge →				
15 μm	9 μm	6 μm	3 μm	1 μm
<b>Tabelle 5.4</b> Korngröße der verwendeten Schleiffolien bei der mechanischen Probenpräparation.				



**Abbildung 5.8** Messstrecke einer Drahterodierten Zugprobe.  
 a) Messstrecke nach dem Erodieren.  
 b) Messstrecke nach Ultraschall Behandlung und mechanischem Polieren.

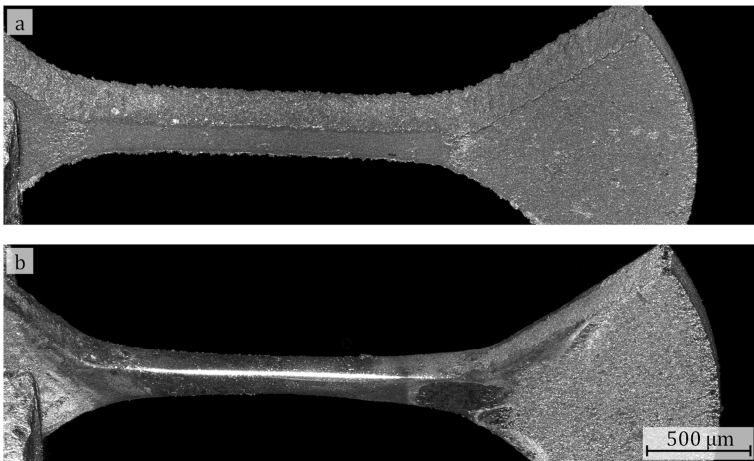


### 5.4.3.2 Elektrolytische Oberflächenbearbeitung

Beim elektrolytischen Polieren wurden alle vier Oberflächen der Messstrecke bearbeitet. Dazu wurde die Probe im Bereich der Messstrecke umspült. Das Elektropolieren erfolgte in einem „lectropol 5“ der Firma Struers. Zum Fixieren der Probe wurde eine speziell angepasste Maske verwendet. Die verwendeten Parameter sind in Tabelle 5.5 zusammengefasst. Abbildung 5.9 zeigt auch hier, welche Oberflächenqualität mit dem Verfahren erreicht werden konnte.

Elektrolyt	Spannung [V]	Fluss- rate	Strom- stärke [A]	Temp. [° C]	Zeit [s]
Struers A3	25 V	13	0,08- 0,1	22	30-60

**Tabelle 5.5** Verwendete Elektropolierparameter.


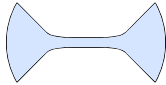


**Abbildung 5.9** Elektropolieren einer erodierten Probe.  
a) Probengeometrie vor dem Elektropolieren.  
b) Probengeometrie nach dem Elektropolieren.

## 5.5 Übersicht Probentypen

Aufgrund der unterschiedlichen Grundmaterialien, Probengeometrien, Wärmebehandlungen und Oberflächenbearbeitungen, die in den vorherigen Abschnitten erläutert wurden, ergibt sich eine Vielzahl von unterschiedliche Probentypen. Die nachfolgend verwendete Probenbezeichnung setzt sich daher aus mehreren Komponenten zusammen. Für die Kennzeichnung der Herstellungsart werden die Kürzel  $\mu$ PIM (Mikropulverspritzgegossen) bzw. K (Konventionell hergestellt) verwendet. Die Probengeometrie wird anhand der Kürzel UG (Urgeformt) bzw. EX (Extrahiert) angezeigt. Für die Angabe der Wärmebehandlung werden die Kürzel LG für Lösungsgeglüht und S für Sintern, in Kombination mit den Literaturbezeichnungen aus Tabelle 3.2 für die jeweilige Auslagerung verwendet.

Bei einem Großteil der Versuche kamen zumeist nur vier verschiedene Probentypen zum Einsatz. Deren Kurzbezeichnungen sowie die Herstellungs- und Bearbeitungsparameter sind in Tabelle 5.6 zusammengefasst. Um die Unterscheidung der Probentypen zu erleichtern wird das in der Tabelle verwendete Farbschema für die weitere Arbeit beibehalten.

<b>μPIM-UG-S</b>	<b>μPIM-UG-S+H1025</b>	<b>μPIM-EX-S+H1025</b>	<b>K-EX-LG+H925</b>
<b>Grundmaterial</b>			
<b>μPIM</b> 17-4 PH	<b>μPIM</b> 17-4 PH	<b>μPIM</b> 17-4 PH Charge V26	<b>Konventioneller</b> 17-4 PH
<b>Wärmebehandlung bei Anlieferung</b>			
GeSintert	GeSintert	GeSintert	<b>LösungsGeglüht</b> Ausscheidungs- gehärtet <b>H925</b>
<b>Geometrie bei Anlieferung</b>			
<b>UrGeformte</b> Mikro-Zugprobe	<b>UrGeformte</b> Mikro-Zugprobe	Membranträger	Membranträger
<b>Probengeometrie</b>			
			
<b>UrGeformt</b>	<b>UrGeformt</b>	<b>EXtrahiert</b>	<b>EXtrahiert</b>
<b>Durchgeführte Wärmebehandlung</b>			
Keine	Ausscheidungs- gehärtet <b>H1025</b>	Ausscheidungs- gehärtet <b>H1025</b>	Keine
<b>Oberflächenbearbeitung statische Versuche</b>			
Mechanisch	Mechanisch	Mechanisch	Mechanisch
<b>Oberflächenbearbeitung Ermüdungsversuche</b>			
Keine	-	Elektrolytisch	Elektrolytisch
<b>Datenpunkt</b>			
■	◆	▲	●

**Tabelle 5.6**

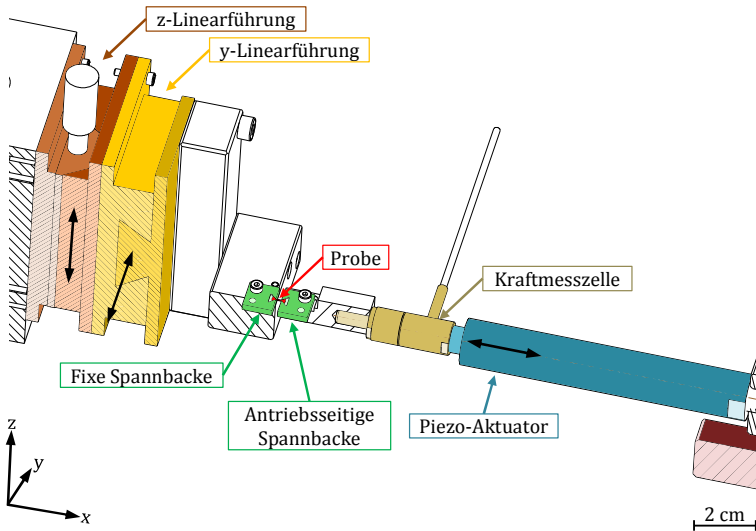
Übersicht über die verwendeten Probentypen.

## 5.6 Versuchsstand

Um Zugversuche bei unterschiedlichen Dehnraten sowie Ermüdungsexperimente im HCF-Bereich an Mikroproben durchführen zu können, wurde aufbauend auf der Arbeit von Kennerknecht [95] der nachfolgend beschriebene Mikro-Versuchsstand entwickelt. Die mechanische Funktionsweise wird im anschließenden Abschnitt erläutert. Die zugekauften Komponenten sind im Anhang A.1 dokumentiert.

### 5.6.1 Mechanische Funktionsweise

Abbildung 5.10 zeigt eine schematische Darstellung des Hauptbereichs des Versuchsstandes. Ausgehend von einer fixen Spannbacke wird die Probe über eine zweite Spannbacke mit dem Antriebsstrang verbunden. Auf der fixen Seite ist die Spannbacke über zwei Linearführungen mit einer vibrationsdämpfenden Tischplatte verbunden. Über zwei Mikrometerschrauben lassen sich die Linearführungen in y- und z-Richtung verfahren und ermöglichen es so, die beiden Spannbacken gegeneinander auszurichten. Auf der Antriebsseite ist die Spannbacke über einen Winkeladapter mit einer Kraftmesszelle verbunden. Diese kann Kräfte von bis zu 50 N bei einer Auflösung von 50 mN messen. Im Anschluss an die Kraftmesszelle folgt ein Piezo-Aktuator, der eine Verschiebung von 60  $\mu\text{m}$  in x-Richtung auf die Probe aufbringen kann. Der Aktuator verfügt über einen integrierten Positionssensor der als Rückkopplung für die PID-Regelung im Messverstärker dient. Dadurch lässt sich im Gegensatz zu einem unregulierten Aktuator die Verfahrgeschwindigkeit konstant halten und die Positionsgenauigkeit verbessern.



**Abbildung 5.10** Schnitt durch die Probenachse des Versuchsstandes.

Um den Verfahrweg des Piezo-Aktuators zu erweitern, ist er – wie in Abbildung 5.11 skizziert – mit einer weiteren Linearführung verbunden. Diese lässt sich über einen Motor in x-Richtung verfahren. Da der Motor aufgrund seines Spindelantriebs ein relativ großes Umkehrspiel besitzt, wurde er nicht fest mit der Linearführung verbunden, sondern drückt gegen eine an der Führung fixierte Aufnahme. Diese ist über ein Drahtseil mit einem in z-Richtung beweglichen Gewicht verbunden. Dadurch wird die Linearführung mit der Gewichtskraft  $\vec{F}_{GG}$  des Gegengewichts gegen den Motor gezogen, wodurch das Umkehrspiel nicht zum Tragen kommt. Das Gewicht wurde so dimensioniert, dass die Gewichtskraft  $\vec{F}_{GG}$  der Maximallast der Kraftmesszelle entspricht, dadurch ist eine Überlastung der Kraftmesszelle nicht möglich.

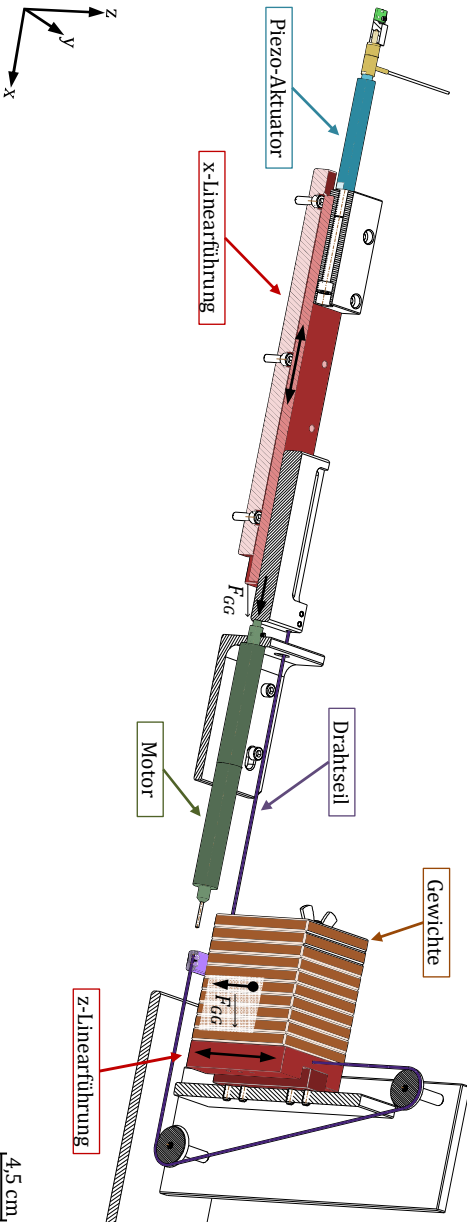
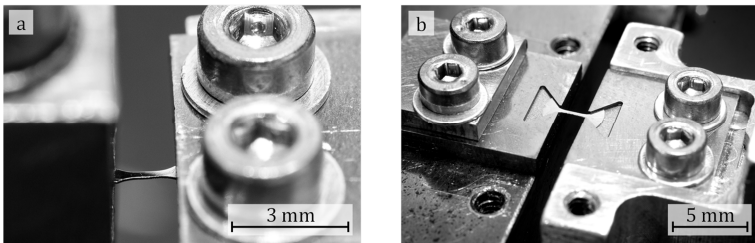


Abbildung 5.11

Schnitt durch die Probenachse der Antriebsseite des Versuchszustandes.

## 5.6.2 Spannen der Proben

Aufgrund der unterschiedlichen Geometrien der urgeformten und extrahierten Proben, kamen zwei verschiedenen Spannbacken zum Einsatz. Beide Varianten sind in Abbildung 5.12 abgebildet. Die urgeformten Proben wurden beidseitig zwischen zwei Stahlplättchen gefädelt, von Hand ausgerichtet und über je zwei Schrauben geklemmt. Die extrahierten Proben wurden über zwei in Stahlplättchen erodierte, schwalbenschwanzförmige Taschen gespannt. Neben dem Fixieren wurde dadurch auch die Ausrichtung der Probe definiert. Aufgrund der Geometrie können mit diesem Spannverfahren aber nur Zugkräfte auf die Probe übertragen werden.



**Abbildung 5.12** In den Versuchsstand eingespannte Probe.

- a) Urgeformter Probentyp
- b) Extrahierter Probentyp

## 5.6.3 In-Situ Observation

Um eine in-situ Überwachung der Versuche zu ermöglichen und das Ausrichten der Spannbacken, sowie den Probeneinbau zu erleichtern, wurde ein Lichtmikroskop über den Spannbacken angebracht. Dieses ist mit einer Digitalkamera gekoppelt und erlaubt so eine Aufnahme der Mikroskop-Bilder. Das Mikroskop lässt sich um die z-Achse des Versuchsstandes rotieren und in x-Richtung über eine Mikrometerschraube verschieben, so können

alle Positionen im Bereich der Einspannung angefahren werden. Auch die Kamera ist um die z-Achse rotierbar, dadurch kann der Bildwinkel unabhängig von der Mikroskop-Rotation eingestellt werden.

#### 5.6.4 Steuerung des Versuchsstandes

Die gesamte Ansteuerung der mechanischen Komponenten sowie die Aufzeichnung der Kraftmesswerte erfolgte über die Programmierplattform „LabVIEW“ von National Instruments. Der Quellcode wurde dabei in großen Teilen von Kennerknecht [95] übernommen. Als Schnittstelle zwischen den analogen Komponenten des Versuchsstandes und der digitalen Software diente eine A/D Wandler der Firma National Instruments. Die Ansteuerung der Mikroskopkamera erfolgte über die zugehörige Software „Capture OEM“ von PixelINK.

### 5.7 Versuchsdurchführung

#### 5.7.1 Probenvermessung

Um den tatsächlichen Ausgangsquerschnitt der Proben zu bestimmen, wurden vor Versuchsbeginn alle Proben mit einem Laser-Messmikroskop vom Typ „VK-1790K“ der Firma Keyence vermessen. Dabei wurde von einem ideal rechteckigen Querschnitt ausgegangen, Kantenverrundungen wurden nicht in die Messung miteinbezogen.

#### 5.7.2 Versuchsdurchführung Zugversuche

Im Falle der Zugversuche wurden die Proben mit einer Vorlast von ca. 10-20 MPa in den schwalbenschwanzförmigen Spannbacken ausgerichtet. Während des Versuchs wurde die Probe über



den Piezo-Aktuator mit konstanter Geschwindigkeit auseinandergezogen. Die Verfahrensgeschwindigkeit  $v_{PA}$  des Aktuators wurde gemäß Gleichung (5.1) aus der gewünschten Dehnrates  $\dot{\epsilon}$  und der Messstrecke  $l_0$  berechnet.

$$v_{PA} = \dot{\epsilon} * l_0 \quad (5.1)$$

Die dabei aufgebrachte Kraft wurde mit der Kraftmesszelle gemessen und zusammen mit einem Zeitstempel aufgezeichnet. Des Weiteren wurden über die Kamera fortlaufend Bilder von der Probenoberfläche aufgenommen und mit dem genauen Zeitpunkt der Aufnahme gespeichert. Die Frequenz der Kraft- und Bildaufnahme richtete sich dabei nach der vorgegebenen Dehnrates. Bei sehr hohen Dehnrates reichte jedoch die Serienbildgeschwindigkeit der Kamera nicht aus, um den Versuch hinreichend zu dokumentieren. In diesen Fällen wurden Videos des Versuches aufgezeichnet, die aber eine deutlich geringere Auflösung haben. Tabelle 5.7 gibt eine Übersicht über die verwendeten Einstellungen.

Falls der Verfahrensweg des Aktuators nicht ausreichte um die Probe zu brechen, wurde beim Erreichen der Endstellung die zu dem Zeitpunkt gemessene Kraft gespeichert und als Vorgabe für eine Kraftregelung des Piezo-Aktuators genutzt. Nun wurde der Aktuator mit Hilfe des Motors um  $60 \mu\text{m}$  von der Probe weg bewegt. Aufgrund der aktiven Kraftregelung musste sich der Piezo dabei wieder vollständig ausfahren. Um dabei ein möglichst konstantes Kraftsignal zu erhalten, wurde während dieses Nachsetzens die zeitliche Änderung der Motorposition immer um mindestens eine Größenordnung unterhalb der Geschwindigkeit der Kraftregelung gehalten. Im Anschluss an das Nachsetzen wurde der Versuch wieder wie zuvor beschrieben fortgesetzt. Dieses Verfahren wurde für alle statischen Versuche mit einer Dehnrates unterhalb von  $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  genutzt. Für alle schnelleren Versuche wurde

dagegen die Piezoposition konstant gehalten und die gesamte Verschiebung nur über den Motor aufgebracht.

Dehnrate [s <sup>-1</sup> ]	5E-5	5E-4	5E-3	5E-2	5E-1
Frequenz Kraftmessung [kHz]	0,1	0,1	1	10	100
Frequenz Bildaufnahme [Hz]	0,2	2	30	140	140
Einzelbild/ Video	Einzel- bild	Einzel- bild	Einzel- bild	Video	Video

**Tabelle 5.7** Versuchsparameter der Zugversuche.

### 5.7.3 Versuchsdurchführung Ermüdungsversuche

Aufgrund der schwalbenschwanzförmigen Einspannung der Proben können nur Zugkräfte auf die extrahierten Probetypen aufgebracht werden. Daher mussten die Ermüdungsversuche im reinen Zugschwellbereich stattfinden. Dementsprechenden wurde ein Spannungsverhältnis von Unter- zu Oberspannung von  $R = 0,1$  gewählt. Als Wellenform wurde eine Sinusfunktion bei einer Frequenz von 100 Hz verwendet. Die Einspannung des urgeformten Probetyps würde zwar auch eine Übertragung von Druckkräften zulassen, um die Ergebnisse aber vergleichbar zu halten wurden das Spannungsverhältnis und die Wellenform beibehalten.

Zu Versuchsbeginn wurde der Piezoaktuator in Mittelstellung gefahren, die Probe eingespannt und über den Motor die Mittelast  $\sigma_m$  angefahren. Der PID-Regelung der Steuerungssoftware wurde nun die gewünschte Amplitude  $\sigma_a$ , die Mittelspannung  $\sigma_m$  und die Frequenz  $f$  vorgegeben. Nach dem Start des Versuchs

stellte die Regelung zunächst – bei einer geringen Amplitude (ca. 20% des Sollwerts) – die Bewegung des Piezo-Aktuators so ein, dass die vorgegebene Frequenz und Mittelspannung mit der gewünschten Genauigkeit eingehalten wurden. Als Rückkopplung dient das Signal der Kraftmesszelle, was mit dem hundertfachen der Ermüdungsfrequenz ausgelesen wurde. Im Anschluss wurde die Amplitude auf den Sollwert geregelt. Für diesen Einschwingvorgang sind in der Regel 3E3 Zyklen nötig. Die zyklische Belastung erfolgte so lange, bis entweder die vorgegebene Grenzlastspielzahl  $N_G$  erreicht oder die Probe gebrochen war. Aufgrund der hohen Belastungsgeschwindigkeit wurde auf eine Bildaufzeichnung während der Versuche verzichtet. Tabelle 5.8 fasst die Parameter der Ermüdungsversuche zusammen.

Parameter	Wert
Spannungsverhältnis $R$	0,1
Wellenform	Sinus
Frequenz [Hz]	100
Messfrequenz [Hz]	100.000
Einschwingvorgang	3E3 Zyklen
Regelgenauigkeit im eingeschwungenen Zustand [%]	$\approx 0,05$
Grenzlastspielzahl $N_G$	1E7

**Tabelle 5.8** Übersicht über die Parameter der Ermüdungsversuche.

## 5.8 Versuchsauswertung

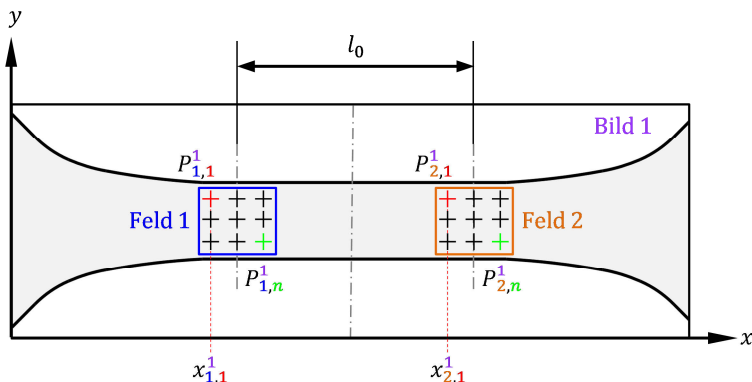
### 5.8.1 Statische Versuche

Um das für Zugversuche typische Spannungs-Dehnungs-Diagramm zu erhalten, wurde aus dem aufgezeichneten Bildmaterial die Dehnung der Probe berechnet. Hierzu wurde die Programmierumgebung Matlab (R2012a) und der darauf entwickelte

Bildkorrelations-Code von Eberl et al. [140] verwendet. Für die Bildkorrelation wird ein virtuelles Raster auf dem ersten Bild der Serie aufgebracht. Wie in Abbildung 5.13 skizziert, wurden dazu zwei rechteckige Felder auf der Messstrecke platziert. Um vergleichbare Dehnungswerte zu erhalten, wurde der Mittelpunktabstand der Rechtecke in x-Richtung – gemäß Gleichung (5.2) [137] – proportional zum Probenquerschnitt  $h_0 * b_0$  gewählt.

$$l_0 = k_p * \sqrt{h_0 * b_0} \quad (5.2)$$

Der Proportionalitätsfaktor  $k_p$  wurde von Makro-Zugproben der Form E nach DIN 50125 [137] übernommen und beträgt  $k = 5,65$ . Für die Probendicke  $a_0$  und -breite  $b_0$  wurde jeweils der gemessene Ist-Wert verwendet und somit der Abstand der Rasterfelder individuell auf jede Probe angepasst. Bei den urgeformten Proben konnte der Proportionalitätsfaktor von  $k = 5,65$  nicht verwendet werden, da die Messstrecke im Verhältnis zum Querschnitt zu kurz ist. Daher wurde für die Vorabproben der Proportionalitätsfaktor auf  $k = 4$  abgesenkt.



**Abbildung 5.13** Schematische Darstellung der Position der Rasterpunkte auf der Messstrecke der Probe.

Anschließend wurde Feld 1 mit den Punkten 1 bis  $n$  befüllt, deren Indizierung mit  $P_{\text{Feld Nr., Punkt Nr.}}^{\text{Bild Nr.}}$  erfolgte. In Feld 2 erfolgte die Befüllung analog, so dass jedes Punktpaar  $P_{1,n}^1$  und  $P_{2,n}^1$  ebenfalls den  $x$ -Abstand  $l_0$  hat. Die Anzahl der Rasterpunkte variierte abhängig von der Probenbreite zwischen 1500 und 2000 Punkte.

Der Bildkorrelationsprozess speichert nun aus Bild 1 die Graustufen der umliegenden Pixel eines jeden Rasterpunktes und ist in der Lage dieses Muster in jedem Bild  $i$  der Serie wieder zu finden. Dadurch kann die genaue Position jedes Rasterpunktes in jedem Bild bestimmt und in  $x$ - und  $y$ -Koordinaten gespeichert werden. Wird die Zugprobe nun gedehnt, vergrößert sich der  $x$ -Abstand der Punktpaare. Für jedes Bild  $i$  der Serie kann nun der über alle Punktpaare gemittelte  $x$ -Abstand  $\bar{l}_x^i$  nach Gleichung (5.3) bestimmt werden.

$$\bar{l}_x^i = \sum_{j=1}^n \frac{x_{2,j}^i - x_{1,j}^i}{n} \quad (5.3)$$

Wird davon die Ausgangslänge  $l_0$  subtrahiert, erhält man die Längenänderung  $\Delta l_x$  des aktuellen Bildes  $i$ , woraus sich mit Gleichung (5.4) die technische Dehnung in  $x$ -Richtung  $\varepsilon_x^i$  *technisch* – die zum Zeitpunkt der Bildaufnahme in der Probe herrschte – berechnen lässt.

$$\varepsilon_x^i \text{ technisch} = \frac{\Delta l_x}{l_0} = \frac{\bar{l}_x^i - l_0}{l_0} \quad (5.4)$$

Auf diese Weise lässt sich für jedes Bild der Serie die technische Dehnung bestimmen. Lag die Einschnürzone zwischen den beiden Rasterfeldern, wurde der Versuch als gültig betrachtet; lag sie außerhalb, wurde der Versuch nicht gewertet. Da mit den Bildern auch der genaue Aufnahmezeitpunkt gespeichert wurde, kann die berechnete Dehnung über den Zeitstempel einem Kraftmesswert zugeordnet werden. Die Kraftmesswerte wurden mit Hilfe des

gemessenen Ausgangsquerschnitts in eine technische Spannung umgewandelt. Die so berechneten Spannungs-Dehnungs-Wertepaare konnten anschließend in einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm aufgetragen werden.

### 5.8.2 Ermüdungsversuche

Für die Bestimmung der Dauerfestigkeit und deren Streuung wurde das Treppenstufenverfahren nach Dixon und Mood [141], [142] als Testprinzip gewählt. Für die Auswertung wurde das von Hück [143] verbesserte Auswerteschema verwendet. Da dieses Verfahren in mehreren Fachbüchern aus dem Bereich Ermüdungsfestigkeit zu finden ist [144]-[146], soll es hier nur kurz zusammengefasst werden.

Für das Verfahren wird zunächst ein Schätzwert für die Dauerfestigkeit  $\hat{R}_D$  angenommen. Desweiteren wird eine Grenzlasterzahl  $N_G$  definiert, ab der die Probe als Durchläufer gewertet wird. Als letztes werden ausgehend von der geschätzten Dauerfestigkeit äquidistante Spannungshorizonte mit der Stufenbreite  $b_S$  definiert [144]. Die erste Probe wird nun mit  $\hat{R}_D$  belastet. Bricht sie vor dem Erreichen von  $N_G$ , wird der nachfolgende Versuch auf dem nächst niedrigerem Spannungshorizont durchgeführt. Tritt kein Bruch ein, findet der nachfolgende Versuch auf dem nächst höheren Spannungshorizont statt. Somit richtet sich der Spannungshorizont jeder Probe immer nach dem Ergebnis des vorherigen Versuches [144]. Ist die Abstufung der Spannungshorizonte hinreichend fein gewählt, streuen die Ergebnisse um einen Mittelwert  $M$  [144]. Tabelle 5.9 zeigt beispielhaft ein solches Versuchsschema.

Für die Auswertung werden nur die Lasthorizonte berücksichtigt, auf denen mindestens zwei Versuche durchgeführt wurden. Zusätzlich wird noch ein imaginärer Versuch an die Datenreihe angehängt.

Versuch Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	$i$
$\hat{R}_D = 900$	x											-
$\sigma_a$ [MPa]	890	x		x								3
	880		o		x				x			2
	870					x		o		x		1
$SH_0 = 860$							o				I	0

**Tabelle 5.9** Beispiel eines Treppenstufenverfahrens.  
 x = ungültig (kein zweiter Versuch auf dem Spannungshorizont)  
 x = gebrochen  
 o = kein Bruch bis  $N_G$   
 I = Imaginärer Versuch

Nun wird der niedrigste, gültige Spannungshorizont  $SH_0$  mit der Laufnummer  $i = 0$  bezeichnet. Davon ausgehend werden alle gültigen Horizonte durchnummeriert. Danach werden – wie in Tabelle 5.10 dargestellt – die Anzahl der durchgeführten Versuche  $I_i$  auf dem jeweiligem Spannungsniveau  $i$  bestimmt und die Parameter  $i * I$ ,  $i^2 * I_i$  sowie deren Summen  $\varphi$ ,  $\phi$  und  $\chi$  berechnet. Mit Hilfe dieser Parameter lässt sich der gesuchte Mittelwert  $m$  mittels Gleichung (5.5) bestimmen [146].

$i$	$I_i$	$i * I_i$	$i^2 * I_i$
3	2	6	18
2	3	6	12
1	3	3	3
0	2	0	0
$\Sigma$	10	15	33
	$\varphi$	$\phi$	$\chi$

**Tabelle 5.10** Bestimmung der Auswerteparameter des Treppenstufenverfahrens.

$$M = SH_0 + b_S * \left(\frac{\phi}{\varphi}\right) \quad (5.5)$$

Die Varianz  $Var$  kann anhand von Gleichung (5.6) bestimmt werden.

$$Var = \frac{\varphi * \chi - \phi^2}{\varphi^2} \quad (5.6)$$

Einen Schätzwert für die Standardabweichung  $SA$  in Abhängigkeit von der Anzahl der durchgeführten Versuche, der Stufenbreite  $b_S$  sowie der Varianz  $Var$  kann aus Abbildung A.1 im Anhang abgelesen werden.

Die Spannungswerte die zu einer Überlebenswahrscheinlichkeit  $P_{\bar{0}} = 90\%$  und  $P_{\bar{0}} = 10\%$  führen, liegen – ausgehend von einer Normalverteilung – in einem Abstand vom 1,28-fachen der Standardabweichung  $SA$  ober- und unterhalb des Mittelwertes  $m$  [146]. Dementsprechend ergibt sich die in Gleichung (5.7) dargestellte Streuspanne  $T$  zu:

$$S = 1: \left( \frac{m + 1,28 * SA}{m - 1,28 * SA} \right) \quad (5.7)$$

Mit Hilfe der Streuspanne lassen sich dann die Dauerfestigkeitswerte wie folgt bestimmen:

Überlebens- wahrscheinlichkeit $P_{\bar{0}}$ [%]	Dauerfestigkeit [MPa]	
90	$R_{D,90 \%} = \frac{M}{\sqrt{S}}$	(5.8)
50	$\bar{R}_D = M$	(5.9)
10	$R_{D,10 \%} = M * \sqrt{S}$	(5.10)

**Tabelle 5.11** Bestimmung der Dauerfestigkeitswerte[146].

Nach Hück [143] empfiehlt es sich für die Bestimmung von  $\hat{R}_D$  5 bis 9 Versuche durchzuführen. Sollen auch die Standardabweichung, bzw. die  $R_{D,90 \%}$  und  $R_{D,10 \%}$  Werte ermittelt werden, sollten mindestens 17 Versuche durchgeführt werden.



## 5.9 Mikrostrukturelle Untersuchungen

### 5.9.1 Lasermikroskopie

Um 3D-Rekonstruktionen von Bruchflächen durchzuführen, wurde das Lasermikroskop „VK-9710K“ der Firma Keyence verwendet.

### 5.9.2 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Im Rasterelektronenmikroskop „Nova 200“ der Firma FEI wurden sowohl die Bruchflächen der Mikroproben als auch Gefügeschliffe der verschiedenen Materialien untersucht. Die Präparation der Gefügeschliffe erfolgte nach dem in Tabelle 5.12 angegebenen Schema. Für die Untersuchung der Gefügeschliffe kam unter anderem auch ein EBSD Detektor zum Einsatz. Neben den typischen Orientierungskarten wurden auch Bandkontrastkarten erzeugt. Dies sind Graustufenbilder, die pro Pixel die Helligkeit der lokalen Beugungsbänder in Relation zur Hintergrundhelligkeit darstellen. Je heller ein Punkt, desto besser waren die lokalen Beugungsbedingungen. Da sich in der Regel die Beugungsbedingungen an mikrostrukturellen Merkmalen – wie beispielsweise Korngrenzen – verschlechtern, ergibt sich ein REM ähnliches Bild, dass jedoch die Mikrostruktur des Materials sehr viel deutlicher sichtbar macht [147]. Ein Vergleich zwischen solchen Bandkontrastkarten mit konventionellen lichtmikroskopischen und rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen findet sich beispielsweise in [148], [149].

Prozess	Bearbeitungsmittel	Körnung	Dauer
Schleifen	SiC-Papier	P800	Bis plan
	SiC-Papier	P2500	3 min
Polieren	Diamantsuspension	6 µm	5 min
	Diamantsuspension	3 µm	15 min
	Diamantsuspension	1 µm	10 min
	Al-Oxid Suspension	0,05 µm	3 min
Vibrationspolieren	Al-Oxid Suspension	0,05 µm	4 h

**Tabelle 5.12** Probenpräparation der REM-Proben.

### 5.9.3 Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX)

Für die lokale Messung der chemischen Zusammensetzung wurden in einem weiteren REM der Firma Zeiss vom Typ „Evo MA10“ EDX-Messungen durchgeführt.

### 5.9.4 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Die TEM Untersuchungen erfolgten in einem 200 kV TEM vom Typ „Tecnai F20“ der Firma FEI. Dabei wurde sowohl im TEM als auch im STEM Modus gearbeitet. Die verwendeten Proben wurden elektrolytisch in einem „TenuPol“ der Firma Struers gedünnt. Die verwendeten Parameter sind in Tabelle 5.13 zusammengefasst.

Elektrolyt	Spannung	Lichtwert	Temp.	Strom	Dauer
Schwefel-säure	10 V	60 Lux	19,5 °C	≈80 mA	1-3 min

**Tabelle 5.13** Elektrolytische TEM-Proben Präparation.

# 6 Mikrostrukturuntersuchungen

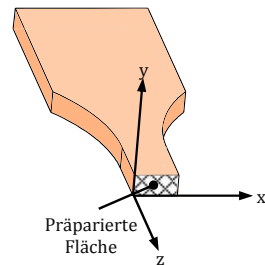
In diesem Kapitel sind die Ergebnisse der Mikrostrukturanalyse – getrennt nach Herstellungsart – zusammengefasst. Begonnen wird im folgenden Abschnitt mit dem mikropulverspritzgegossenem Material.

## 6.1 Mikropulverspritzgegossenes Material

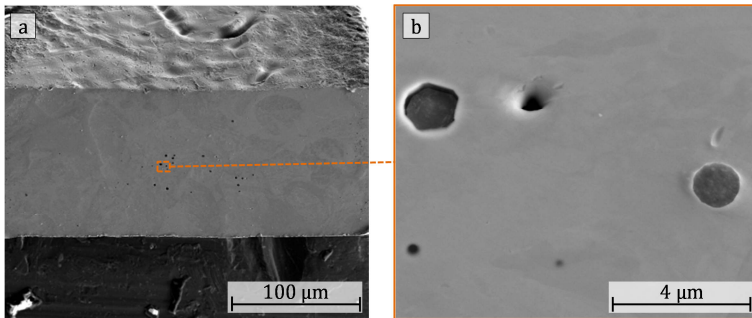
Wie in Abschnitt 5.4.2 dokumentiert, wurde ein Teil des Probenmaterials nach dem Sintern ausgelagert. Um den Einfluss dieser Wärmebehandlung auf die Mikrostruktur zu analysieren, wurden sowohl Proben im gesinterten, als auch im ausgelagerten Zustand untersucht. Im nachfolgenden Abschnitt wird zunächst das  $\mu$ PIM Material im gesinterten Zustand betrachtet.

### 6.1.1 Gesintertes Zustand

Um die Mikrostruktur an der Stelle zu analysieren, die später in den Versuchen belastet wird, wurde eine  $\mu$ PIM-UG-S Probe – wie schematisch in Abbildung 6.1 dargestellt – mit einer Diamantdrahtsäge halbiert. Die Schnittfläche wurde anschließend nach dem in Abschnitt 5.9.2 beschriebenen Verfahren präpariert. Abbildung 6.2 a zeigt eine REM-Übersichtsaufnahme der präparierten Fläche. Darauf sind mehrere dunkle Punkte zu erkennen. Die zugehörige Detailansicht macht deutlich, dass es sich dabei um Ausscheidungen mit einer Größe von 1-3  $\mu$ m handelt.



**Abbildung 6.1** Präparierte Fläche für die nachfolgenden Mikrostrukturuntersuchungen.

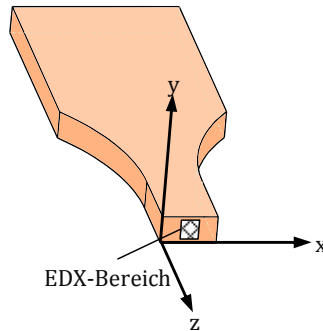


**Abbildung 6.2** REM Aufnahmen des  $\mu$ PIM Materials im gesinterten Zustand zeigen dunkel erscheinende Ausscheidungen.

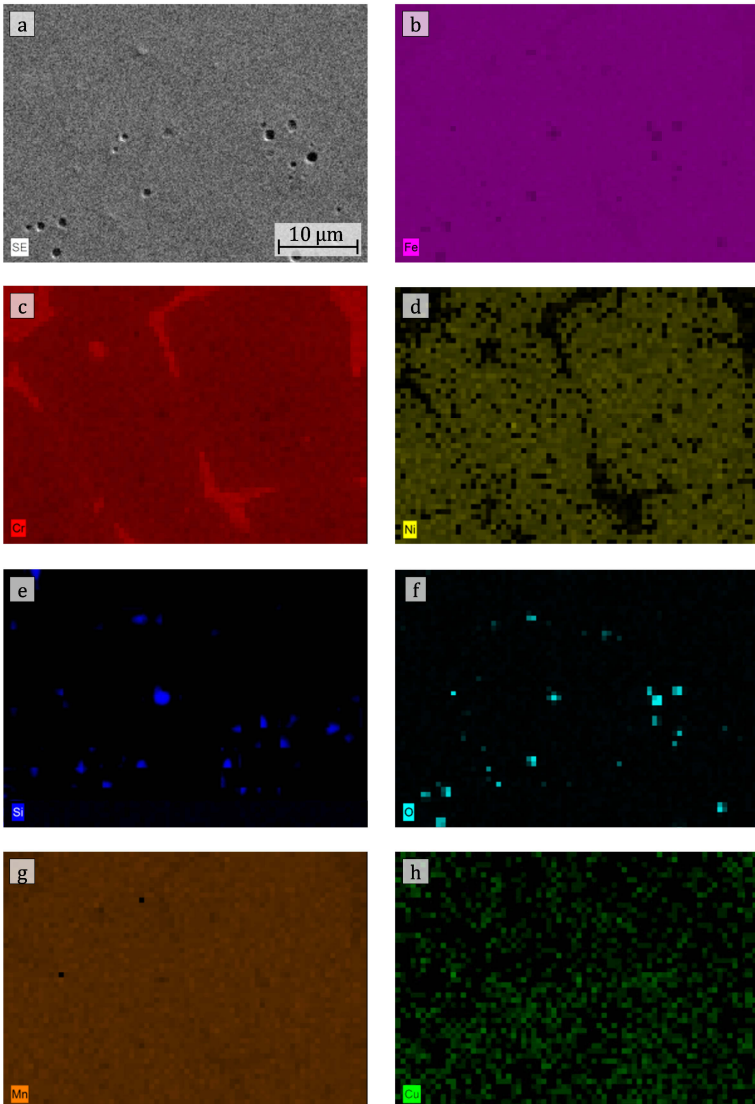


- a) Übersichtsaufnahme
- b) Detailansicht der Ausscheidungen

Um diese Ausscheidungen genauer zu charakterisieren, wurde innerhalb des in Abbildung 6.3 markierten Bereichs ein EDX-Mapping durchgeführt. Abbildung 6.4 a zeigt eine REM-Aufnahme des Messbereichs. Auch hier sind die schwarz erscheinenden Ausscheidungen deutlich erkennbar. In den Teilbildern b – h sind die oberflächennahen Verteilungen der jeweilig analysierten Elemente dargestellt. Je heller ein Punkt in der Karte erscheint, desto höher ist die lokale Konzentration des jeweiligen Elements. Der Vergleich mit Teilbild a zeigt, dass im Bereich der Ausscheidungen der Eisengehalt – in Relation zum restlichen Gefüge – absinkt. Bei den Chrom-Daten zeigt sich ein ähnliches Verhalten, dass aber weniger deutlich ausgeprägt ist.



**Abbildung 6.3** Mittels EDX untersuchter Bereich auf der präparierten Fläche.



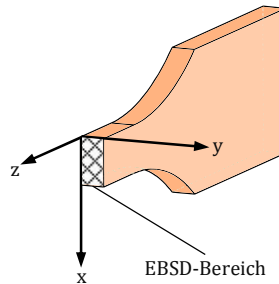
**Abbildung 6.4**



In Elementverteilungskarten dargestellte Ergebnisse der EDX-Messung des  $\mu$ PIM Materials im gesinterten Zustand.

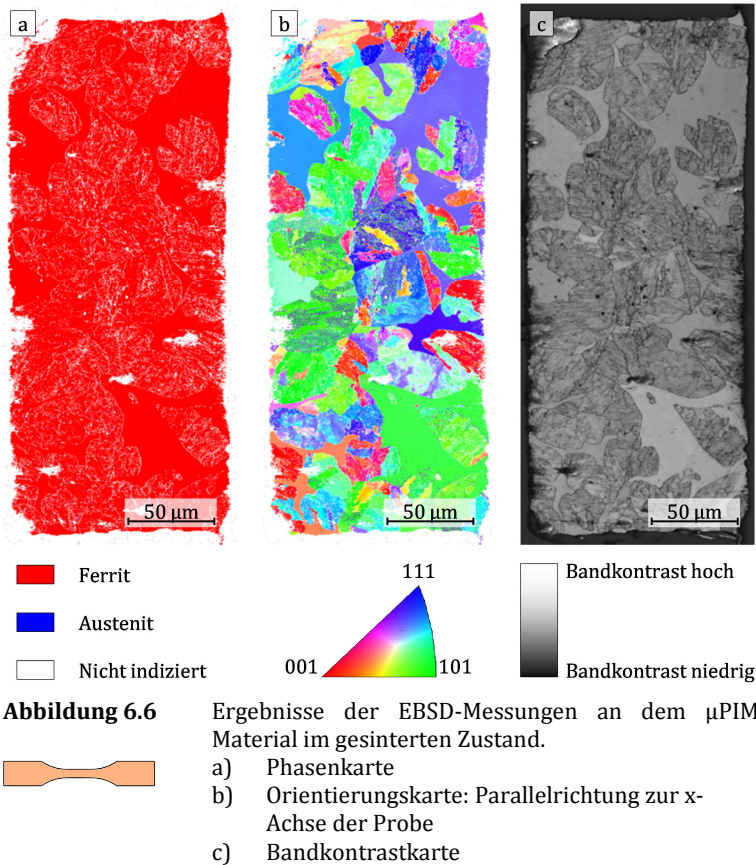
Silizium und Sauerstoff konnten dagegen hauptsächlich im Bereich der Ausscheidungen detektiert werden. Die Verteilungen der Elemente Nickel, Mangan und Kupfer scheinen unabhängig von der Position der Ausscheidungen zu sein.

Um weitere Informationen über die Mikrostruktur zu erhalten, wurden neben den EDX-Messungen auch EBSD-Messungen an der gleichen Probe durchgeführt. Dabei wurde die gesamte, präparierte Fläche abgerastert. Abbildung 6.5 zeigt zur Verdeutlichung nochmals schematisch die Position und Orientierung der untersuchten Fläche.



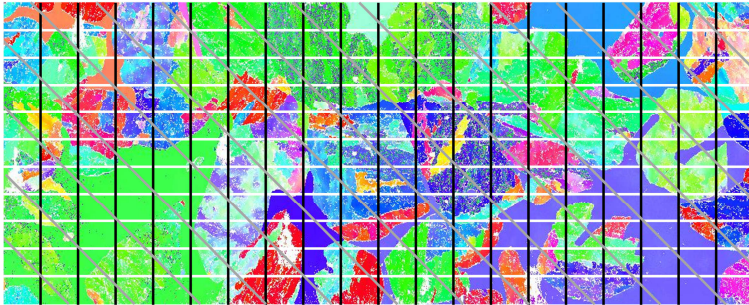
**Abbildung 6.5** Mittels EBSD untersuchter Bereich auf der präparierten Fläche.

Abbildung 6.6 zeigt die aus den EBSD Messdaten erzeugten Karten. In Teilbild a ist die Phasenkarte dargestellt. Bei deren Erzeugung wurde für jeden Messpunkt die zugehörige metallographisch Phase – anhand des gemessenen Beugungsbildes – bestimmt. Alle Messpunkte gleicher Gitterstruktur werden in der Karte mit derselben Farbe dargestellt. Zusätzlich markieren die weißen Bildpunkte die Stellen, an denen aufgrund von zu schlechten Beugungsbedingungen keine Indizierung erfolgen konnte. Wie aus der Legende ersichtlich markiert die rote Farbe Ferrit und die blaue Austenit. Dementsprechend zeigt die Karte, dass im gesinterten Zustand ein rein ferritisches Gefüge vorliegt. Teilbild b zeigt die Orientierungskarte. Darin wird für jeden Messpunkt die parallel zur x-Achse der Probe liegende Orientierung farblich kodiert. Wie aus der Karte ersichtlich sind die Orientierungen regellos verteilt. Da sich in der Regel die Orientierung zweier benachbarter Körner unterscheidet, hilft die Karte auch dabei einzelne Körner voneinander abzugrenzen.



Teilbild c zeigt die in Abschnitt 5.9.2 erläuterte Bandkontrastkarte. Hier wird die Mikrostruktur der Probe sehr deutlich sichtbar. Sie zeigt ein Gefüge, das zum einen aus großflächigen, hell erscheinenden Bereichen und zum anderen aus vielen kleinen, dunkel erscheinenden Bereichen zusammensetzt ist. Die helleren Bereiche weisen sehr unregelmäßige Formen auf. Die dunkleren Bereiche haben dagegen eher rundliche Formen. Im Vergleich mit der Orientierungskarte wird deutlich, dass die dunkleren Bereiche nochmals in Bereiche mit unterschiedlicher Orientierung struktu-

riert sind. Um die Größe dieser Mikrostruktur zu charakterisieren, wurde ein Linienschnittverfahren durchgeführt. Wie in Abbildung 6.7 dargestellt, wurde dabei ein Ausschnitt der EBSD Orientierungskarte verwendet und mit mehreren horizontalen, vertikalen und diagonalen Linien überdeckt. Entlang jeder Linien wurde die Länge gemessen, die innerhalb eines Bereiches mit gleicher Orientierung zurückgelegt werden konnte.

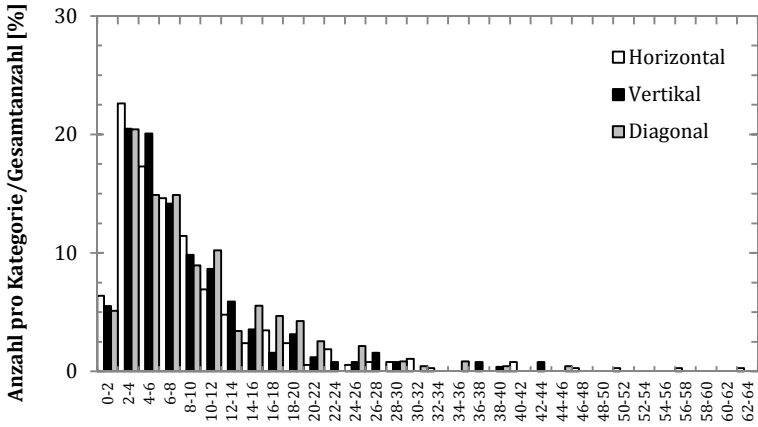


**Abbildung 6.7** Schnittlinien zur Bestimmung der Mikrostrukturgröße der  $\mu$ PIM Proben im gesinterten Zustand.



Abbildung 6.8 zeigt die Verteilung der gemessenen Längen – nach Messrichtung getrennt – in einem Histogramm. Um den Vergleich der Werte zu erleichtern, wurde die Anzahl der Messwerte pro Größenkategorie auf die jeweilige Gesamtanzahl an Messungen normiert. Es zeigt sich, dass die Verteilung der Messwerte auf die Kategorien sehr ähnlich ist und somit keine Texturierung vorliegt. Daher wurden die Messwerte aller Richtungen pro Kategorie zusammengefasst, wodurch sich das in Abbildung 6.9 dargestellte Histogramm ergibt. Zusätzlich wurde die kumulative Häufigkeit berechnet und über der Mikrostrukturgröße aufgetragen. Tabelle 6.1 fasst die charakteristischen Werte der kumulativen Häufigkeitsverteilung zusammen. Der Median der Verteilung ergibt sich zu 6,5  $\mu\text{m}$ .

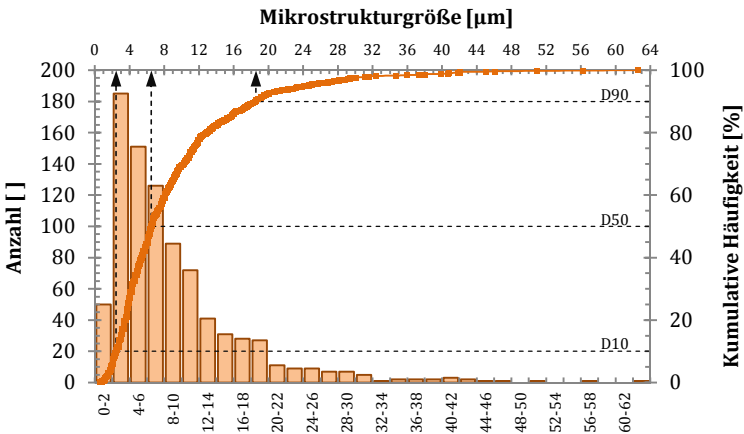




**Mikrostruktur Größekategorien [μm]**

**Abbildung 6.8**

Histogramm der gemessenen Mikrostrukturgrößen entlang der in Abbildung 6.7 dargestellten Schnittrichtungen.



**Mikrostruktur Größekategorien [μm]**

**Abbildung 6.9**

Über alle Richtungen gemittelt Histogramm mit kumulativer Häufigkeitsverteilung der gemessenen Mikrostrukturgröße des μPIM Material im gesinteren Zustand.

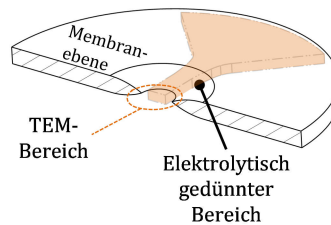


Probentyp	D10 [ $\mu\text{m}$ ]	D50 [ $\mu\text{m}$ ]	D90 [ $\mu\text{m}$ ]
<b><math>\mu\text{PIM-UG-S}</math></b>	2,4	6,5	18,5

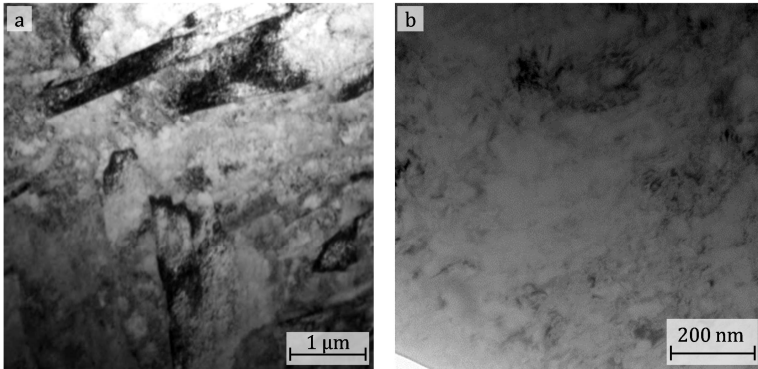
**Tabelle 6.1** Mikrostrukturgröße des  $\mu\text{PIM}$  Materials im gesinterten Zustand.

Da diese Proben nicht ausgelagert wurden, sollten sich keine der in Abschnitt 3.1 erläuterten Kupfer Ausscheidungen im Gefüge befinden. Um dies zu überprüfen, wurden TEM Untersuchungen durchgeführt. Da für die in Abschnitt 5.9.4 vorgestellte, elektrolytische Präparationsmethodik ein rundes Plättchen mit mindestens 3 mm Durchmesser erforderlich ist, konnten die Untersuchungen nicht wie zuvor an einer urgeformten Zugprobe durchgeführt werden. Daher wurde eine abgetrennte Membranebene von einem mikrospritzgegossenem Demonstrator verwendet, die sich ebenfalls im gesinterten Zustand befand.

Wie aus der schematischen Schnittansicht in Abbildung 6.10 zu erkennen, wurde die Membran dabei im Extraktionsbereich der Messstrecke gedünnt. Folglich wurde auch bei den TEM-Untersuchungen die Mikrostruktur an der Stelle analysiert, die in den Versuchen belastet wird. Abbildung 6.11 zeigt zwei TEM Aufnahmen aus dem präparierten Bereich. Dabei zeigen sich zwei unterschiedliche Strukturen. Zum einen die in Teilbild a dargestellten lattenförmigen Strukturen. Zum anderen die eher unstrukturiert wirkenden Bereiche aus Teilbild b. Der Lattenabstand wurde in mehreren Bildern gemessen. Der gemittelte Wert ist in Tabelle 6.2 angegeben.



**Abbildung 6.10** Die orange eingerahmte Fläche markierte die im TEM untersuchte Zone der Membranebene.



**Abbildung 6.11** Hellfeld TEM Aufnahmen der Gefügestruktur des  $\mu$ PIM Materials im gesinterten Zustand.  
 a) Lattenförmige Strukturen  
 b) Weniger strukturierter Bereich



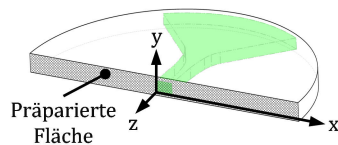
Probentyp	Gemittelter Lattenabstand [nm]	SA [nm]
$\mu$ PIM-UG-S	505	$\pm 144$

**Tabelle 6.2** Lattenabstand im  $\mu$ PIM Material im gesinterten Zustand.

### 6.1.2 Ausscheidungsgehärter Zustand

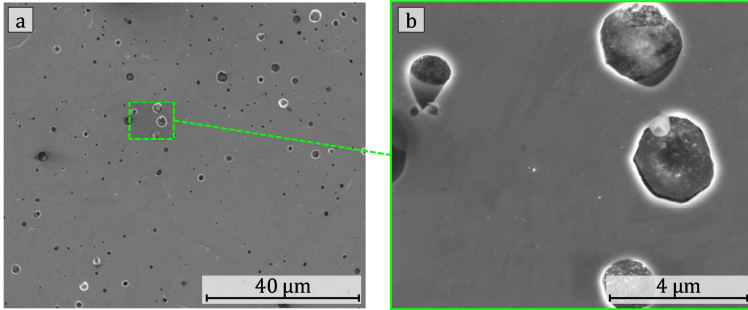
Die mikrostrukturellen Untersuchungen des ausscheidungsgehärteten Zustands, erfolgten an der Membranebene eines ausgelagerten, mikrospritzgegossenem Demonstrators. Dieser entspricht dem Ausgangsmaterial

für den Probentyp  $\mu$ PIM-EX-S+H1025. Die Membran wurde für die Untersuchungen – wie in Abbildung 6.12 schematisch dargestellt –



**Abbildung 6.12** Schematische Darstellung der präparierten Fläche an der halbierten Membranebene.

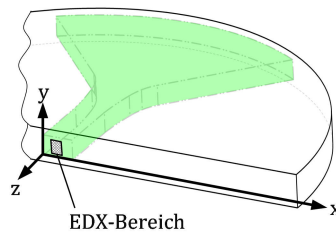
halbiert und die Schnittkante nach dem in Abschnitt 5.9.2 beschriebenen Verfahren präpariert.



**Abbildung 6.13** REM Aufnahme der präparierten Fläche des  $\mu$ PIM Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.  
 a) Übersichtsaufnahme  
 b) Detailansicht der dunkel erscheinenden Ausscheidungen.

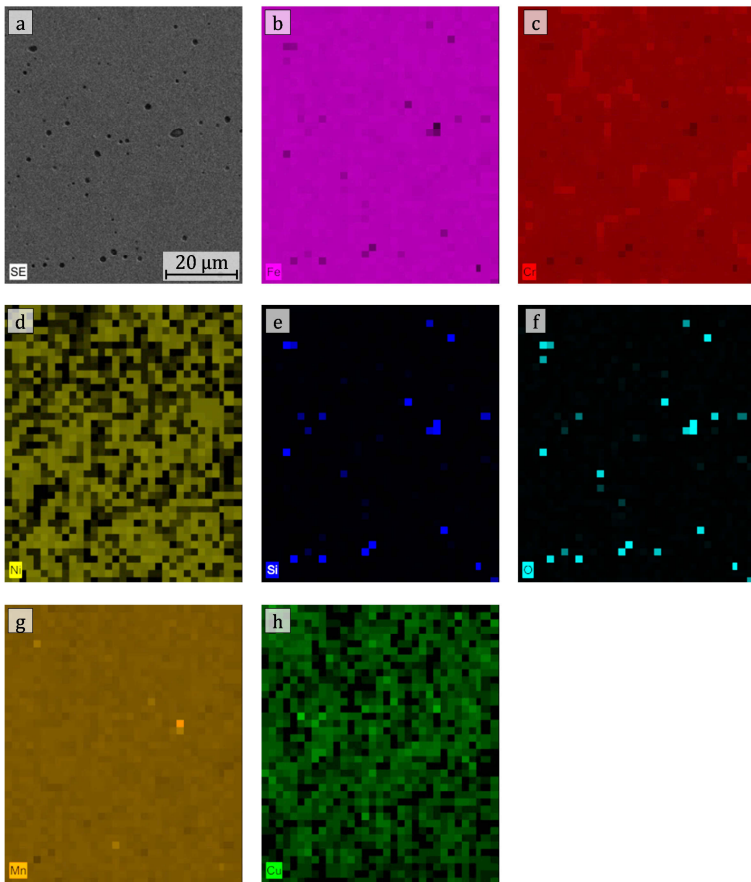


Abbildung 6.13 zeigt eine Übersicht- und eine Detailaufnahme der präparierten Fläche. Analog zum spritzgegossenem Material im gesinterten Zustand sind auch hier die dunkel erscheinenden Ausscheidungen zu erkennen. Daher wurden ebenfalls EDX-Messungen durchgeführt, um die chemischen Hauptbestandteile der Ausscheidungen zu ermitteln. Die untersuchte Zone lag – wie schematisch in Abbildung 6.14 skizziert – mittig auf der präparierten Fläche und somit in dem Bereich, aus dem die Messstrecken der Proben extrahiert werden.



**Abbildung 6.14** Mittels EDX analysierter Bereich an der präparierten Fläche.

Abbildung 6.15 zeigt – analog zu dem vorherigen Abschnitt – die EDX Messergebnisse in Form von Elementverteilungskarten.



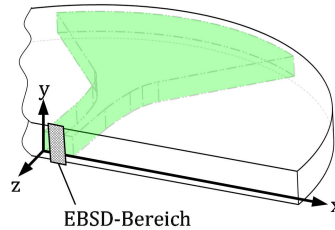
**Abbildung 6.15** In Elementverteilungskarten dargestellte Ergebnisse der EDX-Messung des  $\mu$ PIM Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.



Teilbild a verdeutlicht, an welcher Stelle sich die Ausscheidungen befinden. Teilbild b und c gibt jeweils die Verteilung der Legierungselemente Eisen und Chrom an. Es zeigt sich, dass die Konzentration beider Elemente – im Bereich der Ausscheidungen – deutlich geringer als im Rest des Gefüges sind. Bei den Elementen

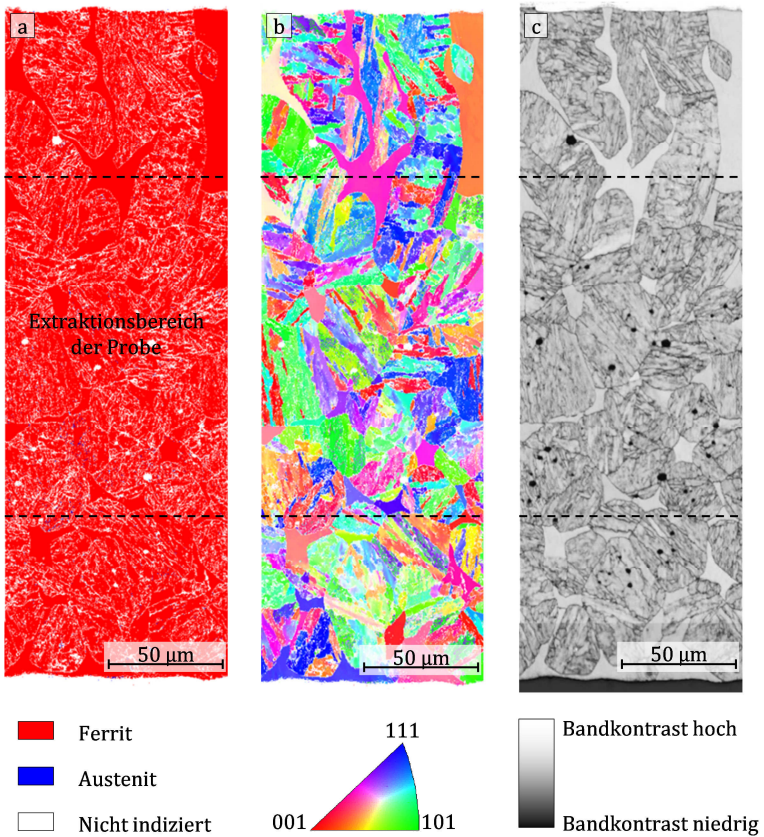
Silizium und Sauerstoff (Teilbild c und d) ist ein umgekehrtes Verhalten zu beobachten; hier liegen die Maxima genau im Bereich der Ausscheidungen. Wie aus den Teilbildern d, g und h ersichtlich, scheinen die Ausscheidungen keinen Einfluss auf die Verteilung der Elemente Nickel, Mangan und Kupfer zu haben.

Auch im ausscheidungsgehärteten Zustand wurden EBSD-Messungen durchgeführt. Die gemessene Zone lag – wie in Abbildung 6.16 verdeutlicht – ebenfalls in der Membranmitte und umfasste die gesamte Dicke der Membran. Die Ergebnisse der EBSD-Messungen sind in Abbildung



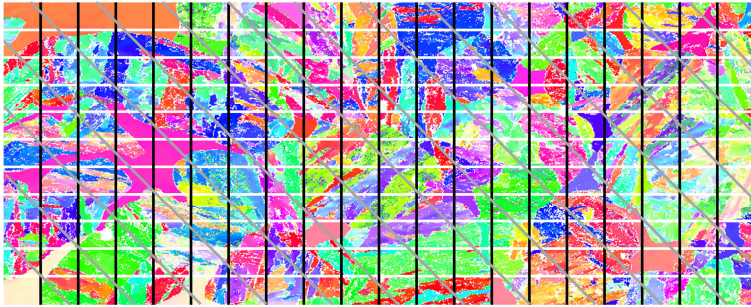
**Abbildung 6.16** Mittels EBSD analysierter Bereich an der präparierten Membranebene.

6.17 in Form einer Phasen-, Orientierungs- und Bandkontrastkarte dargestellt. Da die Karten die gesamte Membrandicke repräsentieren, wurde der Extraktionsbereich der Proben mit zwei Linien abgegrenzt. Die Phasenkarte zeigt wiederum ein einphasiges, ferritisches Gefüge. Die Orientierungen wirken regellos verteilt. Die Bandkontrastkarte macht deutlich dass das Gefüge dem der  $\mu$ PIM-UG-S sehr ähnlich ist. So zeigen sich auch hier dunkler wirkende Körner mit einer Substruktur, die in eine heller wirkende Matrix eingebettet sind. Die zuvor im EDX analysierten Ausscheidungen sind in der Bandkontrastkarte sehr deutlich als runde, schwarze Punkte zu erkennen.

**Abbildung 6.17**

Ergebnisse der EBSD-Messungen an dem  $\mu\text{PIM}$  Material im ausscheidungsgehärteten Zustand.

- Phasenkarte
- Orientierungskarte: Parallelrichtung zur x-Achse der Probe
- Bandkontrastkarte



**Abbildung 6.18** Schnitlinien zur Bestimmung der Mikrostrukturgröße der  $\mu$ PIM Proben im ausscheidungsgehärteten Zustand.

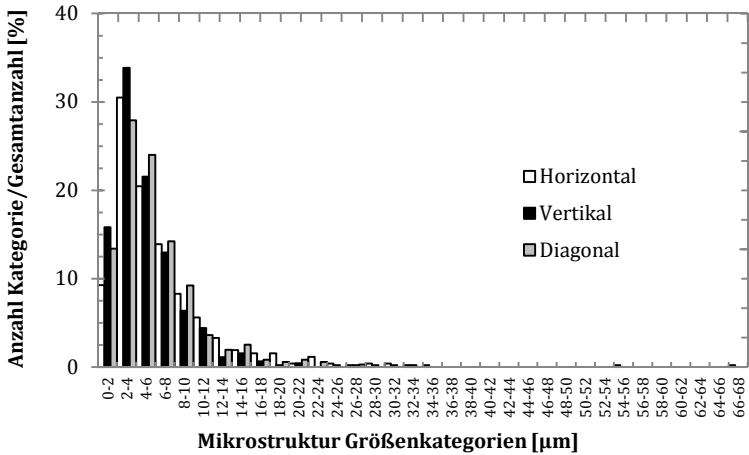


Die Mikrostrukturgrößen wurde aus dem in Abbildung 6.18 dargestellten Ausschnitt der Orientierungskarte gemessen. Die verwendeten Schnitlinien wurden in der Abbildung eingezeichnet. In Abbildung 6.19 sind die gemessenen Schnittlängen – getrennt nach Schnittrichtung – in einem Histogramm aufgetragen. Die Anzahl der Messwerte pro Größenkategorie wurde dabei prozentual zu der Gesamtanzahl der Messwerte pro Schnittrichtung aufgetragen. Da sich die Messwerte – für alle drei Richtungen – gleichförmig auf die Größenkategorien verteilen, kann davon ausgegangen werden, dass keine Texturierung im Werkstoff vorliegt. Daher wurden in dem in Abbildung 6.20 dargestellten Histogramm die Werte aller Schnittrichtungen einer Größenkategorie zusammengefasst und deren kumulative Häufigkeitsverteilung aufgetragen. Der Median der Verteilung ergibt sich zu  $4,5 \mu\text{m}$ . Die weiteren charakteristischen Werte sind in Tabelle 6.3 zusammengefasst.

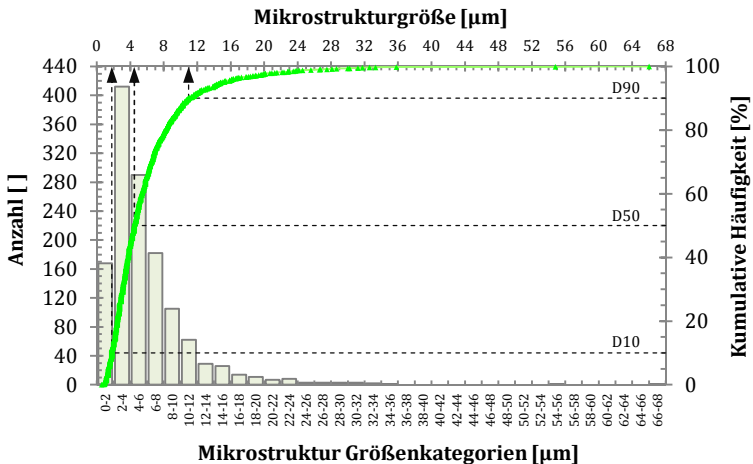
Probentyp	D10 [ $\mu\text{m}$ ]	D50 [ $\mu\text{m}$ ]	D90 [ $\mu\text{m}$ ]
$\mu$ PIM-EX-S+H1025	1,8	4,5	11,0

**Tabelle 6.3** Mikrostrukturgrößenverteilung des  $\mu$ PIM Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.





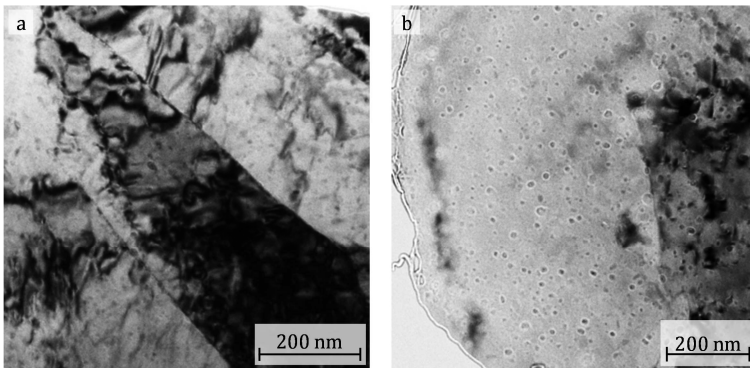
**Abbildung 6.19** Histogramm der gemessenen Mikrostrukturgrößen für die in Abbildung 6.18 dargestellten Schnittrichtungen.



**Abbildung 6.20** Über alle Richtungen gemitteltetes Histogramm mit kumulativer Häufigkeitsverteilung der gemessenen Mikrostrukturgröße des  $\mu\text{PIM}$  Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.



Um die in Abschnitt 3.1 eingeführten Kupfer Ausscheidungen zu charakterisieren, wurde das Gefüge im TEM untersucht. Die Präparation der Probe erfolgte analog zu der in Abbildung 6.10 dargestellten Probe des gesinterten Zustands. Abbildung 6.21 zeigt zwei Aufnahmen aus den unterschiedlich strukturierten Probenbereichen. Teilbild a zeigt eine Aufnahme aus dem lattenförmig strukturierten Bereich, während Teilbild b einen Ausschnitt des weniger strukturierten Bereichs wiedergibt. Der Lattenabstand wurde in mehreren Bildern gemessen. Der gemittelte Wert ist in Tabelle 6.4 angegeben.



**Abbildung 6.21** Hellfeld TEM Aufnahmen der Gefügestruktur des  $\mu$ PIM Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.

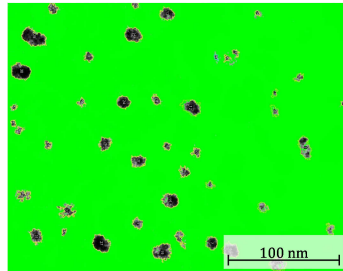


- a) Lattenförmige Strukturen mit dunkel erscheinenden Ausscheidungen
- b) Weniger strukturierter Bereich mit dunkel erscheinenden Ausscheidungen

Probentyp	Gemittelter Lattenabstand [nm]	SA [nm]
$\mu$ PIM-EX-S+H1025	144	$\pm 30$

**Tabelle 6.4** Gemittelter Lattenabstand im  $\mu$ PIM Material im ausscheidungsgehärteten Zustand.

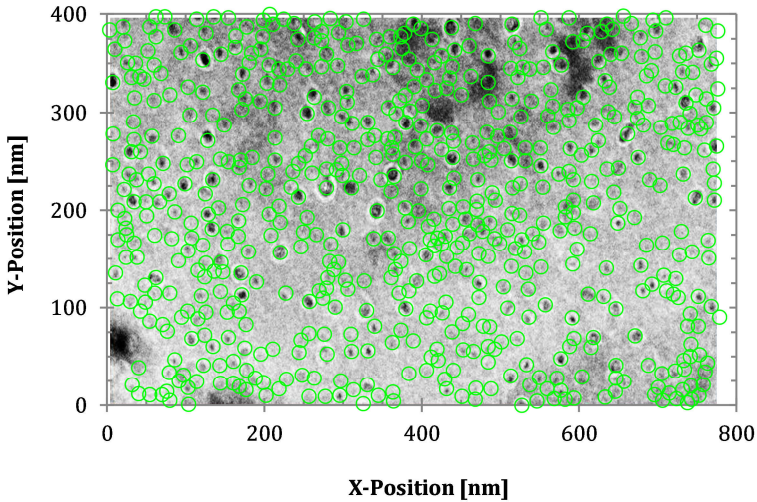
Innerhalb beider Strukturbereiche sind fein verteilte, dunkel erscheinende Punkte zu erkennen, bei denen es sich vermutlich um die zuvor beschriebenen Ausscheidungen handelt. Um diese zu charakterisieren wird im Folgenden ihr mittlerer Durchmesser sowie ihre Dichte bestimmt. Der mittlere Durchmesser wurde mit Hilfe einer Flächenanalyse aus dem in



**Abbildung 6.22** Flächenanalyse zur Bestimmung des Teilchendurchmessers an einem binärisierten TEM-Bild.

Abbildung 6.22 dargestellten Bildausschnitt bestimmt. Dafür wurde anhand eines grau-Schwellenwertes ein binäres Bild erzeugt. Anschließend wurde der mittlere Durchmesser eines ideal runden Teilchens aus den Flächenverhältnissen von Ausscheidungen und Matrix ermittelt. Tabelle 6.5 gibt den ermittelten Wert und dessen Standardabweichung wieder.

Um eine zweidimensionale Teilchendichte bestimmen zu können, wurde – wie in Abbildung 6.23 dargestellt – die Anzahl der Teilchen innerhalb einer definierten Fläche abgezählt. Durch den Bezug der bestimmten Teilchenanzahl auf die Messfläche wurde die in Tabelle 6.6 angegebene Teilchendichte berechnet.



**Abbildung 6.23** Bestimmung der Teilchenanzahl in der gewählten Messfläche.



Probentyp	Durchmesser Ausscheidungen [nm]	Standardabweichung [nm]
<b>μPIM-EX-S+H1025</b>	7,5	± 6,5

**Tabelle 6.5** Ermittelter Durchmesser der Kupferausscheidungen des μPIM Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.

Probentyp	Anzahl Teilchen	Messfläche [m <sup>2</sup> ]	Dichte [m <sup>-2</sup> ]
<b>μPIM-EX-S+H1025</b>	634	3,11E-13	2,04E15

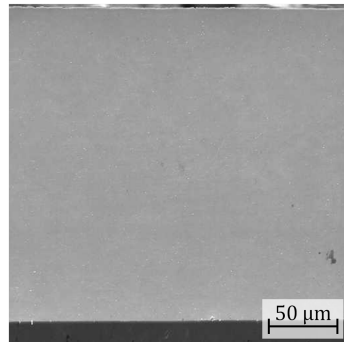
**Tabelle 6.6** Ermittelte Dichte der Kupferausscheidungen des μPIM Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.

## 6.2 Konventionell hergestelltes Material

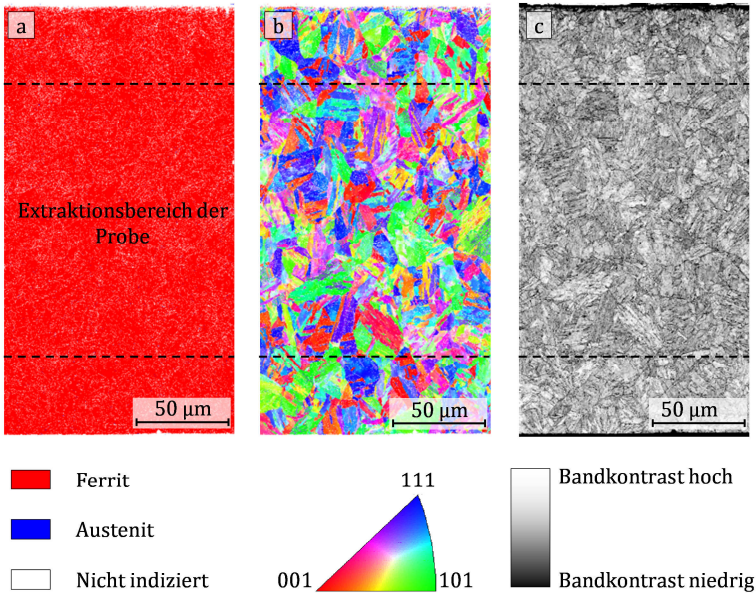
Da am konventionell hergestellten Demonstrator – im Rahmen dieser Arbeit – keine Wärmebehandlungen durchgeführt wurden, wird im Folgenden nur der Anlieferungszustand betrachtet. Gemäß Abschnitt 5.2.2 lag das Material dabei in einem lösungsgeglühten und ausscheidungsgehärteten (H925) Zustand vor.

### 6.2.1 Ausscheidungsgehärteter Zustand

Analog zu Abbildung 6.12 wurde die Untersuchungen am konventionell hergestellten Material ebenfalls an einer halbierten Membranebene durchgeführt. Eine Übersichtsaufnahme der präparierten Fläche ist in Abbildung 6.24 dargestellt. Im Gegensatz zu den mikrospritzgegossenen Materialien sind hier keine der dunkel erscheinenden Ausscheidungen zu erkennen. Um die Mikrostruktur zu analysieren wurden abermals EBSD-Messungen durchgeführt. Die erzeugten Karten sind in Abbildung 6.25 gegenübergestellt. Da die Messungen wieder über die gesamte Membrandicke erfolgten, wurde hier ebenfalls der Extraktionsbereich der Proben im Bild eingezeichnet.



**Abbildung 6.24** REM Aufnahme des präparierten Bereichs.

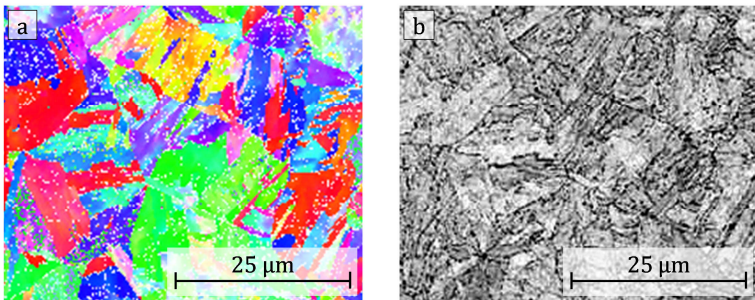


**Abbildung 6.25** Ergebnisse der EBSD-Messungen am konventionell hergestellten Material im ausscheidungsgehärteten Zustand.



- a) Phasenkarte
- b) Orientierungskarte: Parallelrichtung zur x-Achse der Probe
- c) Bandkontrastkarte

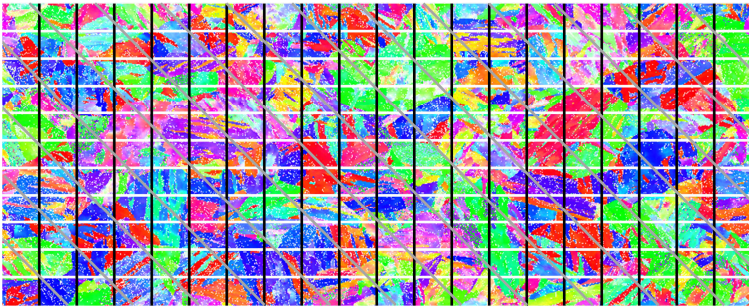
Die Phasenkarte aus Teilbild a zeigt auch hier ein komplett ferritisches Gefüge. In der Orientierungskarte aus Teilbild b werden die einzelnen Körner sehr deutlich sichtbar. Wie schon bei den spritzgegossenen Materialien, sind die Orientierungen regellos verteilt. In der Bandkontrastkarte aus Teilbild c zeigt sich, dass innerhalb der Bereiche gleicher Orientierung eine Substruktur vorhanden ist. Besonders deutlich wird dies in der Detailansicht aus Abbildung 6.26. Hier zeigt sich im Bandkontrast-Teilbild b eine sehr feine lamellare Struktur innerhalb gleichorientierter Bereiche.



**Abbildung 6.26** Detailsicht der Orientierungs- und Bandkontrastkarte aus Abbildung 6.25.



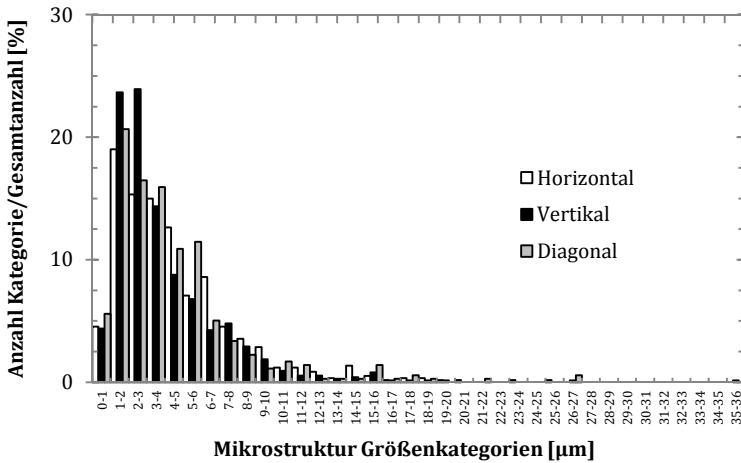
Um die Größenverteilung der gleich orientierten Bereiche zu charakterisieren wurde analog zu den spritzgegossenen Materialien ein Linienschnittverfahren an der Orientierungskarte angewendet. Abbildung 6.27 zeigt den verwendeten Bildausschnitt mit den durchgeführten Schnitten.



**Abbildung 6.27** Schnittlinien zur Bestimmung der Mikrostrukturgröße des konventionell hergestellten Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.



In Abbildung 6.28 ist das zugehörige Histogramm dargestellt. Auch hier zeigt die Verteilung, dass keine Texturierung im Werkstoff vorliegt. Folglich wurden die Werte jeder Größenkategorie wieder zusammengefasst. Das so erzeugte richtungsunabhängige Histogramm findet sich in Abbildung 6.29. Der Median der zugehörigen kumulativen Häufigkeitsverteilung liegt bei 3,3  $\mu\text{m}$ . Die weiteren charakteristischen Werte sind in Tabelle 6.7 zusammengefasst.

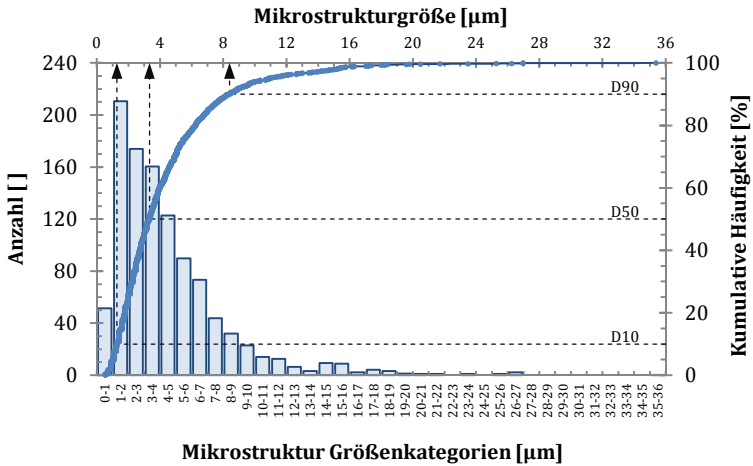


**Abbildung 6.28**

Histogramm der gemessenen Mikrostrukturgrößen für die in Abbildung 6.27 dargestellten Schnittrichtungen.







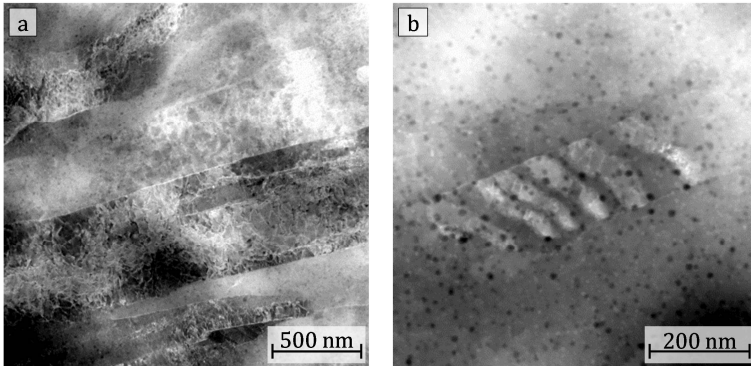
**Abbildung 6.29** Über alle Richtungen gemittelttes Histogramm mit kumulativer Häufigkeitsverteilung der Mikrostrukturgröße des konventionell hergestellten Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.



Probentyp	D10 [µm]	D50 [µm]	D90 [µm]
<b>K-EX-LG+H925</b>	1,3	3,3	8,4

**Tabelle 6.7** Ermittelte Mikrostrukturgröße des konventionell hergestellten Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.

Auch am konventionell hergestellten Material wurden TEM Untersuchungen durchgeführt. Die Position der untersuchten Zone entspricht Abbildung 6.10. Abbildung 6.30 a zeigt eine Übersichtsaufnahme, in der lattenförmige Gefügestrukturen zu erkennen sind. Bei weiterer Vergrößerung werden innerhalb dieser Strukturen dunkel erscheinende Teilchen sichtbar.

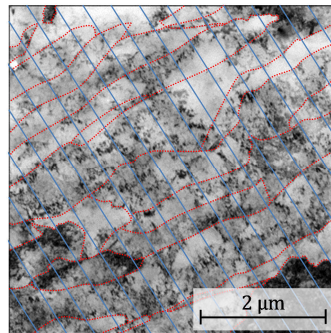


**Abbildung 6.30** Hellfeld STEM Aufnahmen der Gefügestruktur des konventionell hergestellten Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.



- a) Übersichtsaufnahme zeigt lattenförmige Strukturen.
- b) Detailansicht zeigt dunkel erscheinende Ausscheidungen innerhalb der Latten.

Zunächst wurde die Lattenstruktur genauer untersucht. Abbildung 6.31 zeigt eine weitere TEM Aufnahme bei relativ niedriger Vergrößerung. Die Lattengrenzen sind hier rot hervorgehoben. Um die mittlere Breite der Latten zu bestimmen, wurde ein Linienschnitt entlang der blau eingezeichneten Schnittlinien durchgeführt. Die Auswertung des Schnitts findet sich in Tabelle 6.8.

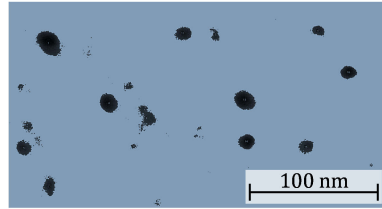


**Abbildung 6.31** STEM Aufnahme der rot hervorgehobenen Lattenstruktur mit Schnittlinien zur Breitenbestimmung.

Probentyp	Gemittelter Lattenabstand [nm]	SA [nm]
<b>K-EX-LG+H925</b>	384	± 262

**Tabelle 6.8** Lattenabstand im konventionell hergestellten Material im ausscheidungsgehärteten Zustand.

Im Folgenden werden die Ausscheidungen aus Abbildung 6.30 b genauer betrachtet. Um den mittleren Durchmesser zu bestimmen, wurde wieder eine Flächenanalyse durchgeführt. Abbildung 6.32 zeigt den analysierten Bereich in der binären Darstellung. Über den Flächenanteil der dunkel erscheinenden Ausscheidungen konnte der mittlere Durchmesser für ein ideal kreisförmiges Teilchen berechnet werden. Tabelle 6.9 gibt das Ergebnis und dessen Streuung wieder.

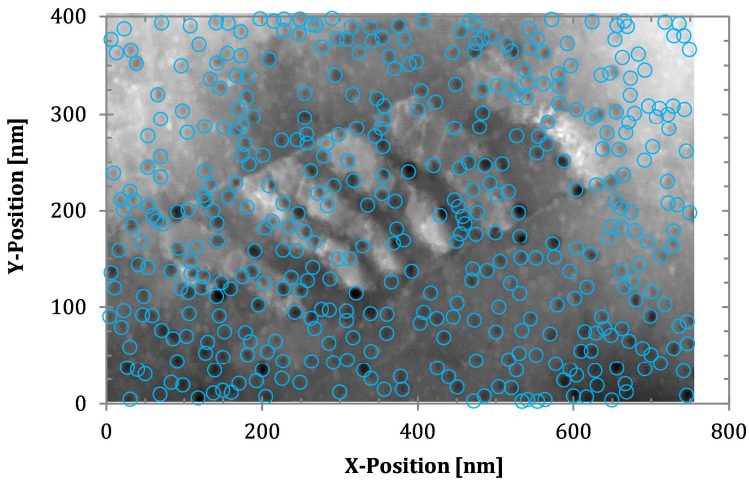


**Abbildung 6.32** Flächenanalyse zur Bestimmung des Teilchendurchmessers an einem binärisierten STEM-Bild.

Probentyp	Durchmesser Ausscheidungen [nm]	Standardabweichung [nm]
<b>K-EX-LG+H925</b>	9,3	± 8,9

**Tabelle 6.9** Ermittelter Durchmesser der Kupferausscheidungen des konventionell hergestellten Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.

Für die Bestimmung der Teilchendichte wurde – analog zum vorherigen Abschnitt – die Anzahl der Teilchen innerhalb einer definierten Messfläche bestimmt. Abbildung 6.33 zeigt die dafür verwendete TEM-Aufnahme. Durch den Bezug der Teilchenanzahl auf die Messfläche wurde die in Tabelle 6.10 angegebene Teilchendichte bestimmt.



**Abbildung 6.33** Bestimmung der Teilchenanzahl in der gewählten Messfläche.



Probentyp	Anzahl Teilchen	Messfläche [m <sup>2</sup> ]	Dichte [m <sup>-2</sup> ]
<b>μS-EX-H925</b>	427	2,98E-13	1,43E15

**Tabelle 6.10** Ermittelte Teilchendichte der Kupferausscheidungen im konventionell hergestellten Material im ausscheidungsgehärteten Zustand.

## 7 Ergebnisse der Zugversuche

In diesem Kapitel sind die Ergebnisse der Zugversuche zusammengefasst. Dabei wird zunächst in Abschnitt 7.1 auf die Ergebnisse der Versuche mit einer Dehnrates von  $5\text{E-}4\text{ s}^{-1}$  eingegangen. In Abschnitt 7.2 folgen die Versuche mit Dehnrates von  $5\text{E-}5\text{ s}^{-1}$  bis  $5\text{E-}1\text{ s}^{-1}$ .

### 7.1 Zugversuche bei einer Dehnrates von $5\text{E-}4\text{ s}^{-1}$

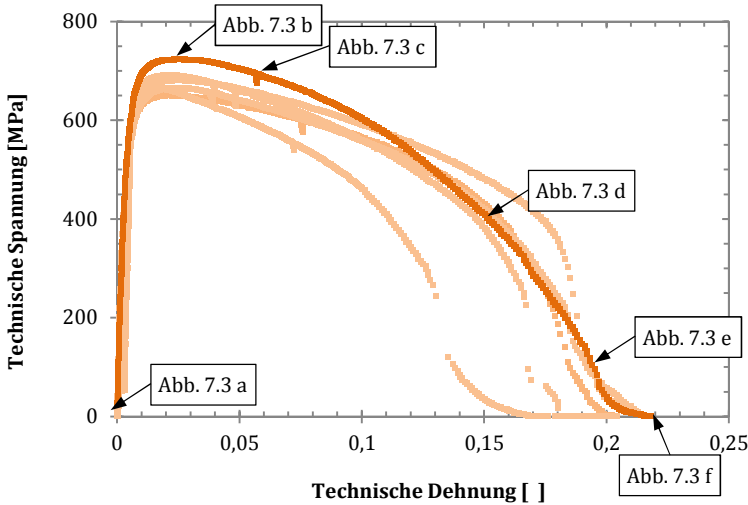
Die Ergebnisse dieses Abschnitts sind nach Materialart sortiert. Begonnen wird im Folgenden mit dem mikrospritzgegossenen Material.

#### 7.1.1 Mikropulverspritzgegossenes Material

Zunächst soll hier auf das  $\mu\text{PIM}$  Material im gesinterten Zustand eingegangen werden. Im darauf folgenden Abschnitt befinden sich die Ergebnisse des ausscheidungsgehärteten Zustands.

##### 7.1.1.1 Gesinterter Zustand

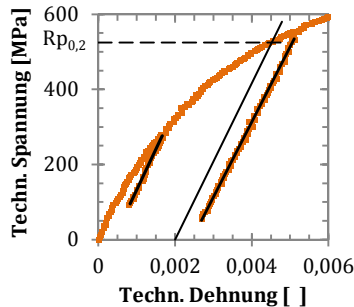
In Abbildung 7.1 sind die Spannungs-Dehnungs-Kurven der  $\mu\text{PIM-UG-S}$  Proben zusammengefasst. Alle Kurven zeigen ein sehr ähnliches mechanisches Verhalten mit einem fließenden Übergang vom elastischen in den elastisch-plastischen Bereich. Nach dem Überschreiten der Zugfestigkeit fällt die Spannung bei allen Proben bis nahezu auf das Nullniveau ab.



**Abbildung 7.1** Spannungs-Dehnungskurven der urgeformten  $\mu$ PIM Zugproben im gesinterten Zustand.



Um die Ersatzdehngrenze  $R_{p0,2}$  und den E-Modul des Werkstoffs zu bestimmen, wurde ein Versuche in dem in Abbildung 7.2 abgebildeten Ausschnitt des Spannungs-Dehnungs-Diagramms aufgetragen. Wie in dem Diagramm kenntlich gemacht, ergibt sich  $R_{p0,2}$  zu 580 MPa. Der E-Modul wurde aus den Steigungen der beiden Entlastungen gemittelt und beträgt 208 GPa. Die weiteren charakteristischen Werte sind gemittelt über alle Versuche in Tabelle 7.1 zusammengefasst.

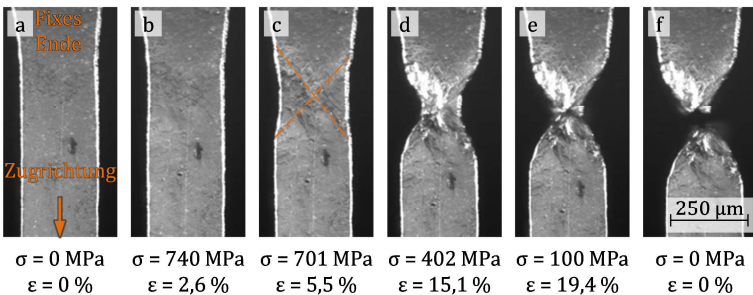


**Abbildung 7.2**  $R_{p0,2}$  und E-Modul Bestimmung.

Probentyp <b>μPIM-UG-S</b>	E-Modul [GPa]	R <sub>p</sub> 0,2 [MPa]	R <sub>m</sub> [MPa]	A [%]
Mittelwert	212,3	557,0	679,7	19,4
Standard Abweichung	± 6,9	± 23,7	± 23,5	± 1,5

**Tabelle 7.1**

Aus den Zugversuchen ermittelte Kennwerte des μPIM Materials im gesinterten Zustand.

**Abbildung 7.3**

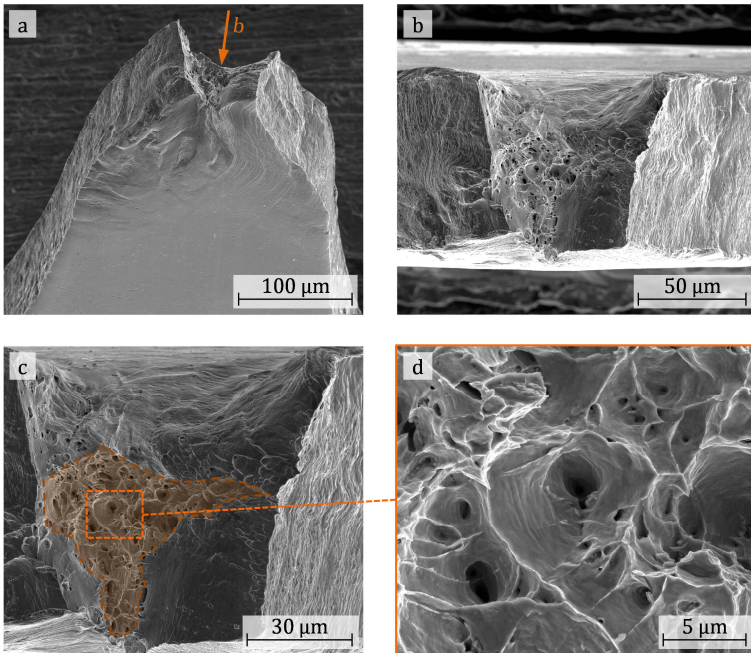
In situ Aufnahmen der Probenoberfläche der in Abbildung 7.1 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve.



- Versuchsbeginn
- Während des Versuchs
- Nach dem Bruch

Abbildung 7.3 zeigt in situ Aufnahmen der in Abbildung 7.1 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve. In Teilbild a ist zunächst der Ausgangszustand dargestellt. Teilbild b zeigt die Probenoberfläche beim Erreichen der Zugfestigkeit. Zu diesem Zeitpunkt ist die Oberfläche makroskopisch nahezu unverformt. Nach dem Überschreiten der Streckgrenze bildeten sich zwei – jeweils unter 45° zur Belastungsrichtung stehende – dominante Gleitrichtungen aus. Entlang dieser Richtungen kam es im weiteren Verlauf zu einer starken Einschnürung der Probe. Teilbild e zeigt die Oberfläche kurz vor Ende des Versuchs. Die Probe ist hier bereits auf einen sehr geringen Querschnitt zusammengeschnürt.

Teilbild f zeigt die Oberfläche nach dem Bruch. In Abbildung 7.4 finden sich die zugehörigen REM Aufnahmen dieser Bruchfläche. Teilbild a zeigt eine Schrägansicht auf das untere Bruchufer. Wie ersichtlich ist die Probe nicht vollständig zu einer Spitze eingeschnürt, in der Mitte der Einschnürzone blieb ein V-förmiger Bereich stehen. Die Flanken des Bereichs stehen unter ca. 45 ° zur Belastungsrichtung. Teilbild b und c zeigen eine Draufsicht auf den V-förmigen Bereich. Die wabenförmige Restbruchfläche wurde orange eingefärbt und ist in Teilbild d nochmals vergrößert dargestellt. Bezogen auf den Ausgangsquerschnitt ergibt eine Brucheinschnürung von 94,5 %.



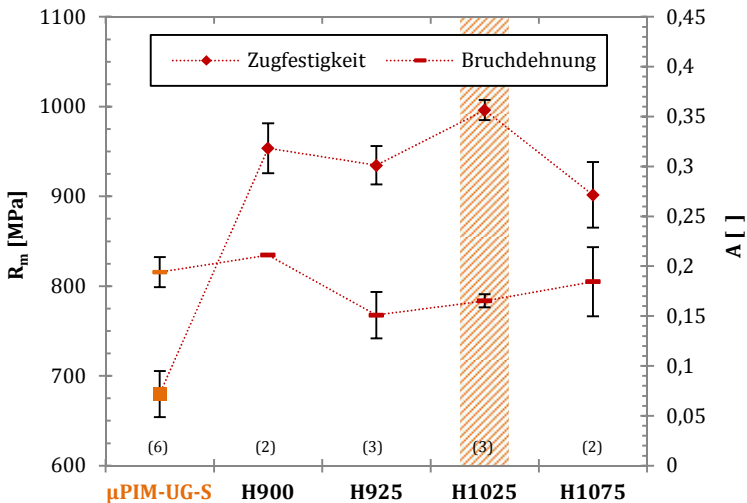
**Abbildung 7.4** REM Aufnahmen der Bruchfläche der in Abbildung 7.1 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve.





## 7.1.1.2 Ausscheidungsgehärteter Zustand

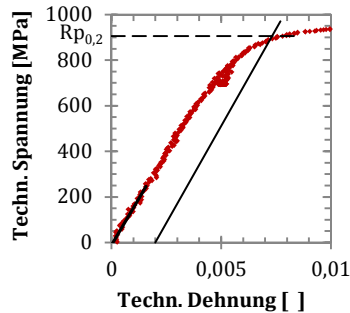
Wie bereits in Abschnitt 5.4.2 erläutert wurden vier verschiedene Wärmebehandlungsverfahren zur Ausscheidungshärtung des mikrospritzgegossenen Materials angewendet. Abbildung 7.5 zeigt die mittleren Zugfestigkeiten und Bruchdehnungen aller vier Verfahren im Vergleich zum Ausgangsmaterial. Die eingeklammerten Zahlen geben für jeden Zustand die Anzahl der zur Mittelung verwendeten Versuche an. Die Fehlerbalken geben die Standardabweichung des Mittelwerts wieder. Wie aus dem Diagramm ersichtlich, steigen bei allen Wärmebehandelten Proben die Zugfestigkeiten – im Vergleich zum Ausgangszustand – deutlich an. Die höchsten Festigkeiten erzielten die nach dem H1025 Verfahren gehärteten Proben. Für den weiteren Verlauf der Arbeit wurde daher nur noch dieses Verfahren angewendet.



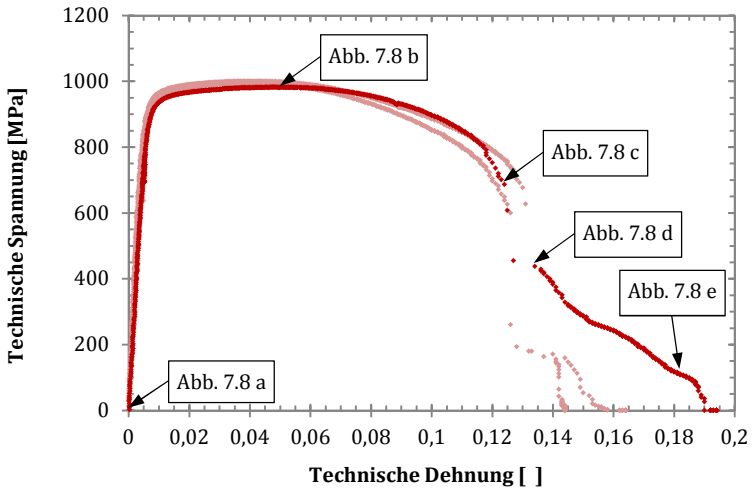
**Abbildung 7.5** Zugfestigkeit  $R_m$  und Bruchdehnung  $A$  der urgeformten  $\mu$ PIM Zugproben in Abhängigkeit der Wärmebehandlung. Die eingeklammerten Zahlen geben an, aus wie vielen Versuchen die Werte gemittelt wurden.

Abbildung 7.7 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurven dieser  $\mu\text{PIM-UG-S+H1025}$  Proben. Alle Kurven zeigen eine sehr geringe Verfestigung. Mit dem Erreichen der Zugfestigkeit setzt ein ausgeprägter Spannungsabfall ein. Bei einer Spannung von ca. 600 MPa bis 700 MPa tritt

bei allen Kurven ein deutlicher Sprung in der Kurve auf, der ab einer Spannung von ca. 200 MPa bis 500 MPa endet. Die Spannung fällt anschließend bis auf das Nullniveau ab. Der E-Modul und die Ersatzdehngrenze  $R_{p0,2}$  wurden gemäß Abbildung 7.6 zu  $R_{p0,2} = 905 \text{ MPa}$  und  $E = 200,6 \text{ GPa}$  bestimmt. Die weiteren charakteristischen Werte sind – gemittelt über alle Kurven – in Tabelle 7.2 zusammengefasst.



**Abbildung 7.6**  $R_{p0,2}$  und E-Modul Bestimmung.



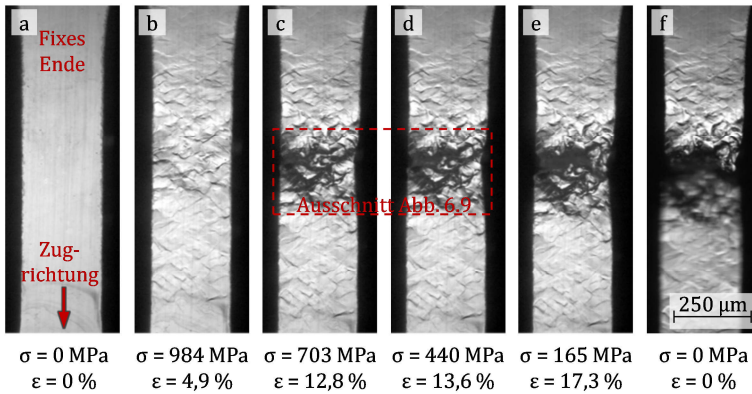
**Abbildung 7.7** Spannungs-Dehnungskurven der urgeformten, ausscheidungsgehärteten  $\mu$ PIM Zugproben.



Probentyp <b><math>\mu</math>PIM-UG-S+H1025</b>	E-Modul [GPa]	$R_p$ 0,2 [MPa]	$R_m$ [MPa]	A [%]
Mittelwert	210	915,0	992,0	16,5
Standard Abweichung	$\pm 12,7$	$\pm 8,0$	$\pm 7,5$	$\pm 2$

**Tabelle 7.2** Aus den Zugversuchen ermittelte Kennwerte des  $\mu$ PIM Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.





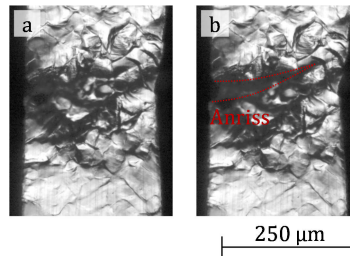
**Abbildung 7.8** In situ Aufnahmen der Probenoberfläche der in Abbildung 7.7 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve.



- a) Versuchsbeginn
- b-e) Während des Versuchs
- c) Nach dem Bruch

Abbildung 7.8 zeigt in situ Aufnahmen der in Abbildung 7.7 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve. Teilbild a zeigt als Referenz die Oberfläche zu Versuchsbeginn. Teilbild b wurde beim Erreichen der Zugfestigkeit aufgenommen. Die Oberfläche ist zu diesem Zeitpunkt schon innerhalb der gesamten Messstrecke deutlich aufgeraut.

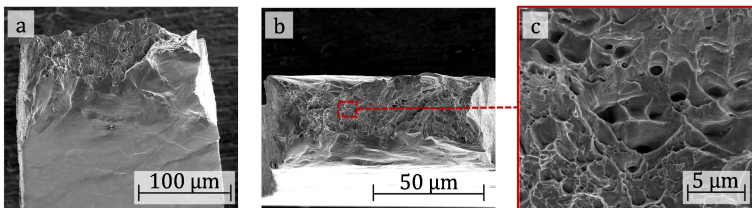
Teilbild c zeigt die letzte Aufnahme vor dem Sprung in der Kurve. Zu diesem Zeitpunkt ist die Probe schon deutlich eingeschnürt. Teilbild d wurde direkt nach dem Sprung aufgenommen. Die Detailansicht in Abbildung 7.9 zeigt, dass sich während des Sprungs ein Riss am linken Rand bildet, der ca.  $\frac{2}{3}$  der Probenbreite einnimmt. Vor der Risspitze



**Abbildung 7.9** Detailansicht der Rissbildung während des Sprungs in Abbildung 7.7.

bleibt ein dünner Steg stehen. In Abbildung 7.8 e zeigt sich, dass dieser Steg auch kurz vor Ende des Versuchs noch intakt ist, sich aber weiter eingeschnürt hat. Teilbild f zeigt dann den Bruch des Steges.

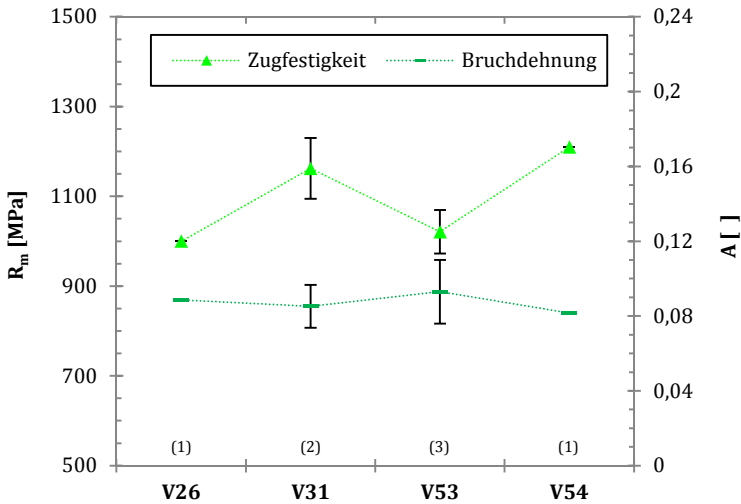
In Abbildung 7.10 sind die zugehörigen REM-Aufnahmen der Bruchfläche dargestellt. In der Schrägansicht a und der Draufsicht b ist die Einschnürung der Probe deutlich zu erkennen. In Relation zur Ausgangsfläche ergibt sich für diese Probe eine Brucheinschnürung von 64,8 %. Die Detailansicht c zeigt, dass die Bruchfläche aus wabenförmigen Strukturen besteht.



**Abbildung 7.10** REM Aufnahmen der Bruchfläche der in Abbildung 7.7 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve.



Neben den  $\mu\text{PIM-UG-S+H1025}$  Proben wurden auch, aus den  $\mu\text{PIM}$  Membranen extrahierte, ausscheidungsgehärtete  $\mu\text{PIM-EX-S+H1025}$  Proben getestet. Wie in Abschnitt 5.2.1 dokumentiert, wurden die Herstellungsparameter zwischen den einzelnen Chargen der integrierten Membranen variiert. Abbildung 7.11 zeigt die ermittelten Zugfestigkeiten und die Bruchdehnungen der einzelnen Chargen. Da das Probenmaterial in der Stückzahl sehr limitiert war, konnte nur eine sehr geringe Anzahl von Versuchen durchgeführt werden. Die im Diagramm angegebenen Nummern gibt jeweils die Anzahl der durchgeführten Versuche an.



**Abbildung 7.11** Zugfestigkeit  $R_m$  und Bruchdehnung  $A$  der  $\mu$ PIM Demonstratoren in Abhängigkeit der Ferti-charge. Die eingeklammerten Zahlen geben an, aus wie vielen Versuchen die Werte gemittelt wurden.

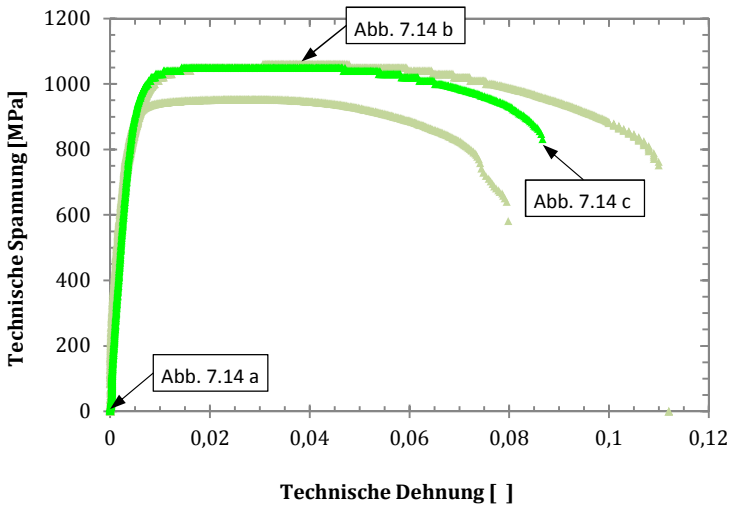


Abbildung 7.12 zeigt beispielhaft das Spannungs-Dehnungs-Diagramm von Charge V53. Abermals zeigt sich nur eine geringe Verfestigung des Materials. Nach der Zugfestigkeit kommt es zu einem Spannungsabfall. Danach ist eindeutig der Bruch der Probe zu erkennen.

Probentyp	E-Modul	$R_{p0,2}$	$R_m$	$A$
<b><math>\mu</math>PIM-EX-S+H1025</b>	[GPa]	[MPa]	[MPa]	[%]
Mittelwert	214,5	940,3	1021,0	9,3
Standard Abweichung	$\pm 2,0$	$\pm 27,4$	$\pm 48,3$	$\pm 1,7$

**Tabelle 7.3** Aus den Zugversuchen ermittelte Kennwerte der Proben aus den  $\mu$ PIM Demonstratoren im ausscheidungsgehärteten Zustand.

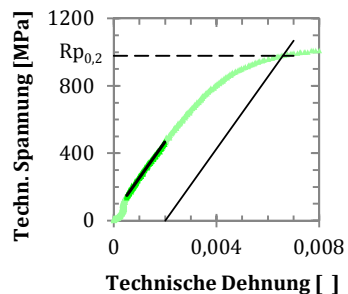




**Abbildung 7.12** Spannungs-Dehnungskurven der Zugproben aus den ausscheidungsgehärteten  $\mu$ PIM Demonstratoren.



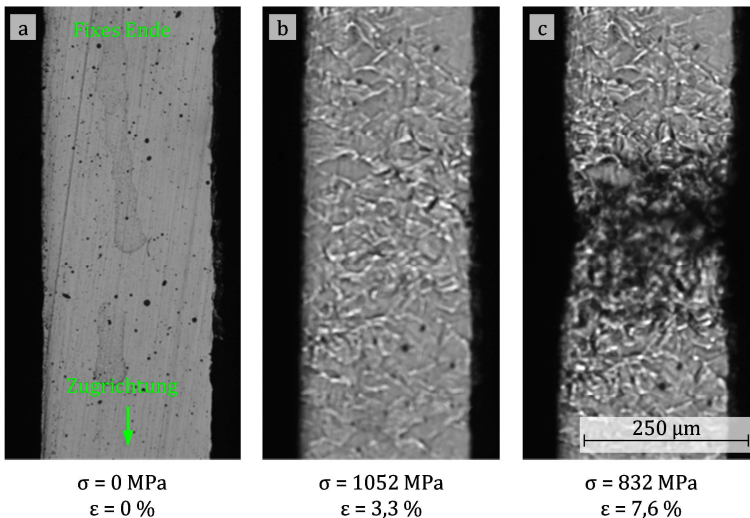
Die Bestimmung der Dehngrenze  $R_{p0,2}$  sowie des E-Moduls sind in Abbildung 7.13 dargestellt. Für  $R_{p0,2}$  ergibt sich ein Wert von 979 MPa; der E-Modul beträgt 214 GPa. Die weiteren gemittelten Werte der Spannungs-Dehnungskurven sind in Tabelle 7.3 zusammengefasst.



**Abbildung 7.13**  $R_{p0,2}$  und E-Modul Bestimmung.

In Abbildung 7.14 sind in situ Aufnahmen der Probenoberfläche der in Abbildung 7.12 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-

Kurve dargestellt. Teilbild a zeigt zunächst die Probenoberfläche zu Versuchsbeginn. Teilbild b zeigt die Oberfläche beim Erreichen der Zugfestigkeit. Sie ist zu diesem Zeitpunkt schon deutlich aufgeraut. Teilbild c wurde kurz vor dem Bruch der Probe aufgenommen. Wie ersichtlich schnürte sich die Probe vor dem Bruch deutlich ein. Abbildung 7.15 zeigt einige REM Aufnahmen dieser Bruchfläche. In Teilbild a ist zunächst eine Schrägansicht der Bruchfläche dargestellt, in der deutlich die Einschnürzone zu erkennen ist. Teilbild b zeigt eine Draufsicht auf die Bruchfläche. In Verbindung mit der Detailansicht c ist zu erkennen, dass die gesamte Bruchfläche aus wabenförmigen Strukturen besteht. Aus dem Flächenverhältnis der wabenförmigen Fläche zum Ausgangsquerschnitt ergibt sich eine Brucheinschnürung von 54 %.



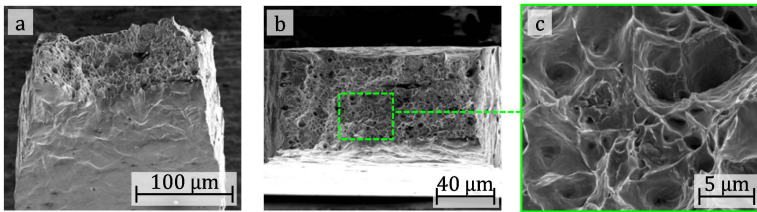
**Abbildung 7.14**



In situ Aufnahmen der Probenoberfläche der in Abbildung 7.12 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve.

- Versuchsbeginn
- Während des Versuchs
- Nach dem Bruch



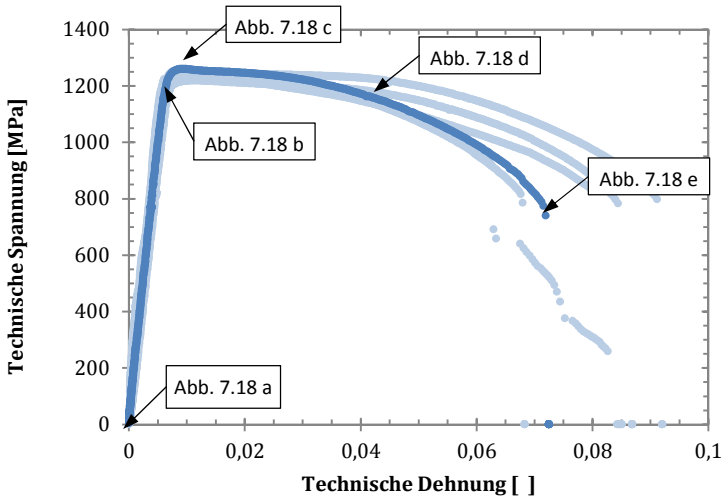
**Abbildung 7.15**

REM Aufnahmen der Bruchfläche der in Abbildung 7.12 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve.



## 7.1.2 Konventionell hergestelltes Material

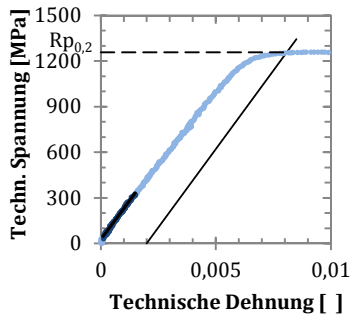
Das konventionell hergestellte Material wurde im Anlieferungszustand getestet. Wie in Abschnitt 5.2.2 beschrieben, liegen die Proben dabei in einem lösungsgeglühten und ausscheidungsgehärteten Zustand (H925) vor. Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm dieser – aus der Membran extrahierten – **K-EX-LG+H925** Proben ist in Abbildung 7.16 dargestellt. Wie aus dem Diagramm ersichtlich, weisen alle Kurven eine ausgeprägte Streckgrenze auf. Anschließend findet keine Verfestigung des Werkstoffs statt, dementsprechend wird die Zugfestigkeit unmittelbar nach Überschreiten der Streckgrenze erreicht. Danach beginnt die Spannung abzufallen, bis der Bruch der Probe einsetzt. Auch hier suggeriert die Kurve – aufgrund des ausgeprägten Spannungsabfalls – ein duktileres Bruchverhalten.



**Abbildung 7.16** Spannungs-Dehnungs-Diagramm des konventionell hergestellten Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand.



Der aus Abbildung 7.17 ermittelte E-Modul hat einen Wert von 207 GPa. Die Streckgrenze setzt bei einer Spannung von 1257 MPa ein. Die weiteren charakteristischen Werte der Spannungs-Dehnungs-Kurven sind in gemittelter Form in Tabelle 7.4 zusammengefasst.



**Abbildung 7.17**  $R_{p0,2}$  und E-Modul Bestimmung.

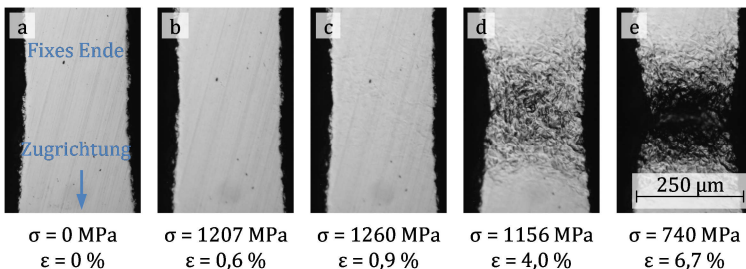
Probentyp <b>K-EX-LG+H925</b>	E-Modul [GPa]	$R_{p\,0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	A [%]
Mittelwert	206,9	1237,6	1241,7	7,6
Standard Abweichung	$\pm 10,1$	$\pm 17,1$	$\pm 14,2$	$\pm 0,8$

**Tabelle 7.4**

Aus den Zugversuchen ermittelte Kennwerte der Proben aus den konventionell hergestellten Demonstratoren im ausscheidungsgehärteten Zustand.



Abbildung 7.18 zeigt die in situ Aufnahmen der hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve aus Abbildung 7.16. Teilbild a zeigt den Ausgangszustand der Probe. Teilbild b zeigt die Probe unmittelbar vor dem Erreichen der Streckgrenze. Die Probenoberfläche gleicht makroskopisch zu diesem Zeitpunkt noch dem Ausgangszustand. Teilbild c wurde beim Erreichen der Zugfestigkeit aufgenommen. Hier sind erste feine Rauheiten auf der Oberfläche zu erkennen. Teilbild d korreliert mit dem Bereich des Kraftabfalls. Dort ist die Oberfläche bereits merklich aufgeraut und der Querschnitt deutlich eingeschnürt. Teilbild e zeigt die letzte Aufnahme vor dem Bruch der Probe. Die Einschnürung hat nochmals deutlich zugenommen.

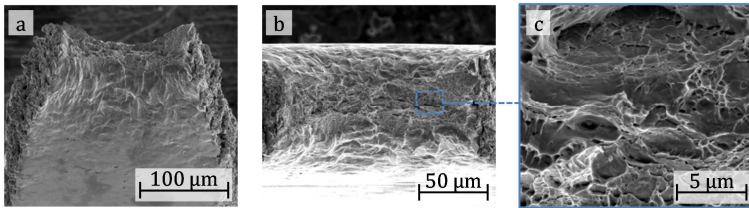
**Abbildung 7.18**

In situ Aufnahmen der Probenoberfläche der in Abbildung 7.16 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve.



- Versuchsbeginn
- Während des Versuchs
- Nach dem Bruch

Abbildung 7.19 zeigt einige REM Aufnahmen der Bruchfläche. Die Schrägansicht a zeigt eines der eingeschnürten Bruchufer, Teilbild b die zugehörige Draufsicht auf die Bruchfläche. Teilbild c stellt eine vergrößerte Ansicht der Restbruchfläche dar. Auch bei diesem Material sind auf der Restbruchfläche wabenförmige Strukturen zu erkennen. Der gesamte wabenförmige Bereich wurde in Teilbild b eingefärbt und seine Fläche vermessen. In Relation zum Ausgangsquerschnitt der Probe ergibt sich so eine Einschnürung von 60 %.



**Abbildung 7.19** REM Aufnahmen der Bruchfläche der in Abbildung 7.16 hervorgehobenen Spannungs-Dehnungs-Kurve.



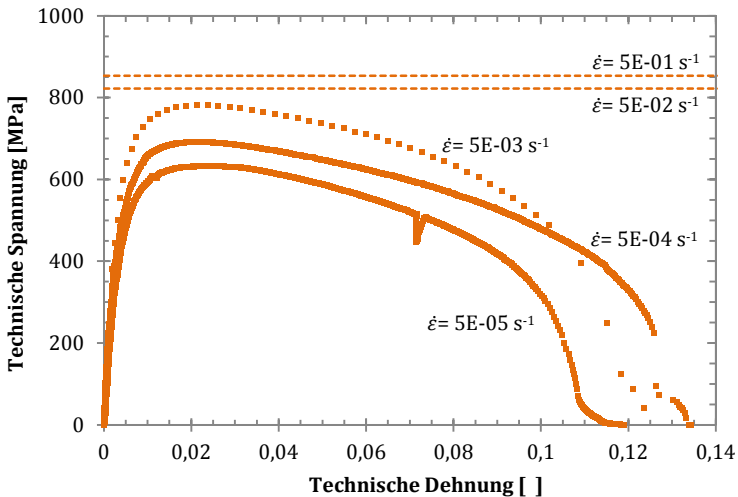
## 7.2 Zugversuche bei Dehnraten von $5E-5 \text{ s}^{-1}$ bis $5E-1 \text{ s}^{-1}$

In den in diesem Abschnitt vorgestellten Versuchsreihen wurde die Dehnrates ausgehend von  $5E-5 \text{ s}^{-1}$  sukzessive bis auf  $5E-1 \text{ s}^{-1}$  gesteigert. Begonnen wird mit den Ergebnissen des  $\mu\text{PIM}$  Material.

### 7.2.1 Mikropulverspritzgegossenes Material

Das  $\mu\text{PIM}$  Material lag bei den nachfolgend dargestellten Versuchen im gesinterten Zustand vor. In Abbildung 7.20 ist jeweils eine Spannungs-Dehnungs-Kurve jeder verwendeten Dehnrates

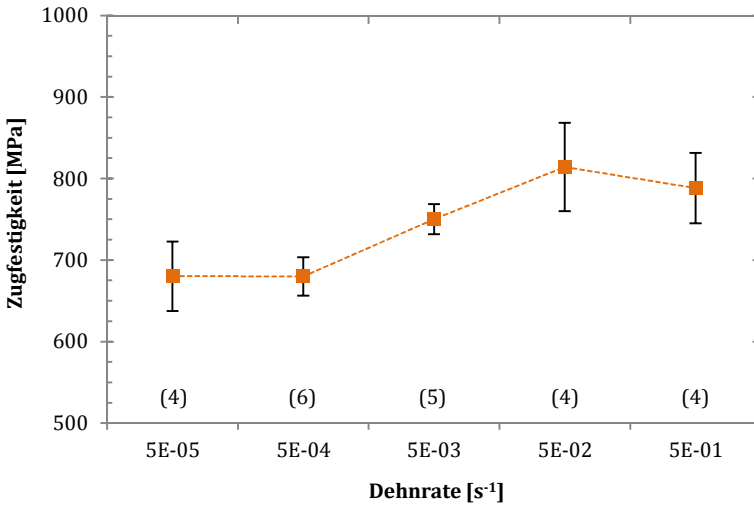
aufgetragen. Bei den zwei schnellsten Dehnraten konnten nicht mehr mit ausreichender Frequenz Bilder aufgenommen werden, daher ist hier nur die maximal gemessene Spannung des jeweiligen Versuchs eingetragen. Wie aus den Kurven ersichtlich, steigt die Zugfestigkeit mit zunehmender Dehnrates kontinuierlich an. Ein Zusammenhang von Bruchdehnung und Dehnrates kann aus den abgebildeten Spannungs-Dehnungs-Kurven nicht abgeleitet werden.



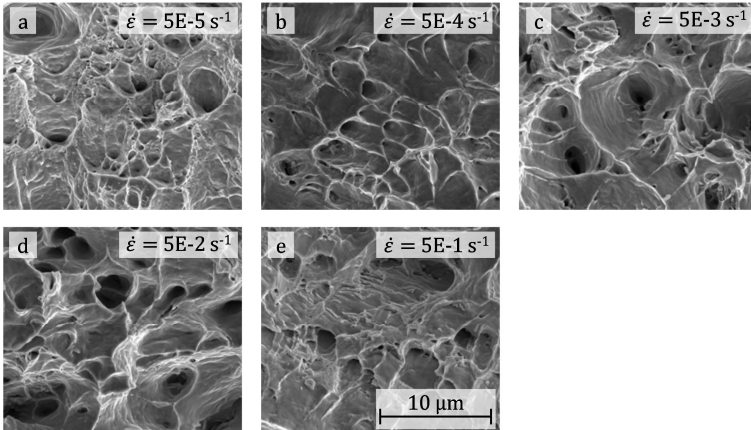
**Abbildung 7.20** Ausgewählte Spannungs-Dehnungs-Kurven bzw. Zugfestigkeiten des  $\mu\text{PIM}$  Materials im gesinterten Zustand in Abhängigkeit der Dehnrates.



In Abbildung 7.21 ist nur die Zugfestigkeit – gemittelt aus mehreren Versuchen – über der Dehnrates aufgetragen. Die eingeklammerte Zahl gibt jeweils die Anzahl der durchgeführten Versuche an. Im Mittel zeigt sich, dass die Zugfestigkeit zwischen  $5E-5 \text{ s}^{-1}$  und  $5E-4 \text{ s}^{-1}$  nahezu auf dem gleichen Niveau bleibt. Im Bereich von  $5E-4 \text{ s}^{-1}$  bis  $5E-2 \text{ s}^{-1}$  steigt die Zugfestigkeit deutlich mit der Dehnrates an. Oberhalb von  $5E-4 \text{ s}^{-1}$  nimmt sie wieder leicht ab.



**Abbildung 7.21** Gemittelte Zugfestigkeit und deren Standardabweichung in Abhängigkeit von der Dehnrate für das  $\mu$ PIM Material im gesinterten Zustand.



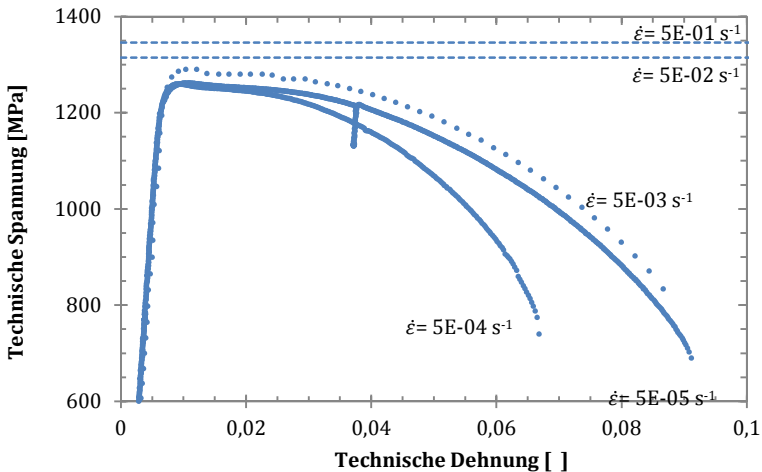
**Abbildung 7.22** Strukturierung der Bruchflächen von urgeformten  $\mu$ PIM Proben im gesinterten Zustand in Abhängigkeit der angegebenen Dehnrate.



Abbildung 7.22 zeigt jeweils eine Detailansicht einer Bruchfläche für jede Dehnrates. Wie aus den Bildern ersichtlich, bildeten sich bei allen Versuchen wabenförmige Strukturen auf der Bruchfläche aus. Die Größe der Waben ist durchweg ähnlich und scheint unabhängig von der Dehnrates zu sein.

## 7.2.2 Konventionell hergestelltes Material

Auch für die **K-EX-LG+H925** Proben sind ausgewählte Spannungs-Dehnungs-Kurven bzw. Zugfestigkeiten aller verwendeten Dehnrates in Abbildung 7.23 aufgetragen. Für die Dehnrates  $5E-5 \text{ s}^{-1}$  und  $5E-4 \text{ s}^{-1}$  liegen die Zugfestigkeiten der beiden korrespondierenden Kurven nahezu aufeinander. Bei allen schnelleren Dehnrates, steigt die Zugfestigkeit merklich mit der Dehnrates an. Auch hier scheint die Bruchdehnung nicht in einem direkten Zusammenhang mit der Dehnrates zu stehen.



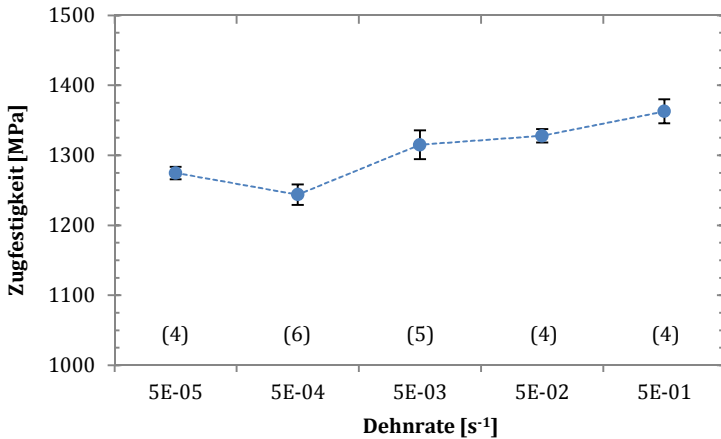
**Abbildung 7.23**



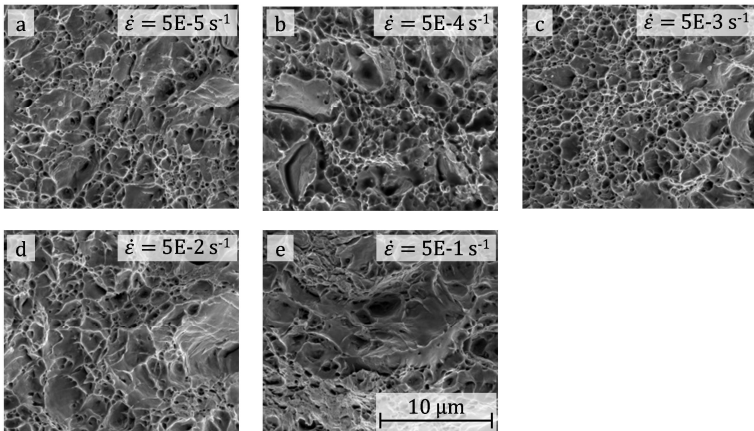
Ausgewählte Spannungs-Dehnungs-Kurven bzw. Zugfestigkeiten des konventionell hergestellten Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand in Abhängigkeit der aufgebrachtten Dehnrates.

Abbildung 7.24 stellt die gemittelten Zugfestigkeiten über der Dehnrade dar. Es zeigt sich, dass im Bereich von  $5E-4 \text{ s}^{-1}$  bis  $5E-1 \text{ s}^{-1}$  die mittlere Zugfestigkeit kontinuierlich mit der Dehnrade ansteigt. Die mittlere Zugfestigkeit bei einer Dehnrade von  $5E-5 \text{ s}^{-1}$  liegt geringfügig über der Zugfestigkeit bei einer Dehnrade von  $5E-4 \text{ s}^{-1}$ . Die zugehörigen Bruchflächen sind in Abbildung 7.25 abgebildet. Hier zeigt sich bei allen Proben eine Mischung aus Waben- und Spaltflächen. Ein eindeutiger Zusammenhang von Spaltbruchanteil und Dehnrade ist nicht ersichtlich.





**Abbildung 7.24** Gemittelte Zugfestigkeit und deren Standardabweichung in Abhängigkeit von der Dehnrate für die konventionell hergestellten Demonstratoren im ausscheidungsgehärteten Zustand.



**Abbildung 7.25** Strukturierung der Bruchflächen von Proben aus dem konventionell hergestellten Demonstrator im ausscheidungsgehärteten Zustand in Abhängigkeit der angegebenen Dehnrate.





# 8 Ergebnisse der Ermüdungsversuche

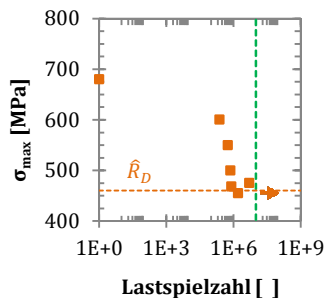
Die in diesem Kapitel vorgestellten Ergebnisse der Ermüdungsversuche wurden bei einem Spannungsverhältnis von  $R = 0,1$  durchgeführt. Um den Vergleich mit den zuvor ermittelten Werten der statischen Versuche zu erleichtern, wird im Folgenden nicht die Amplitude, sondern jeweils die maximale Spannung  $\sigma_{max}$  des Ermüdungszyklus angegeben. Als Grenzlasterzahl wurde  $N_G = 1E7$  gewählt. Alle Proben die diese Lastspielzahl ohne Bruch erreichten, werden im Folgenden als Durchläufer angesehen und mit einem pfeilförmigen Symbol gekennzeichnet.

## 8.1 Mikropulverspritzgegossenes Material

Zunächst sollen die Versuche des  $\mu$ PIM Materials betrachtet werden. Begonnen wird mit dem Material im gesinterten Zustand.

### 8.1.1 Gesinterter Zustand

Um mittels Treppenstufenverfahren die Dauerfestigkeit und deren Streuung bestimmen zu können, muss – wie in Abschnitt 5.8.2 erläutert – zunächst die Dauerfestigkeit des Werkstoffs abgeschätzt werden. Wie in Abbildung 8.1 dargestellt, wurde dafür – ausgehend von der in Abschnitt 7.1.1.1 bestimmten Zugfestigkeit – die maximale Spannung der Ermüdungszyklen



**Abbildung 8.1** Startwert für das Treppenstufenverfahren.

Zugfestigkeit – die maximale Spannung der Ermüdungszyklen

sukzessive verringert, bis die erste Probe die Grenzllastspielzahl erreichte. Für den gesuchten Schätzwert wurde nun das Spannungsniveau des ersten Durchläufers gewählt. Dementsprechend ergibt sich für das  $\mu$ PIM Material im gesinterten Zustand ein Wert von  $\hat{R}_D = 460$  MPa. Mit dem so bestimmten  $\hat{R}_D$  wurden anschließend – wie in Abschnitt 5.8.2 erläutert – das Treppenstufenverfahren durchgeführt. Tabelle 8.1 fasst die durchgeführten Versuche und deren Ergebnisse zusammen. Analog zu Abschnitt 5.8.2 wurde die mittlere Dauerfestigkeit  $\overline{R}_D$ , deren Standardabweichung  $SA$  sowie die auf 90 % und 10 % Überlebenswahrscheinlichkeit beruhenden Dauerfestigkeiten  $R_{D\ 90\%}$  und  $R_{D\ 10\%}$  bestimmt. Die bestimmten Werte sind in Tabelle 8.2 zusammengefasst. Die mittlere Dauerfestigkeit liegt bei  $\overline{R}_D = 456$  MPa. Abbildung 8.2 zeigt zusätzlich ein Wöhlerdiagramm, in dem alle durchgeführten Experimente sowie die aus dem Treppenstufenverfahren abgeleiteten Kennwerte eingetragen sind.

Versuch Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\sigma_{\max}$ [MPa]	465	x		x		x				
	460	o		o		o		x		
	455								x	
	450									o

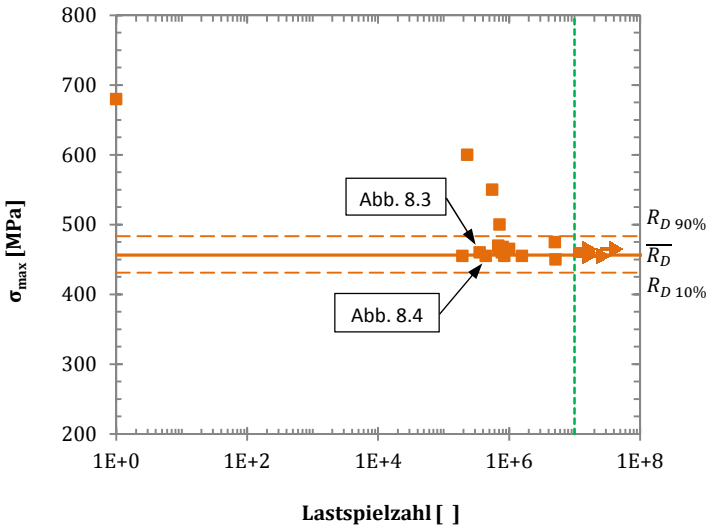
Versuch Nr.	11	12	13	14	15	16	17
$\sigma_{\max}$ [MPa]	465						
	460	x					
	455		x		x		x
	450			o		o	
							x

**Tabelle 8.1** Versuchsprotokoll des Treppenstufenverfahrens. x = gebrochen; o = kein Bruch bis 1E7 Zyklen



Probentyp	$\overline{R_D}$ [MPa]	SA [MPa]	$R_{D\ 90\%}$ [MPa]	$R_{D\ 10\%}$ [MPa]
<b><math>\mu</math>PIM-UG-S</b>	456	21	483	430

**Tabelle 8.2** Ermittelte Dauerfestigkeiten der urgeformten  $\mu$ PIM Proben im gesinteren Zustand.

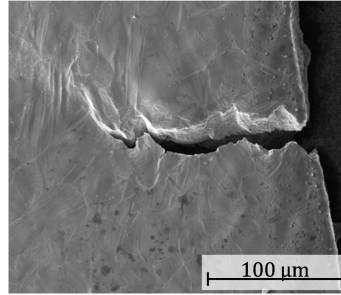


**Abbildung 8.2**

Wöhlerdiagramm des  $\mu$ PIM Materials im gesinteren Zustand bei  $R = 0,1$  mit den ermittelten Dauerfestigkeiten.

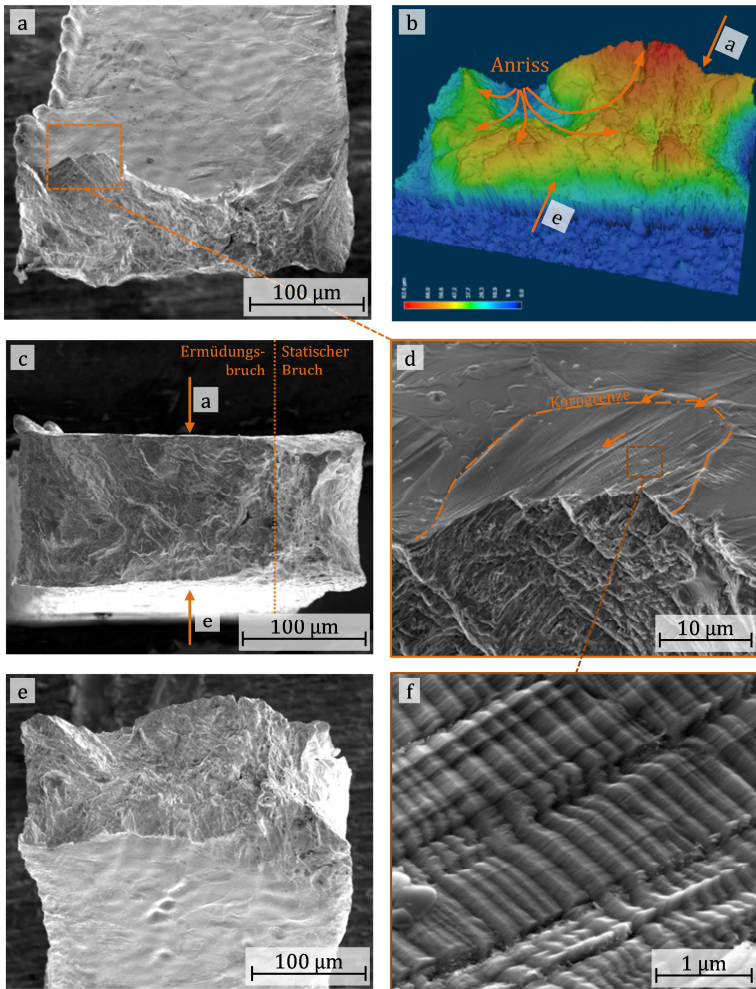


Die meisten der getesteten Proben wurden nicht vollständig durch die Ermüdungsrisse getrennt. Abbildung 8.3 zeigt beispielhaft eine solche Probe. In der Regel durchtrennte der Riss ca.  $\frac{3}{4}$  des Probenquerschnitts. Um dennoch die Bruchfläche untersuchen zu können, wurde der tragende Restquerschnitt so lange mit konstanter



**Abbildung 8.3** Ermüdungsrisse in einer  $\mu$ PIM Zugprobe.

Verfahrensgeschwindigkeit auseinandergezogen, bis die Probe vollständig getrennt wurde. Abbildung 8.4 zeigt eine solche Bruchfläche. Teilbild c zeigt zunächst eine Draufsicht, in der der Übergang vom Ermüdungsbruch in den künstlich herbeigeführten, statischen Bruch gekennzeichnet ist. In den Teilbildern a und e sind zwei Schrägansichten abgebildet. Wie aus der 3D Rekonstruktion aus Teilbild b ersichtlich, ist der tiefste Punkt der Bruchfläche, der in Teilbild d abgebildete Bereich. Von diesem Punkt aus steigt die Bruchfläche in alle Richtungen unter ca.  $45^\circ$  an. Die Probenoberfläche ist in diesem Bereich so verformt, dass die angrenzenden Körner deutlich sichtbar werden. Innerhalb des markierten Korn bildeten sich entlang der Markierungspfeile tiefe Riefen. Senkrecht dazu finden sich in der vergrößerten Ansicht f mehrere aus der Oberfläche austretende Gleitebenen. Ausgehend von dieser starken Oberflächenaufrauung scheint sich ein erster Anriss gebildet zu haben, der dann – wie schematisch in Teilbild b eingezeichnet – in alle Richtungen gleichmäßig unter  $45^\circ$  in die Probe hineingewachsen ist.



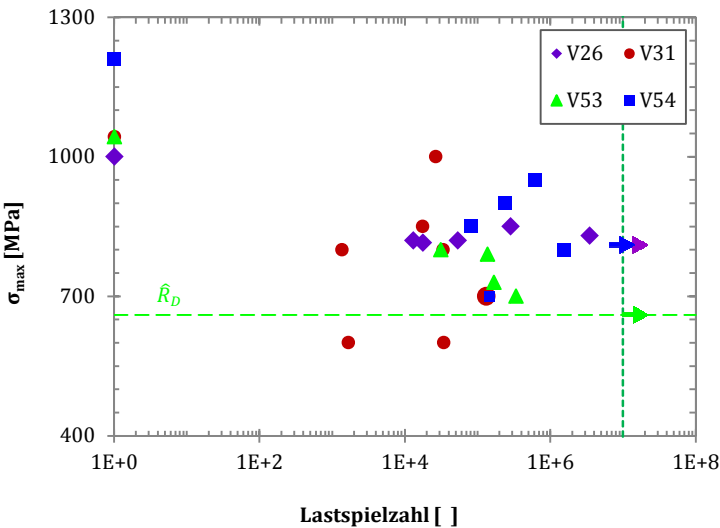
**Abbildung 8.4**



REM Aufnahmen und 3D-Profil einer ermüdeten  $\mu$ PIM Zugprobe im gesinterten Zustand. Da die Probe durch den Ermüdungsriß nicht vollständig getrennt wurde, wurde der Restquerschnitt manuell getrennt.

## 8.1.2 Ausscheidungsgehärteter Zustand

Für die Versuche am ausscheidungsgehärteten  $\mu$ PIM Material wurden extrahierte Proben aus den mikrospritzgegossenen Membranen verwendet. Wie in Abschnitt 5.2.1 erläutert, wurden von diesem Probenmaterial vier verschiedenen Chargen gefertigt. Abbildung 8.5 zeigt für alle Chargen die ersten, durchgeführten Versuche in einem Wöhlerdiagramm.



**Abbildung 8.5** Bestimmung der Startwerte für alle Chargen der ausscheidungsgehärteten  $\mu$ PIM Demonstratoren.



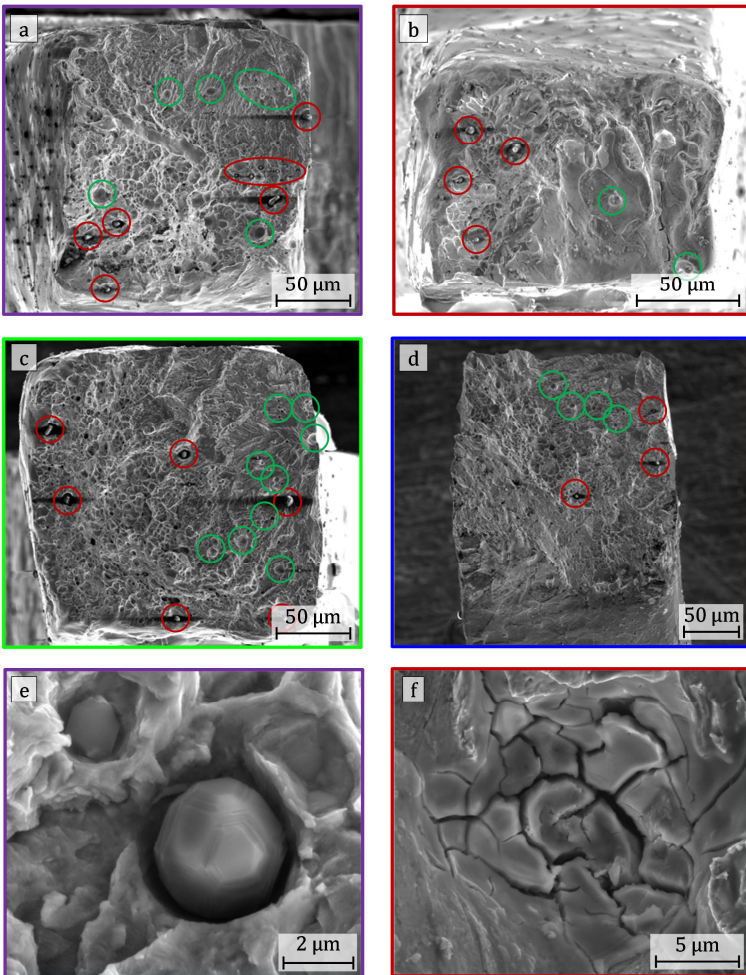
Ziel dieser Versuche war es, die Charge mit dem besten Ermüdungsverhalten zu bestimmen und den geschätzten Dauerfestigkeitswert für das Treppenstufenverfahren zu ermitteln. Charge **V31** zeigt trotz stark unterschiedlicher Maximalspannungen nur Lebensdauern im Bereich von  $1E3$  bis  $1E5$  Lastspielen. Durchläufer konnten bei dieser Charge nicht erzielt werden, weshalb kein



Startwert für das Treppenstufenverfahren ermittelt werden konnte. Folglich wurde diese Charge nicht weiter untersucht. Bei Charge V26 konnte zwar ein Durchläufer beobachtet werden, jedoch führten wiederholte Versuche – bei nahezu identischen Maximalspannungen – zu einer sehr großen Streuung in der Lebensdauer. Da außerdem nur sehr wenig Probenmaterial von dieser Charge zur Verfügung stand, wurde auch diese Charge von den weiterführenden Treppenstufenversuchen ausgeschlossen. Bei den Chargen V54 und V53 konnten in beiden Fällen Durchläufer beobachtet werden.

In Abbildung 8.6 ist zu jeder der Chargen eine repräsentative Bruchfläche abgebildet. Teilbild a zeigt zunächst eine Bruchfläche von Charge V26. Besonders auffällig sind die vielen – in Teilbild e im Detail dargestellten – kugelförmigen Ausscheidungen, die rot markiert wurden. Zusätzlich wurden die Stellen, an denen ein kugelförmiges Loch in der Bruchfläche vorhanden war, grün gekennzeichnet. Auch bei allen anderen Bruchflächen zeigten sich diese Ausscheidungen. Bei Charge V31 sind zudem noch viele Risse in der Bruchfläche zu erkennen. Teilbild f stellt diese im Detail dar.

Für die weiterführenden Versuche wurde – trotz der deutlich niedrigeren Spannung des ersten Durchläufers – die Proben der Charge V53 gewählt, da von den Chargen V26 und V54 kein weiteres Probenmaterial mehr zur Verfügung stand. Tabelle 8.3 zeigt das durchgeführte Treppenstufenverfahren an den ausgewählten  $\mu$ PIM-EX-S+H1025 Proben. Insgesamt konnten mit diesem Probenotyp nur 10 Versuche durchgeführt werden, da auch hier das Probenmaterial stark limitiert war. Tabelle 8.4 fasst die aus dem Treppenstufenverfahren abgeleiteten Werte zusammen. In Abbildung 8.7 sind alle Ermüdungsversuche dieses Probenotyps – sowie die errechneten Werte – in ein Wöhlerdiagramm eingetragen. Die gesuchte, mittlere Dauerfestigkeit beträgt  $\overline{R_D} = 667$  MPa.



**Abbildung 8.6** Beispielhafte Bruchflächen aller Chargen der ausscheidungsgehärteten  $\mu$ PIM Demonstratoren.

- a) Ermüdungsbruchfläche aus Charge V26
- b) Ermüdungsbruchfläche aus Charge V31
- c) Ermüdungsbruchfläche aus Charge V53
- d) Ermüdungsbruchfläche aus Charge V54
- e) Detailansicht von Teilbild a
- f) Detailansicht von Teilbild b

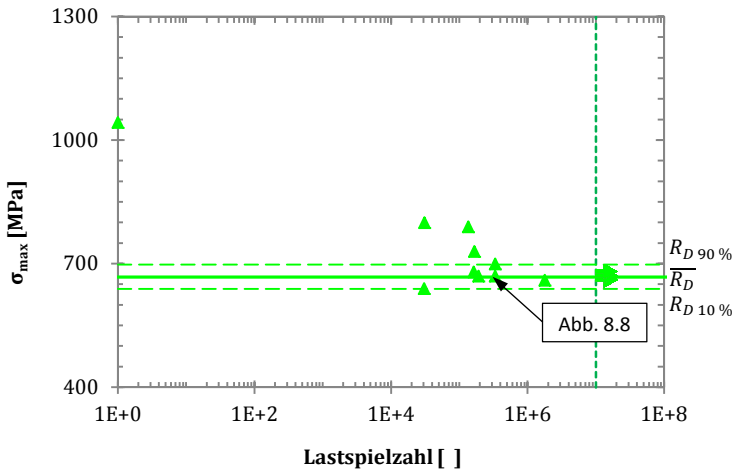
Versuch Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\sigma_{\max}$ [MPa]	680						x			
	670			x		o		x		o
	660	x		o	o				o	
	650		o							

**Tabelle 8.3** Versuchsprotokoll des Treppenstufenverfahrens.  
x = gebrochen; o = kein Bruch bis 1E7 Zyklen



Probentyp	$\bar{R}_D$ [MPa]	SA [MPa]	$R_{D 90\%}$ [MPa]	$R_{D 10\%}$ [MPa]
<b><math>\mu\text{PIM-EX-S+H1025}</math></b>	667	23	697	638

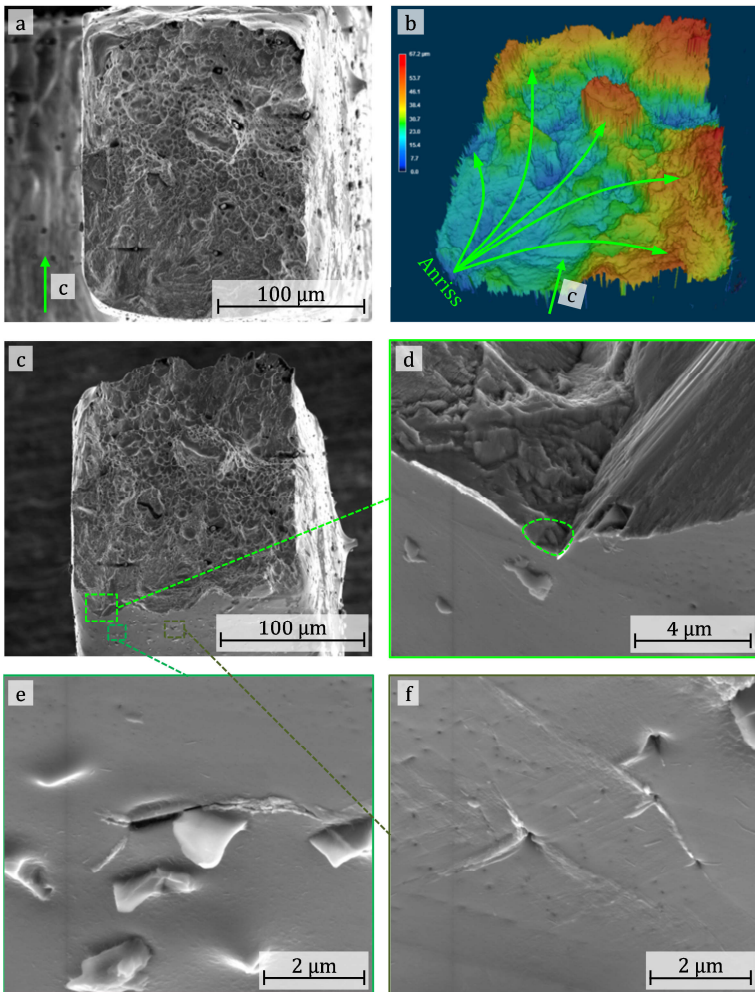
**Tabelle 8.4** Ermittelte Dauerfestigkeiten der Proben aus den ausscheidungsgehärteten  $\mu\text{PIM}$  Demonstratoren von Charge V53.



**Abbildung 8.7** Wöhlerdiagramm der Proben aus den ausscheidungsgehärteten  $\mu\text{PIM}$  Demonstratoren aus Charge V53 bei  $R = 0,1$ . Zusätzlich wurden die bestimmten Dauerfestigkeiten eingetragen.



In Abbildung 8.8 sind REM Aufnahmen und eine 3D Rekonstruktion der Bruchfläche des in Abbildung 8.7 markierten Versuchs dargestellt. Teilbild a bildet die Draufsicht auf die Bruchfläche ab. Teilbild b zeigt die zugehörige 3D Rekonstruktion. Teilbild c eine Schrägansicht der Bruchfläche. In allen drei Ansichten zeigt sich, dass ausgehend von der linken unteren Ecke die Bruchfläche immer rauer wird. Die Detailansicht dieser Stelle zeigt Teilbild d. Am Übergang von Ober- zu Bruchfläche finden sich an dieser Stelle zwei scharfe Kanten, die in einer Ecke münden. Die Teilbilder e und f zeigen weitere Detailansichten der umliegenden Oberfläche. Hier haben sich mehrere Risse ausgehend von Teilchen und Poren an der Oberfläche gebildet. Vermutlich befand sich an der markierten Stelle in Teilbild d ebenfalls ein Teilchen oder eine Pore, an der sich ein Anriss bildete, der dann – wie schematisch in Teilbild b – eingezeichnet, in die Probe hinein gewachsen ist.

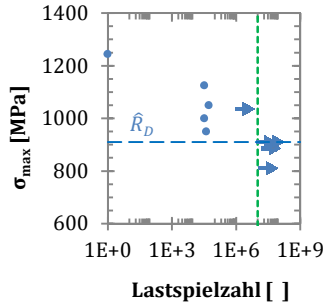


**Abbildung 8.8** REM Aufnahmen und 3D-Profil einer ermüdeten Probe aus den ausscheidungsgehärteten  $\mu$ PIM Demonstratoren.



## 8.2 Konventionell hergestelltes Material

Abbildung 8.9 zeigt die Ermüdungsversuche, die zur Bestimmung der geschätzten Dauerfestigkeit des konventionell hergestellten Materials durchgeführt wurden. Für  $\hat{R}_D$  wurden 900 MPa gewählt. Für das Treppenstufenverfahren wurden 17 Proben verwendet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 8.5 zusammengefasst. Die aus dem Treppenstufenverfahren abgeleiteten Kennwerte sind in Tabelle 8.6 aufgelistet. Die gesuchte, mittlere Dauerfestigkeit liegt bei  $\overline{R}_D = 896$  MPa. Abbildung 8.10 zeigt die ermittelte Wöhlerkurve, in der die abgeleiteten Kennwerte ebenfalls eingetragen sind.



**Abbildung 8.9** Bestimmung des Startwertes für das Treppenstufenverfahren.

Versuch Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\sigma_{\max}$ [MPa]	900	x			x					
	890		x	o		x				o
	880			o			x		o	
	870							o		

Versuch Nr.	11	12	13	14	15	16	17
$\sigma_{\max}$ [MPa]	900	x		x		x	o
	890		o	o		o	
	880						
	870						

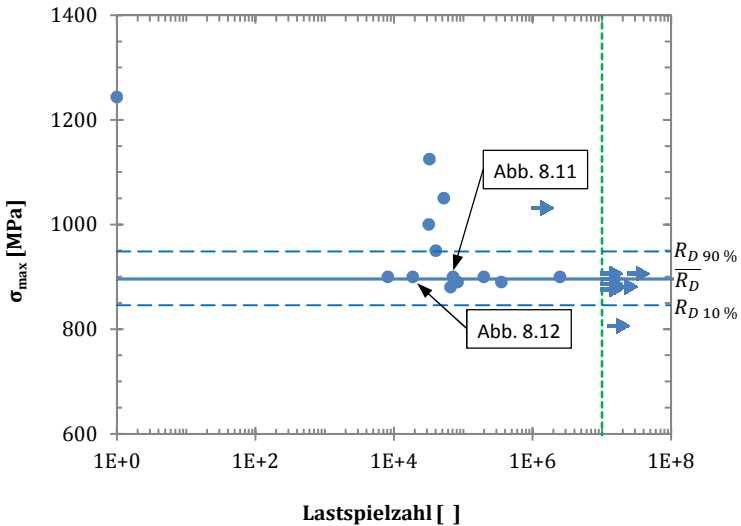
**Tabelle 8.5**

Versuchsprotokoll des Treppenstufenverfahrens.  
x = gebrochen; o = kein Bruch bis 1E7 Zyklen



Probentyp	$\overline{R_D}$ [MPa]	SA [MPa]	$R_{D 90\%}$ [MPa]	$R_{D 10\%}$ [MPa]
<b>K-EX-LG+H925</b>	896	40	948	846

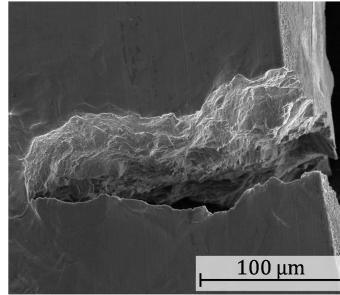
**Tabelle 8.6** Ermittelte Dauerfestigkeiten der Proben aus dem konventionell hergestellten Demonstrator im ausscheidungsgehärteten Zustand.



**Abbildung 8.10** Wöhlerdiagramm des konventionell hergestellten Materials im ausscheidungsgehärteten Zustand bei  $R = 0,1$ . Zusätzlich wurden die bestimmten Dauerfestigkeiten eingetragen.



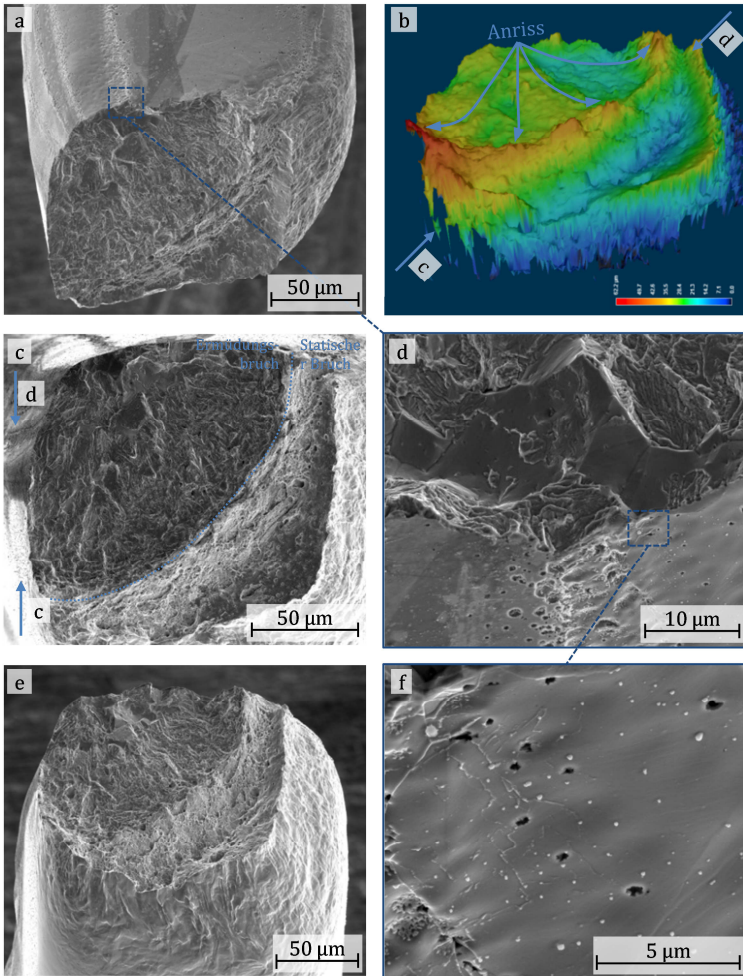
Auch bei diesen Versuchen wurden die Proben in der Regel nicht vollständig durch den Ermüdungsriss getrennt. Abbildung 8.11 zeigt eine solche Probe. In diesem Falle wurde der Restquerschnitt durch ein geregeltes Auseinanderziehen der Probe getrennt. Abbildung 8.12 zeigt



**Abbildung 8.11** Angerissene Probe vom Typ K-EX-LG+H925.

eine solche Bruchfläche. In Teilbild c ist die Draufsicht dargestellt. Teilbild a und e zeigen die zugehörigen Schrägansichten. Auch hier wurde auf der Bruchfläche die Grenze zwischen dem Ermüdungsbruch und dem herbeigeführten Restbruch eingezeichnet. In der Draufsicht wird deutlich, dass im Vergleich zur restlichen Ermüdungsbruchfläche in der linken oberen Ecke der Probe deutlich glattere Strukturen vorhanden sind. Teilbild d und f zeigen Vergrößerungen aus diesem Bereich. An dem Übergang von der Probenoberfläche zu der hier noch glatt wirkenden Bruchfläche finden sich einige Poren in der Werkstoffoberfläche. Ausgehend von diesen Poren hat sich vermutlich der Ermüdungsriss gebildet und ist – wie schematisch in Teilbild b dargestellt – in die Probe hineingewachsen.





**Abbildung 8.12** REM Aufnahmen und 3D-Profil einer ermüdeten Probe aus den ausscheidungsgehärteten, konventionell hergestellten Demonstratoren.





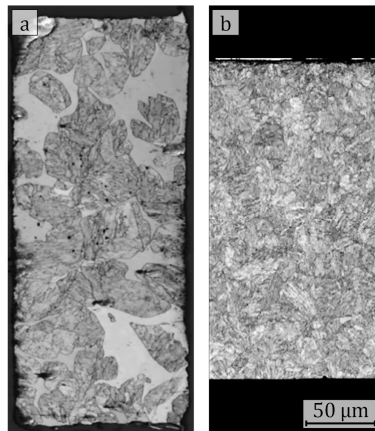
## 9 Diskussion

In diesem Kapitel sollen die zuvor vorgestellten Ergebnisse diskutiert und mit den in Kapitel 3 vorgestellten Literaturwerten verglichen werden. Begonnen wird mit der Mikrostruktur der verschiedenen Probenmaterialien. Dabei sollen vorrangig die aufgezogenen Phasen und Ausscheidungen identifiziert werden. Darauf aufbauend folgt die Diskussion der Zug- und Ermüdungsversuche.

### 9.1 Diskussion der Mikrostruktur

Abbildung 9.1 zeigt einen Vergleich der Mikrostruktur des  $\mu$ PIM Materials im gesinterten mit dem konventionell hergestellten Material im ausscheidungsgehärteten Zustand. Aus den Bandkontrastkarten wird deutlich, dass die beiden Materialien eine sehr unterschiedliche Mikrostruktur aufweisen.

Da es sich bei beiden Materialien um den gleichen Stahl handelt, sind die unterschiedlichen Gefügeausbildungen vermutlich nur auf die unterschiedlichen Wärmebehandlungen zurückzuführen. Daher sollen zunächst die beiden Verfahren miteinander verglichen werden.



**Abbildung 9.1** Vergleich der Mikrostruktur des  $\mu$ PIM Materials im gesinterten Zustand mit dem konventionell hergestellten Material im ausscheidungsgehärteten Zustand.

### 9.1.1 Vergleich der Wärmebehandlungen

Sowohl am  $\mu$ PIM-, als auch am konventionell hergestellten Material wurden jeweils eine Hochtemperatur-Wärmebehandlung und eine Auslagerung durchgeführt. Im Falle des  $\mu$ PIM Materials entspricht der in Abbildung 5.2 beschriebene Sinterprozess der Hochtemperaturbehandlung. Die durchgeführten Auslagerungen sind in Abschnitt 5.4.2 dokumentiert. Das konventionell hergestellte Material war im Anlieferungszustand bereits lösungsgeglüht und ausgelagert. Die bekannten Parameter dieser Prozesse sind in Abschnitt 5.2.2 dokumentiert.

Tabelle 9.1 vergleicht jeweils die Wärmebehandlungen der beiden Materialtypen. Es zeigt sich, dass besonders die Hochtemperatur-Wärmebehandlungen sehr unterschiedlich sind, da sowohl die Haltetemperaturen, als auch die Abkühlbedingungen deutliche voneinander abweichen. Dagegen sind die Prozessführungen der Auslagerungen recht ähnlich und unterscheiden sich nur geringfügig in der Haltetemperatur.

Im Anschluss sollen nun die einzelnen Phasen der jeweiligen Mikrostrukturen identifiziert werden. Dazu wird die Gefügeentwicklung während der Wärmebehandlung rekonstruiert. Beim  $\mu$ PIM Material ist sowohl hochtemperatur-behandeltes Probenmaterial, als auch Material, das beiden Wärmebehandlungen unterzogen wurde, vorhanden. Demnach wird hier zunächst nur der Einfluss der Hochtemperaturbehandlung auf das Gefüge betrachtet. Im Anschluss wird dann der Einfluss der Auslagerung analysiert. Beim konventionell hergestellten Material kann diese Unterscheidung nicht getroffen werden, da nur lösungsgeglühtes und ausgelagertes Probenmaterial vorhanden war. Demnach wird hier die Wärmebehandlung als Gesamtprozess betrachtet.

	$\mu$ PIM Material	Konventionelles Material	
Hochtemperatur-Wärmebehandlung	Halte- temperatur	1310° C	1070° C
	Haltezeit	ca. 2 h	unbekannt
	Abkühl- bedingungen	Abkühlung im Ofen bis auf 200°C bei einer konstanten Abkühlrate von 15° C s <sup>-1</sup> (Dauer 1 ¼ h)	Abkühlung an Luft bis auf Raumtemperatur
		Anschließend Luftabkühlung bis auf Raumtemperatur	
	Probentyp	$\mu$ PIM-UG-S	-
Auslagerung	Halte- temperatur	550° C	495° C
	Haltezeit	4 h	4 h
	Abkühl- bedingungen	Abkühlung im Ofen bis auf 100°C bei einer konstanten Abkühlrate von 0,64° C s <sup>-1</sup> (Dauer 2 h)	Langsame Abkühlung
		anschließend Luftabkühlung bis auf Raumtemperatur	
	Probentyp	$\mu$ PIM-UG-S+H1025 $\mu$ PIM-EX-S+H1025	K-EX-LG+H925

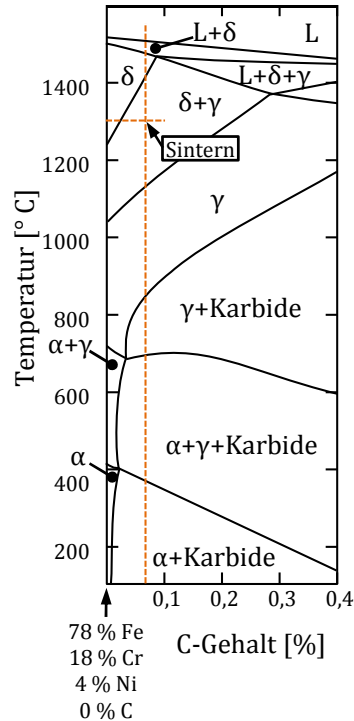
**Tabelle 9.1** Vergleich der Wärmebehandlungen des  $\mu$ PIM Materials mit dem konventionell hergestellten Material.

## 9.1.2 Gefügeentwicklung im $\mu$ PIM Material

### 9.1.2.1 Gefügestruktur nach dem Sinterprozess

Ausschlaggebend für die Gefügeentwicklung während des Sinterns sind die Halte-temperatur, die Haltezeit und die Abkühlbedingungen. Die Haltetemperatur betrug gemäß Tabelle 9.1  $1310^\circ\text{C}$ . Abbildung 9.2 zeigt einen Ausschnitt des in Kapitel 3.1 vorgestellten, Pseudo-binären Phasendiagramms eines Fe-18 % Cr-4 % Ni-C Systems. Wie aus dem Diagramm ersichtlich, stellt sich während des Haltesegments ein zwei-phasiges Gefüge aus  $\delta$ -Ferrit und Austenit ( $\gamma$ ) ein. Im Anschluss an das Haltesegment erfolgte – innerhalb von 1,5 h – eine Abkühlung auf  $200^\circ\text{C}$  im Sinterofen. Danach wurde das Material an Luft bis auf Raumtemperatur abgekühlt. Die relativ langsame Abkühlung suggeriert zunächst, dass

es zu einer gleichgewichtsnahen Umwandlung des Gefüges kommt. Demnach sollte sich bei Raumtemperatur ein Gefüge aus Ferrit und Karbiden eingestellt haben. Dementsprechend zeigt auch die aus den EBSD-Daten errechnete Phasenkarte aus Abbildung 9.3 d ein rein ferritisches Gefüge. Im Gegensatz dazu finden sich aber in mehreren TEM-Aufnahme des  $\mu$ PIM Materials – wie

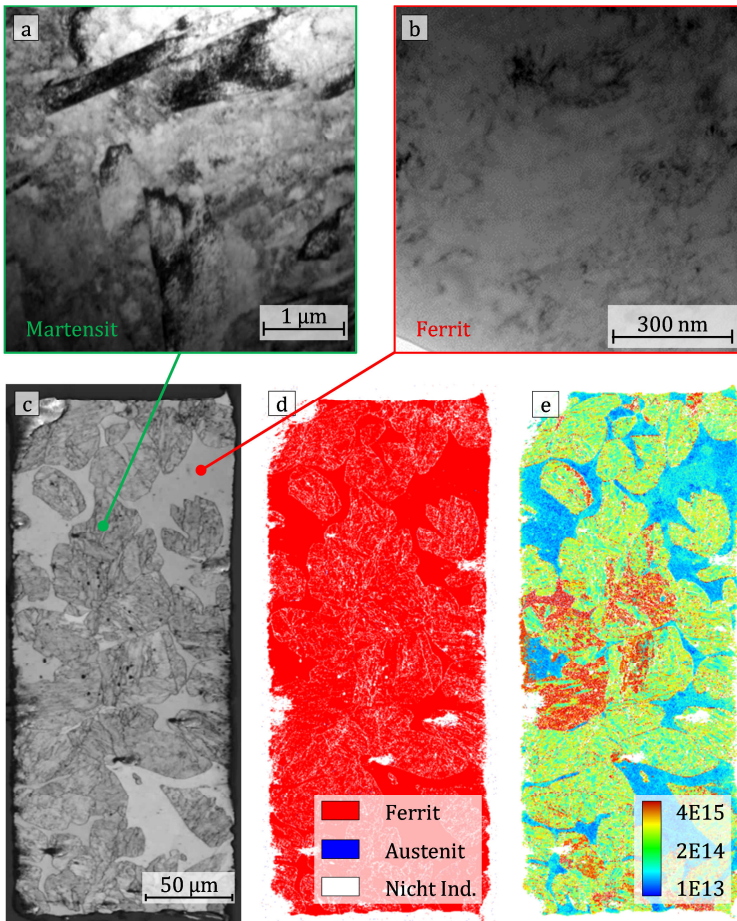


**Abbildung 9.2** Position der maximalen Sintertemperatur im Pseudo-binären Phasendiagramm Fe-18 % Cr-4 % Ni-C. Neu erstellt nach [49].

beispielsweise in Abbildung 9.3 a dargestellt – lattenförmige Strukturen, die den TEM Aufnahmen von martensitischen 17-4PH Strukturen aus Abbildung 3.3 b und c sehr ähnlich sind. Demnach ist zu vermuten, dass es sich hierbei ebenfalls um Martensit handelt. Die Existenz einer martensitischen Phase würde aber sowohl in Diskrepanz zur Phasenkarte, als auch zu der relativ langsamen Abkühlgeschwindigkeit stehen.

In Bezug auf die Phasenkarte ist jedoch anzumerken, dass die EBSD-Software nur Austenit oder Ferrit als Phase bestimmen kann. Martensit kann dagegen nicht bestimmt werden. Wird ein martensitisches Gefüge gemessen, zeigt die Phasenkarte die Phase an, deren Beugungsbild dem des gemessenen Martensits am ähnlichsten ist. Wie in Kapitel 3.1 beschrieben, ist nach Wu und Lin [32] die Gitterstruktur des Martensits in 17-4PH nahezu unverzerrt. Folglich müsste diese Struktur sehr nahe an der einer kubisch raumzentrierten Ferritzelle liegen. Dazu passend geben auch Schreiber und Engell [150] an, dass sich bei Chrom- und Nickelhaltigen Stählen in der Regel ein kubisch raumzentrierter Martensit bildet. Demnach ist zu vermuten, dass die Phasenkarte martensitische Bereiche als Ferrit anzeigt und somit nicht zwischen Ferrit und Martensit unterscheiden kann.

Bezüglich der Abkühlgeschwindigkeit wurde beispielsweise in der Arbeit von Hsiao et al. [59] beobachtet, dass in 17-4PH auch bei langsamen Abkühlraten noch immer eine Martensitumwandlung stattfindet. Allerdings betrug ihre langsamste Abkühlrate  $10^{\circ} \text{C s}^{-1}$ , während die Abkühlrate nach dem Sinterprozess ca.  $0,21^{\circ} \text{C s}^{-1}$  beträgt und somit nochmals um fast zwei Größenordnungen geringer ist.



**Abbildung 9.3** Mikrostruktur des  $\mu$ PIM Materials im gesinterten Zustand.

- a) TEM Aufnahme eines martensitischen Bereichs
- b) TEM Aufnahme eines ferritischen Bereichs
- c) EBSD-Bandkontrastkarte
- d) EBSD-Phasenkarte
- e) EBSD-Versetzungsdichtekarte



Matlack et al. [65] geben sogar an, dass es sich bei 17-4PH um einen *selbstabschreckenden* Stahl handelt, bei dem sich – unabhängig von der Abkühlrate – der vorhandene Austenit immer in Martensit wandelt. Allerdings ist in ihrer Arbeit weder eine Quelle noch eine Erläuterung für diese These zu finden. Jedoch ist bekannt, dass sowohl Chrom, als auch Nickel die kritische Abkühlgeschwindigkeit der Martensitumwandlung herabsetzen [151]. Laut Schäfer und Brearly [152] führt dies dazu, dass bei Stählen mit hohen Chromgehalten die Austenit-Martensit-Transformation auch ohne nennenswerte Abschreckung erfolgt. Demnach kann davon ausgegangen werden, dass bei dem hier verwendeten mikrospritzgegossenem Material eine diffusionslose Austenit-Martensit-Transformation stattgefunden hat, bei der die lattenförmigen Strukturen aus Abbildung 9.3 a entstanden sind.

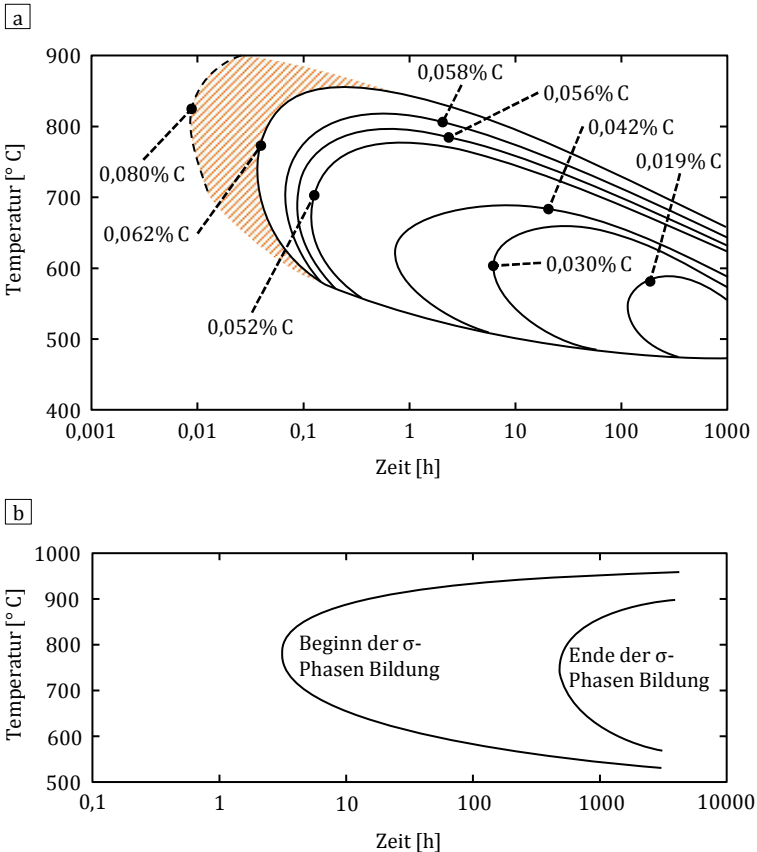
Die zweite Struktur, die mehrfach in den TEM-Aufnahmen des  $\mu$ PIM Materials beobachtet wurde, ist in Abbildung 9.3 b dargestellt. Hier ist – bis auf einige Kontraste, die vermutlich durch Spannungsfelder hervorgerufen wurden – nahezu keine Struktur auszumachen. Ein ähnliches Bild zeigt sich auch in den  $\delta$ -Ferrit Bereichen der TEM-Aufnahme von Murayama et al. [43] aus Abbildung 3.3 f. Demnach ist zu vermuten, dass es sich bei dieser Struktur ebenfalls um eine ferritische Phase handelt. In Teilbild c ist zusätzlich die EBSD-Bandkontrastkarte abgebildet. Vergleicht man die Struktur der beiden TEM-Aufnahmen mit der Struktur der zwei unterschiedlich erscheinenden Phasen in der Bandkontrastkarte, so lässt sich vermuten, dass die dunkler wirkende Phase aus der martensitischen Mikrostruktur besteht, während die heller wirkende Phase die ferritische Mikrostruktur besitzt. In Teilbild e findet sich eine – aus der Missorientierung berechnete – Versetzungsdichtekarte. Hier zeigt sich, dass die Versetzungsdichte in den als martensitisch angesehenen Bereichen höher ist, als in den ferritischen Bereichen. Da die Martensitumwandlung eine Verzerrung des Gitters und somit auch eine höhere Missorientierung hervorruft, spricht auch diese Darstellung für die angenom-

mene Phasendeutung. Demnach ist davon auszugehen, dass ein zweiphasiges Gefüge aus Martensit und Ferrit vorliegt. Allerdings ist unklar, ob die Abkühlung so schnell erfolgte, dass es sich bei der ferritischen Phase noch um „eingefrorenen“  $\delta$ -Ferrit handelt oder ob ausgehend vom  $\delta+\gamma$  Gebiet zunächst noch eine gleichgewichtsnahe Umwandlung bis in das Dreiphasengebiet  $\alpha+\gamma$ +Karbide stattgefunden hat. Aufgrund der mit der Temperatur ansteigenden Diffusionsgeschwindigkeit von Kohlenstoff in Eisen [153], ist jedoch eher von einer anfänglich gleichgewichtsnahen Abkühlung auszugehen. Für die mechanischen Eigenschaften spielt die Entstehung des Ferrits zwar nur eine untergeordnete Rolle, jedoch muss im Falle einer gleichgewichtsnahen Abkühlung mit unerwünschten Karbiden und intermetallische Phasen im Material gerechnet werden. Diese könnten sowohl die mechanischen, als auch die korrosiven Eigenschaften drastisch verschlechtern.

In rostfreien Edelstählen bilden sich vorrangig Chromkarbide, die sich in einem Temperaturbereich von  $450^{\circ}\text{C}$  bis  $900^{\circ}\text{C}$  – vorzugsweise entlang von Korngrenzen – ausscheiden [42]. Dadurch kommt es in der Umgebung der Karbide zu einer Chromverarmung und somit zu einer geringeren Korrosionsbeständigkeit. In korrosiver Umgebung kann dies zu einem Materialversagen durch interkristalline Korrosion führen [42], [154]. Abbildung 9.4 a zeigt am Beispiel eines isothermen ZTU-Diagramms eines rostfreien Stahls mit 18 % Cr und 9 % Ni, dass die Chromkarbidbildung – bei einem dem 17-4PH entsprechenden Kohlenstoffgehalt von 0,07 % – schon in einem Zeitbereich von wenigen Sekunden bis hin zu wenigen Minuten einsetzt.

Neben der Chromkarbidbildung neigen hochlegierte Chromstähle auch zur  $\sigma$ -Phasenbildung. Die  $\sigma$ -Phase ist eine spröde intermetallische Verbindung aus Eisen und Chrom [155], die die Duktilität des Materials deutlich verringert [156]. Sie basiert auf einem tetragonal raumzentrierten Gitter und scheidet sich bei Tempera-

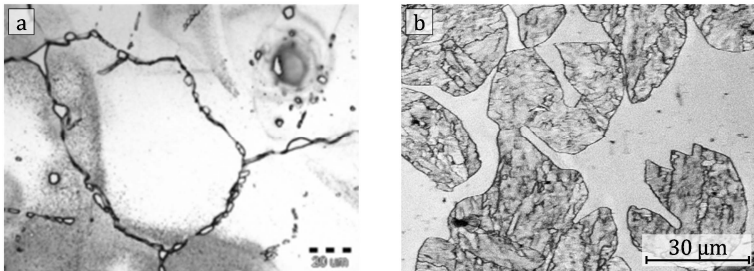
turen zwischen 600° C und 1000° C aus [157]–[160]. Abbildung 9.4 b zeigt ein Isothermes ZTU-Diagramm, das die Bildung der  $\sigma$ -Phase in einem Edelstahl mit 19 % Chrom und 9 % Nickel beschreibt.



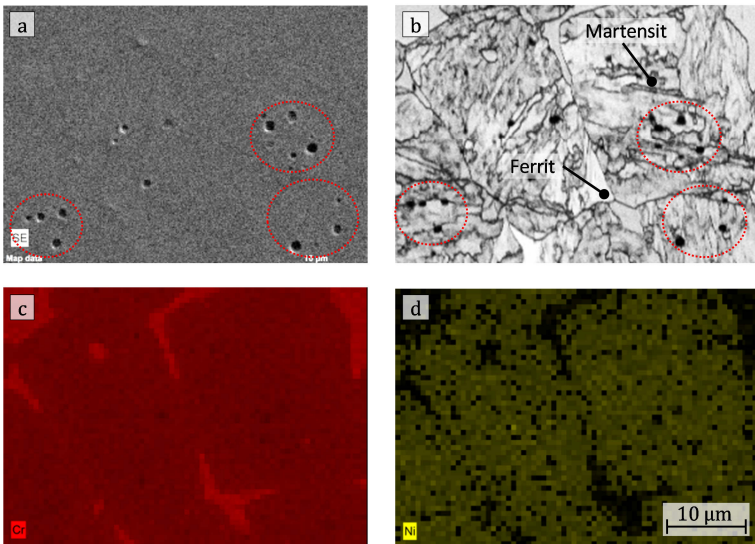
**Abbildung 9.4** a) Isothermes ZTU-Diagramm für die Ausscheidung von Chromkarbiden in nichtrostende Stähle mit 18% C und 9% Ni. Neu erstellt nach [42], [161].  
 b) Isothermes ZTU-Diagramm für die  $\sigma$ -Phasen Bildung in einem Edelstahl mit 19 % Chrom und 9 % Nickel. Neu erstellt nach [157], [162].

Aus dem Diagramm ist ersichtlich, dass der Beginn der  $\sigma$ -Phasenbildung erst nach Expositionszeiten von 5 bis 10 Stunden einsetzt. Demnach ist davon auszugehen, dass sich aufgrund der gegebenen Abkühlbedingungen keine  $\sigma$ -Phase im Gefüge ausgebildet hat. Dafür spricht auch, dass die in Abschnitt 7.1.1 vorgestellten Ergebnisse der Zugversuche ein sehr duktilen Verhalten zeigten und sich auf den zugehörigen Bruchflächen keinerlei spröde Bruchanteile zeigten. Daher sollen im Folgenden das Gefüge des  $\mu$ PIM Materials nur auf eventuell vorhandene Chromkarbide überprüft werden.

Abbildung 9.5 a zeigt ein Beispiel für solche Karbidketten entlang der Korngrenze eines rostfreien Edelstahls [163]. In Teilbild b ist nochmals ein Ausschnitt der Mikrostruktur des  $\mu$ PIM Materials im gesinterten Zustand gezeigt. Hier sind jedoch keine Karbide im Bereich der Korngrenzen zu erkennen. Allerdings zeigt die in Abbildung 9.6 dargestellte Elementverteilungskarte des Chroms schmale Stege, in denen ein erhöhter Chromgehalt gemessen wurde. Da Chromkarbide im Vergleich zum Restgefüge einen deutlich höheren Chromgehalt aufweisen, könnte eine Aufreihung solcher Karbide dieses Muster in der Verteilungskarte hervorrufen haben. Da es sich aber bei der in Teilbild a dargestellten, REM-Aufnahme des EDX-Messbereichs um einen ungeätzten Schliff handelt, können diese Seigerungen zunächst nicht mit der Mikrostruktur verknüpft werden. Allerdings konnte anhand der Verteilungsmuster der rot markierten Ausscheidungen, der zugehörige Ausschnitt der EBSD-Bandkontrastkarte ermittelt werden (Teilbild b). Im Vergleich mit der Chromverteilungskarte zeigt sich, dass die Chromanreicherungen mit den ferritischen Gefügebereichen korrespondieren. Chromkarbidketten sind innerhalb der angereicherten Zonen aber nicht zu erkennen.

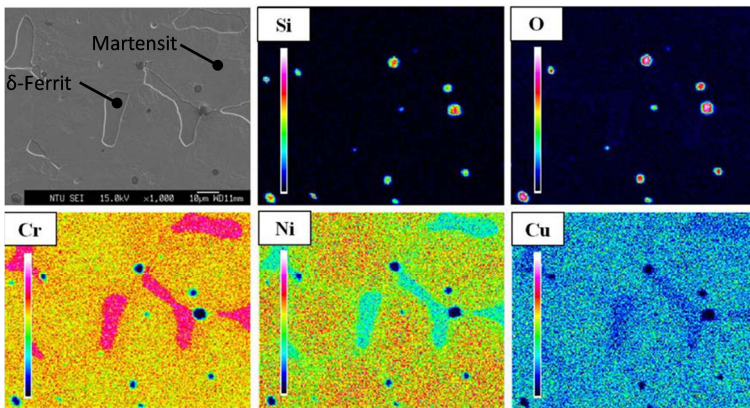


**Abbildung 9.5** a) Chromkarbide entlang der Korngrenze eines nichtrostenden Stahls [163].  
b) Ausschnitt der EBSD Bandkontrastkarte des  $\mu$ PIM Materials im gesinterten Zustand.



**Abbildung 9.6** Verknüpfung der EDX-Messergebnisse mit der EBSD-Bandkontrastkarte.  
a) REM-Aufnahme der EDX-Messstelle  
b) EBSD-Bandkontrastkarte der EDX-Messstelle  
c) Elementverteilungskarte Chrom  
d) Elementverteilungskarte Nickel

Wu et al. [81] führten ebenfalls Elementverteilungsmessungen an mikrospritzgegossenem 17-4PH durch. Wie aus Abbildung 9.7 ersichtlich, zeigte sich auch bei Ihnen eine Chromanreicherung in den ferritischen Bereichen. Da sich Ihr Material aber im lösungsgeglühten – und somit karbidfreien – Zustand befand, ist davon auszugehen, dass diese Chromanreicherungen nicht durch Karbidbildungen hervorgerufen wurden. Vielmehr führen Wu et al. [81] dieses Verhalten auf die ferritstabilisierende Wirkung von Chrom zurück, das bei den hohen Temperaturen des Lösungsglühens in die ferritischen Bereiche diffundiert. Dafür spricht auch, dass sie in den martensitischen Bereichen höhere Konzentrationen des austenitstabilisierenden Nickels gemessen haben.



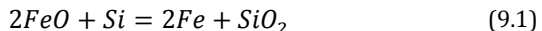
**Abbildung 9.7** Elementverteilungskarten für Chrom und Nickel in einem mikrospritzgegossenem 17-4PH im lösungsgeglühten und ausgelagerten (H900) Zustand nach Wu et al. [81].

Da sich dieses Verhalten – gemäß Abbildung 9.6 – auch in den EDX-Messungen dieser Arbeit zeigte, wird ein Zusammenhang zwischen den gemessenen Chromseigerungen und einer möglichen Chromkarbidbildung ausgeschlossen. Dementsprechend konnten anhand der durchgeführten Mikrostrukturuntersuchungen keine Indizien für die Bildung von Chromkarbiden gefunden

werden. Ein möglicher Grund für die ausbleibende Karbidbildung ist, dass sich der Kohlenstoffgehalt während des Sinterns verringern kann. So kann nach Wu et al. [76] sowohl während dem Entbindern als auch während dem eigentlichen Sintervorgang der Kohlenstoff mit den jeweiligen Sinteratmosphären in Reaktion treten. Gemäß Abbildung 5.2 wurde der eigentliche Sinterprozess in einer Wasserstoffatmosphäre durchgeführt. Wasserstoff kann bei hohen Temperaturen mit dem Kohlenstoff zu Methan reagieren [164], wodurch der Stahl entkohlt wird [164]. Da der Beginn der Chromkarbidbildung gemäß Abbildung 9.4 a stark vom Kohlenstoffgehalt abhängt, ist zu vermuten, dass eine solche Entkohlung den Beginn der Karbidbildung stark verzögern kann.

Als letzter Schritt der Gefügeanalyse sollen noch die in Abschnitt 6.1 beschriebenen, dunkel erscheinende Ausscheidungen identifiziert werden. Aufgrund der in Abbildung 6.4 dargestellten Ergebnisse der EDX-Messung ist zu vermuten, dass es sich bei diesen Ausscheidungen um eine Silizium-Oxid-Verbindung handelt. Daher soll im Folgenden diskutiert werden, ob Silizium-Oxid-Einschlüsse in 17-4PH möglich sind.

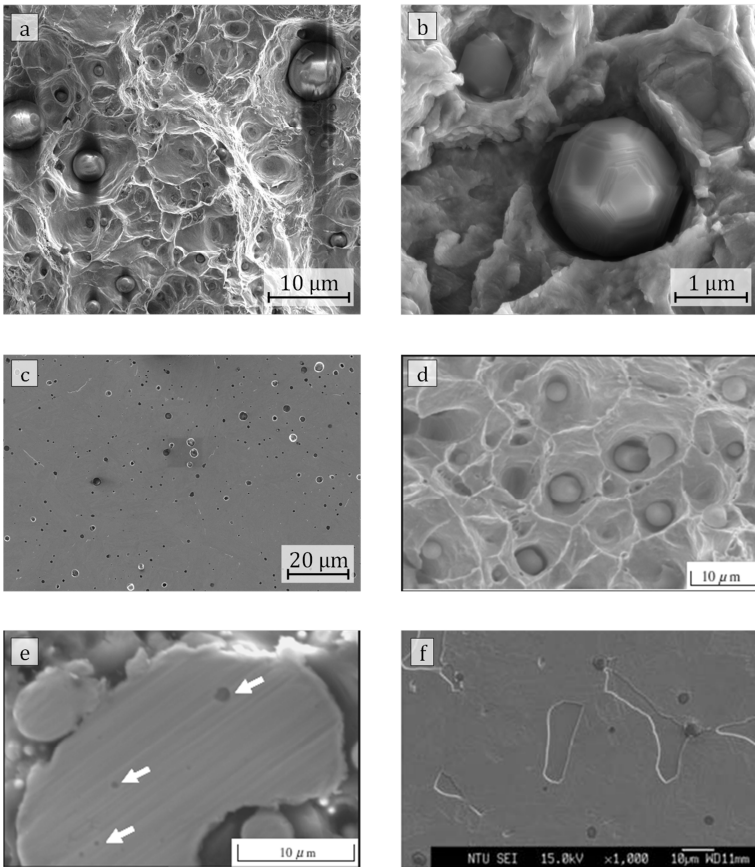
Bei der konventionellen Stahlherstellung wird häufig Silizium der Schmelze hinzugegeben, um das unerwünschte Eisenoxid  $\text{FeO}$  zu reduzieren. Gemäß Gleichung (9.1) entsteht dabei Siliziumdioxid [165].



In den meisten Fällen kommt Siliziumdioxid aber nicht als selbstständiger Einschluss in Stahl vor, sondern verbindet sich mit anderen Oxiden zu Silikaten [165]–[167]. Auch bei der Herstellung von PIM-Pulvern wird häufig Silizium zur Desoxidierung des Pulvers hinzugegeben. Dadurch kann sich eine Siliziumdioxidschicht auf der Pulveroberfläche bilden. Allerdings ist es sehr schwer, das so entstandene Siliziumdioxid beim Sintern wieder zu

reduzieren [84]. Daher finden sich im Gegensatz zu den konventionell hergestellten Stählen in den  $\mu$ PIM Gefügen häufig Siliziumdioxidausscheidungen [81], [84], [168]–[170]. Allerdings treten diese in der Regel nur bei der Verwendung von *water atomized* Pulvern auf [84]. Chang et al. [84] führen dass auf die besonders feine Partikelgröße der *water atomized* Pulver zurück, da das erhöhte Oberflächen-Volumen-Verhältnis die Oxidation des Silizium auf der Oberfläche der Partikel begünstigt. Auch nach Tunberg und Nyborg [171], wandelt sich mit sinkender Partikelgröße die sonst übliche Eisen- und Chromoxidschicht in eine Siliziumoxid Schicht um. Für das in dieser Arbeit verwendete mikrospritzgegossene Material wurde aber kein *water atomized* sondern ein *gas atomized* Pulver verwendet. Allerdings handelt es sich bei dem Pulver um eine besonders feine Ausführung, die in der Literatur nur selten Verwendung findet. Gemäß der in Tabelle 5.2 dokumentierten Herstellerangabe zur chemischen Zusammensetzung ist 1% Silizium in dem Pulver enthalten. Folglich ist es möglich, dass sich auch auf diesem Pulver eine Siliziumoxidschicht gebildet hat, die sich während des Sinterprozesses in Form von Siliziumdioxidpartikeln ausgeschieden hat. Abbildung 9.8 zeigt einen Vergleich der REM-Aufnahmen von Siliziumdioxidausscheidungen aus dieser Arbeit, mit den Arbeiten von Chang et al. [84] und Wu et al. [81]. In den Aufnahmen der Bruchflächen sind die kugelförmigen Ausscheidungen besonders gut zu erkennen. Der Vergleich mit der Bruchfläche von Chang et al. [84] zeigt, dass sich die Ausscheidungen in Größe und Form sehr stark ähneln. Auch in den Schliffbildern ist eine Ähnlichkeit zu den Literaturbildern zu verzeichnen.





**Abbildung 9.8**

Vergleich der Siliziumoxid-Ausscheidungen.

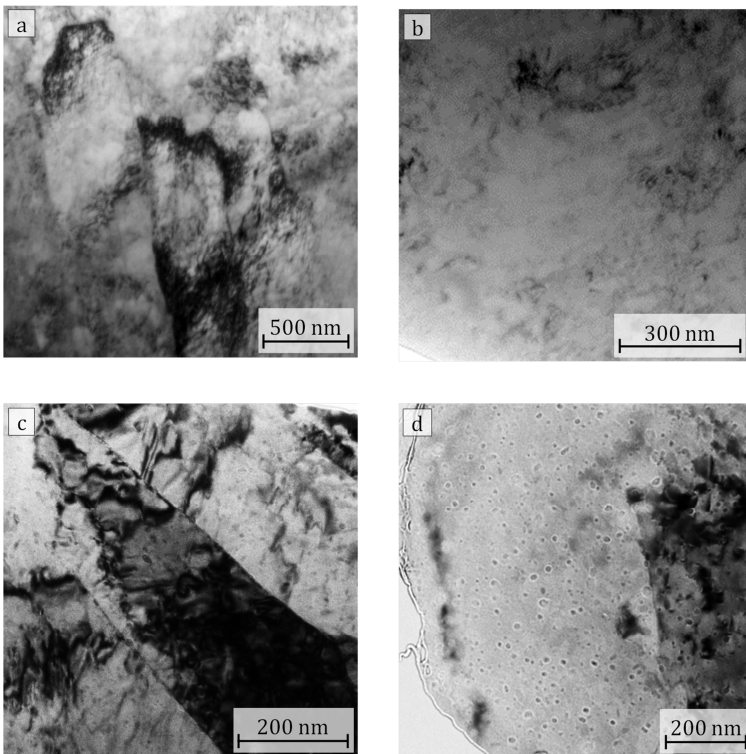
- a,b,c)  $\text{SiO}_2$  Ausscheidungen in der Bruchfläche und einem Schliff von  $\mu\text{PIM}$  Proben dieser Arbeit.
- d+e)  $\text{SiO}_2$  Ausscheidungen in der Bruchfläche und einem Schliff durch PIM 17-4PH nach Chang et al. [84].
- f)  $\text{SiO}_2$  Ausscheidungen in einem Schliff durch PIM 17-4PH nach Wu et al. [81].

Neben der REM-Aufnahme zeigt Wu et al. [81] zudem noch die in Abbildung 9.7 dargestellten Elementverteilungskarten. Analog zu den Ergebnissen der EDX-Messung am  $\mu$ PIM Material dieser Arbeit (siehe Abbildung 6.4), zeigen sich bei ihnen deutlich höhere Silizium- und Sauerstoffkonzentration sowie deutlich niedrigere Chrom-, Nickel- und Kupferkonzentrationen im Bereich der Ausscheidungen. Aufgrund all dieser Übereinstimmungen, ist davon auszugehen, dass es sich bei den Ausscheidungen im  $\mu$ PIM Material dieser Arbeit um Siliziumdioxid handelt.

Zusammenfassend kann also festgehalten werden, dass sich nach dem Sintern ein zweiphasiges Gefüge aus Ferrit und Martensit einstellt, in dem sich – vorrangig in den martensitischen Bereichen – 1  $\mu$ m bis 3  $\mu$ m große Siliziumdioxidpartikel ausgeschieden haben.

#### 9.1.2.2 Gefügestruktur nach dem Auslagern

Da die Abkühlung nach dem Sintern keiner Gleichgewichtsumwandlung entsprach, besteht die Möglichkeit, dass das Gefüge bei Raumtemperatur noch mit Kupfer übersättigt ist. In diesem Fall wäre es möglich mit den in Tabelle 3.2 beschriebenen Auslagerungsverfahren fein verteilte Kupferausscheidungen in dem Material zu erzeugen. Aus diesem Grund wurde ein Teil des gesinterten Probenmaterials – wie in Abschnitt 5.4.2 dokumentierten – ausgelagert. Analog zu dem  $\mu$ PIM Material im gesinterten Zustand wurden auch an dem ausgelagerten Material die in Kapitel 6.1.2 vorgestellten Mikrostrukturuntersuchungen durchgeführt. Dabei zeigten sich sowohl in den Ergebnissen der EDX- und der EBSD-Messung keine großen Unterschiede zum gesinterten Zustand. Daher kann davon ausgegangen werden, dass die Auslagerung das Grundgefüge nicht verändert hat. In den TEM-Aufnahmen sind jedoch deutliche Unterschiede zu erkennen. Abbildung 9.9 stellt daher die Aufnahmen des  $\mu$ PIM Materials im gesinterten und im ausgelagerten (H1025) Zustand gegenüber.



**Abbildung 9.9** Vergleich der TEM-Aufnahmen des  $\mu$ PIM Materials.

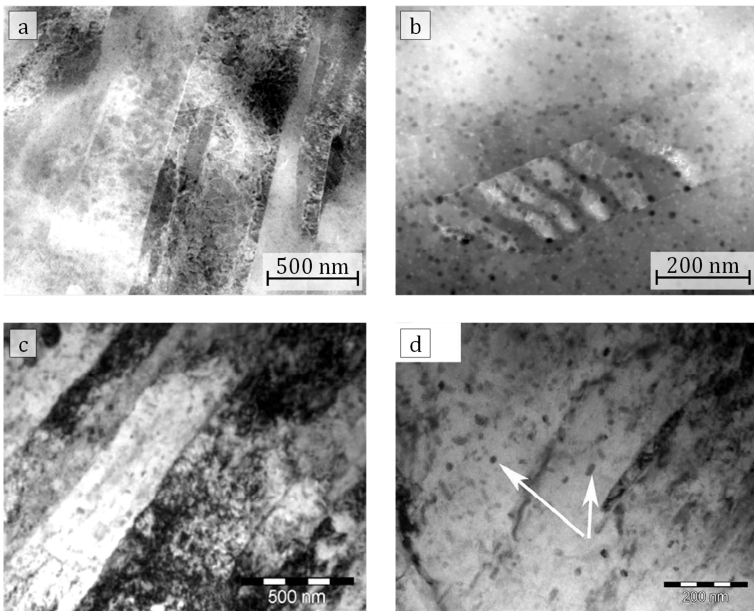
- a) Martensitischer Bereich im gesinterten Zustand.
- b) Ferritischer Bereich im gesinterten Zustand.
- c) Martensitischer Bereich gesintert und ausgelagert (H1025).
- d) Ferritischer Bereich gesintert und ausgelagert (H1025).

In den ferritischen Bereichen ist sehr deutlich zu erkennen, dass sich während des Auslagerns fein verteilte Ausscheidungen im Material gebildet haben. In den martensitischen Bereichen zeigen sich aufgrund der höheren Versetzungsdichte sehr viel kontrastreichere Strukturen, dadurch ist es schwieriger die ausgeschiedenen Teilchen zu sehen. In den helleren Bereichen der Latten sind

aber in den ausgelagerten Proben ebenfalls fein verteilte Ausscheidungen zu erkennen. Folglich wird davon ausgegangen, dass die Mikrostruktur des  $\mu$ PIM Materials sich im ausgelagerten Zustand nur durch die erzeugten Ausscheidungen vom Gefüge des gesinterten Materials unterscheidet.

### 9.1.3 Gefügeentwicklung im konventionell hergestellten Material

Wie in Tabelle 9.1 zusammengefasst, wurde das konventionell hergestellte Material bereits im lösungsgeglühten und ausgelagerten Zustand H925 angeliefert. Wie ausführlich in Kapitel 3.1 erläutert, sollte das Gefüge dementsprechend aus Martensit mit eingelagerten Kupferausscheidungen bestehen. Gemäß Abbildung 3.2 können – abhängig von der genauen Zusammensetzung der Legierung – auch geringe Mengen an  $\delta$ -Ferrit im Gefüge vorhanden sein. Abbildung 9.10 a und b zeigt nochmals die bereits in Kapitel 3.2.1 vorgestellten STEM Aufnahme der Mikrostruktur des konventionell hergestellten Materials. Die Teilbilder c und d zeigen von Wang et al. [62] veröffentlichte Mikrostrukturaufnahmen eines ebenfalls lösungsgeglühten und ausgelagerten (H1100) 17-4PH. Wang et al. [62] geben an, dass es sich bei diesem Gefüge um Lattenmartensit mit fein verteilten Kupferausscheidungen handelt. Da sich im direkten Vergleich ein nahezu identisches Bild ergibt, kann davon ausgegangen werden, dass es sich hier ebenfalls um ein martensitisches Gefüge mit eingelagerten Kupferausscheidungen handelt.



**Abbildung 9.10** Vergleich der Mikrostruktur des konventionell hergestellten Materials.  
 a+b) STEM-Aufnahmen des konventionell hergestellten Materials aus dieser Arbeit.  
 c+d) TEM Aufnahmen von Wang et al. [62] eines 17-4PH nach LG+H1100.

$\delta$ -Ferrit Strukturen konnten in keiner der vier untersuchten TEM-Proben des konventionell hergestellten Materials gefunden werden. Folglich ist davon auszugehen, dass in den mittels TEM analysierten Bereichen kein  $\delta$ -Ferrit vorhanden war. Da die TEM-Untersuchungen aber nur einen sehr kleinen Bereich der Probe beschreiben, sollen nun auch die großflächig durchgeführten EBSD-Messungen auf eventuell vorhandene Ferritphasen überprüft werden. Wie im vorherigen Abschnitt diskutiert, waren im  $\mu$ PIM Material ferritische Körner vorhanden. Im Bandkontrast zeigten sie sich als helle, sehr gleichmäßig strukturierte Flächen. Abbildung 6.25 c zeigt die Bandkontrastkarte des konventionell

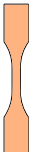


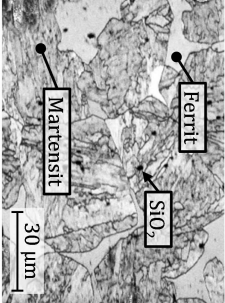
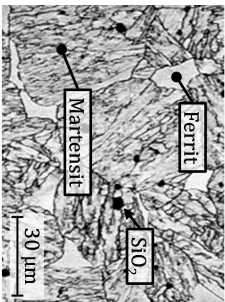
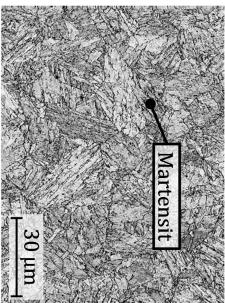
hergestellten Materials. Besonders in der vergrößerten Ansicht aus Abbildung 6.26 b ist die martensitische Mikrostruktur bereits zu erahnen. Des Weiteren können anhand der besonders dunkel erscheinenden Linien teilweise noch die ehemaligen Austenit-Korngrenzen erkannt werden. Gleichmäßig strukturierte, hell erscheinende Flächen sind aber in keiner der beiden Bilder zu erkennen. Demnach ist zu vermuten, dass es sich hier um ein rein martensitisches Gefüge handelt. Allerdings zeigt auch hier die in Abbildung 6.25 a dargestellte Phasenkarte ein rein ferritisches Gefüge an. Wie aber bereits im vorherigen Abschnitt diskutiert, kann die EBSD Software Martensit nicht indizieren. Im Falle des für Chrom-Nickel-Stähle typischen, kubisch raumzentrierten Martensits [150], zeigt sie deshalb in den martensitischen Bereichen ebenfalls Ferrit an. Daher kann anhand der Phasenkarte auch nicht überprüft werden, ob neben dem Martensit auch Ferrit im Gefüge vorliegt. Allerdings kann Rest- bzw. reversierter-Austenit ausgeschlossen werden, da dieser sich als blaue Fläche in der Phasenkarte zeigen würde.

Für die weitere Diskussion wird daher von einem rein martensitischen Grundgefüge mit eingelagerten Kupferausscheidungen ausgegangen.

#### 9.1.4 Vergleich der Mikrostrukturen

In den vorherigen Abschnitten wurde die Mikrostruktur der einzelnen Probenmaterialien ausführlich diskutiert. Um im Hinblick auf die mechanische Charakterisierung der Materialien den Vergleich der Strukturen zu erleichtern, wurden sie in Tabelle 9.2 nochmal direkt gegenübergestellt und den jeweiligen Probentypen zugeordnet. Zusätzlich sind auch die in Kapitel 6 vorgestellten Ergebnisse der Mikrostrukturvermessung aufgelistet. Die gemessene Mikrostrukturgröße gibt dabei die mittlere Weglänge an, die in einem Bereich mit gleicher Orientierung zurückgelegt werden

konnte. Da die ferritischen Bereiche relativ große und gleichmäßig orientierte Flächen darstellen, sind die gemessenen Weglängen im  $\mu$ PIM Material geringfügig höher. Ein Einfluss der Mikrostrukturgröße auf die Festigkeit wird aufgrund des geringen Unterschieds jedoch nicht weiter betrachtet. Der Hauptunterschied zwischen den Gefügen liegt vielmehr in den unterschiedlichen Phasen des Grundgefüges sowie den darin enthaltenen Kupferausscheidungen. Daher werden in der nachfolgenden Diskussion des mechanischen Verhaltens, die gemessenen Eigenschaften ausschließlich mit der Gefügeart korreliert.

		Mikrospritzgegossenes Material			Konventionell hergestelltes Material					
Zustand		Gesintert			Gesintert und ausgelagert		Anlieferungszustand (LG+H925)			
Probenotyp										
Grundgefüge										
Mikrostrukturgröße		D10 2,4 µm	D50 6,5 µm	D90 18,5 µm	D10 1,8 µm	D50 4,5 µm	D90 11,0 µm	D10 1,3 µm	D50 3,3 µm	D90 8,4 µm
Lattenabstand Martensit		505 nm			144 nm		384 nm			
Ausscheidungen		keine			Kupfer		Kupfer			
Ø Ausscheidungen		-			7,5 nm		9,3 nm			
2D Ausscheidungsichte		-			2 E15 1/m <sup>2</sup>		1,4 E15 1/m <sup>2</sup>			

**Tabelle 9.2** Vergleich der Mikrostrukturen der beiden Materialtypen.



## 9.2 Diskussion der Zugversuche

In diesem Abschnitt sollen die in Kapitel 7 vorgestellten Ergebnisse der Zugversuche diskutiert werden. Dazu wird im Folgenden zuerst der Einfluss der  $\mu$ PIM-Parameter auf das mechanische Verhalten  $\mu$ PIM Proben betrachtet. Anschließend werden die Ergebnisse der unterschiedlichen Probentypen miteinander verglichen und mit der Mikrostruktur korreliert. Anschließend erfolgt der Vergleich mit ausgewählten Literaturwerten.

### 9.2.1 Einfluss der $\mu$ PIM Parameter auf das mechanische Verhalten

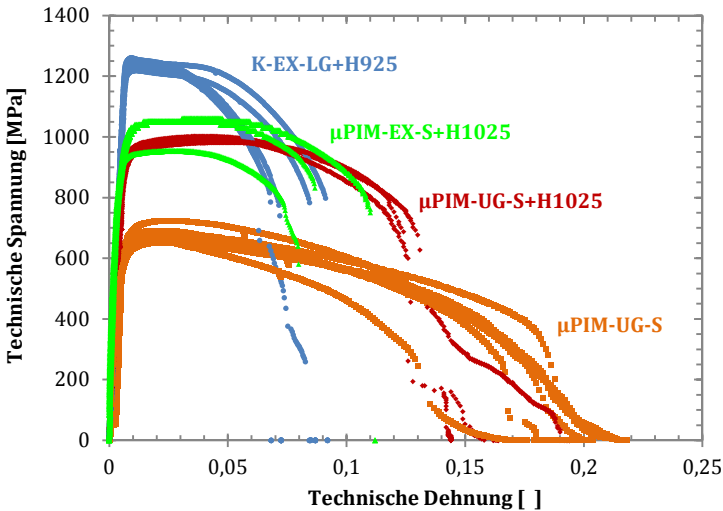
Wie in Abschnitt 3.4.1 erläutert hängen die mechanischen Eigenschaften von pulverspritzgegossenem Material sehr stark von den gewählten Fertigungsparametern ab. Den größten Einfluss auf das mechanische Verhalten zeigte dabei die Porosität, die gleichzeitig von mehreren Prozessparametern abhängt. Für die Herstellung des in dieser Arbeit verwendeten  $\mu$ PIM Materials, wurden die Herstellparameter aber bereits so gewählt, dass eine Dichte von  $\rho > 98 \%$  erreicht werden konnte [134]. Da sich zudem im Rahmen der Mikrostrukturanalyse keine nennenswerte Porosität im Material zeigte, wird davon ausgegangen, dass die Restporosität im Gefüge sehr gering ist. Nach PIM-International [78] entsprechen die Eigenschaften eines PIM Materials ab einer Dichte von 98 % einem konventionellen Vollmaterial. Trotzdem zeigte sich für die  $\mu$ PIM-EX-S+H1025 Proben in Abbildung 7.11 eine deutliche Änderung der Zugfestigkeit in Abhängigkeit von den Herstellchargen. Die sich unterscheidenden Fertigungsparameter der einzelnen Chargen wurden in Tabelle 5.3 dokumentiert. Dabei ist auffällig, dass bei den Chargen V53 und V54 sowohl die Prägekraft, als auch der Kolbenhub höher waren, als bei den Chargen V26 und V31. Dementsprechend müssten Charge V53 und V54 ein dichteres Gefüge aufweisen. Trotzdem liegt aber die Festigkeit

von Charge V31 über der von Charge V53. Die Bruchdehnung aller Chargen unterscheidet sich dagegen nur geringfügig. Da gemäß Abschnitt 3.3.2 auch die Bruchdehnung mit sinkender Porosität zunimmt, wird hier nicht davon ausgegangen, dass die unterschiedlichen Festigkeiten auf Streuungen der Gefügedichten beruhen. Vielmehr sei an dieser Stelle darauf hingewiesen, dass das Probenmaterial der einzelnen Chargen sehr limitiert war und daher nur ein bis drei Zugversuche pro Charge durchgeführt werden konnten. Daher ist eine Korrelation von Festigkeit zu Herstellungsparameter an dieser Stelle nicht möglich.

Für die nachfolgende Diskussion der Zugversuche wird nur noch die Probencharge V53 berücksichtigt, da mit dieser Charge der relevante Teil der Ermüdungsversuche durchgeführt wurde.

## 9.2.2 Vergleich der einzelnen Probentypen

In Abbildung 9.11 sind die Spannungs-Dehnungs-Kurven aller Probentypen bei einer Dehnrate von  $5E-4 \text{ s}^{-1}$  aufgetragen. Alle Kurven zeigen dabei ein duktileres Verhalten mit einem deutlich ausgeprägten Spannungsabfall, wobei die Proben vom Typ UG höhere Bruchdehnung als die Proben vom Typ EX aufweisen. Dabei ist jedoch zu beachten, dass gemäß Abschnitt 5.8.1 die UG und EX Probentypen unterschiedliche Längen-Querschnitts-Proportionalitäten aufweisen. Da dabei die Messlänge der UG-Proben geringer ist, ergibt sich bei gleicher Einschnürung für die UG-Proben ein höherer Bruchdehnungswert. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven der [K-EX-LG+H925](#) Proben erreichen die höchsten Festigkeiten. Wobei die Zugfestigkeit fast auf einem Niveau mit der leicht ausgeprägten Streckgrenze liegt. Wie in Tabelle 9.2 dokumentiert, besteht die Mikrostruktur dieser Proben aus Martensit, in dessen Latten fein verteilte Kupferpartikel ausgeschieden sind.



**Abbildung 9.11** Vergleich der Spannungs-Dehnungskurven aller Probenotypen bei einer Dehnrage von  $5E-4 \text{ s}^{-1}$ .

In den TEM-Aufnahmen der Martensitlatten zeigten sich sehr viele Kontraste, was auf eine hohe Versetzungsdichte hinweist. Unter Belastung werden die Versetzungen zunächst von den Ausscheidungen gepinnt. Erst beim Erreichen einer ausreichend hohen Spannung können sie sich von den Ausscheidungen losreißen. Da sich nun schlagartig sehr viele Versetzungen auf einmal bewegen, schnürt die Probe sofort ein. Bei ausreichender Querschnittsreduktion kommt es dann zum Bruch. In der Spannungs-Dehnungskurve zeigt sich dies an der ausgeprägten Streckgrenze und dem direkt im Anschluss beginnenden Spannungsabfall. Auch in der in situ Bilderserie aus Abbildung 7.18, zeigt sich beim Erreichen der Zugfestigkeit noch keinerlei Aufrauung der Oberfläche. Nach dem Überschreiten der Zugfestigkeit ist dann aber bereits eine deutliche Einschnürung zu erkennen. Der Bruch tritt schließlich bei einer Einschnürung von 60 % ein. Die in Abbildung 7.19 dargestellten REM-Bilder der Bruchfläche zeigen ebenfalls die deutliche Einschnürung und eine duktile, wabenförmige Restbruchfläche.

Das der Bruch – trotz martensitischen Gefüges – so duktil ablief, ist darauf zurückzuführen, dass sich in 17-4PH – aufgrund des geringen Kohlenstoffgehalts – ein relativ weicher und gut verformbarer Martensit bildet [42]. Da es sich bei den **K-EX-LG+H925** Proben um ausgelagertes Probenmaterial handelt, besteht zudem die Möglichkeit, dass während der Auslagerung Spannungen im Martensit abgebaut werden konnten [57], was die Duktilität weiter erhöht. Für die hohe Festigkeit sind demnach hauptsächlich die Ausscheidungen verantwortlich. Doch auch die hohe Anzahl von Grenzflächen der martensitischen Strukturen hat eine verfestigende Wirkung auf das Material.

Nimmt man das konventionell hergestellte Material als Referenz, so zeigt sich, dass die Festigkeiten aller  $\mu$ PIM Proben typen deutlich darunter liegen. Im Falle der  **$\mu$ PIM-UG-S** Proben erreicht die Zugfestigkeit im Mittel gerade einmal  $\approx 50\%$  von der des konventionell hergestellten Materials. Allerdings erreichen die  **$\mu$ PIM-UG-S** Proben dabei deutlich höhere Bruchdehnungen und zeigen einen Spannungsabfall bis auf Nullniveau. Auch in den in situ Aufnahmen aus Abbildung 7.3 zeigt sich dieses duktile Verhalten. Ursache für den starken Spannungsabfalls war eine sehr starke Einschnürung, die zum Zeitpunkt des Bruchs den Restquerschnitt um 95 % verjüngte. Gemäß den REM-Aufnahmen der Bruchfläche aus Abbildung 7.4, lief auch der Restbruch noch duktil ab. Der Grund für das deutlich duktilere Verhalten liegt in der unterschiedlichen Mikrostruktur. So besitzen die  **$\mu$ PIM-UG-S** Proben neben der martensitischen noch eine ferritische Phase. Ferrit ist generell weicher und deutlich besser verformbar als Martensit [172]. Daher muss schon allein aufgrund des Ferritanteils die Duktilität zu Lasten der Festigkeit ansteigen [76], [173]. Zudem wurde in Abschnitt 9.1.2.1 aufgezeigt, dass der Kohlenstoffgehalt des Stahls während des Sinterns möglicherweise reduziert wurde. Daher ist es möglich, dass der Martensit des  $\mu$ PIM Materials – aufgrund des niedrigeren Kohlenstoffgehalts – weniger fest und dafür besser verformbar ist. Neben Ferrit und Martensit befinden

sich in der  $\mu$ PIM-Mikrostruktur noch Siliziumdioxidausscheidungen. Chang et al. [84] untersuchten indirekt die Auswirkung von Siliziumdioxidpartikeln auf die mechanischen Eigenschaften von PIM-17-4 PH. Durch die Zugabe von Graphitpulver konnten sie die Bildung der Siliziumdioxidschicht auf dem 17-4PH Pulver einschränken. ihre Mikrostrukturuntersuchungen an gesinterten Proben zeigten, dass sich bei einer Graphitzugabe von 0,3 Ma-% nahezu keine Siliziumdioxidpartikel mehr im Gefüge befanden. Die Zugfestigkeit dieser Proben konnte, im Vergleich zu den Proben ohne Graphitzugabe, um ca. 30 % gesteigert werden. Die Bruchdehnung blieb dabei nahezu unverändert. Dementsprechend ist auch hier davon auszugehen, dass die Siliziumdioxidpartikel die Festigkeit der  $\mu$ PIM-UG-S Proben herabsetzten. Des Weiteren haben sich im gesinterten Gefüge noch keine Kupferausscheidungen gebildet. Dementsprechend zeigen die Spannungs-Dehnungs-Kurven auch keine deutliche Streckgrenzerscheinung. Da das Kupfer folglich noch im Stahl gelöst ist, erhöht sich zusätzlich die Duktilität, da in Stahl gelöstes Kupfer die Niedertemperaturverformbarkeit verbessert [42]. Demnach sind also die niedrigere Festigkeit und die höhere Duktilität der  $\mu$ PIM-UG-S Proben auf den hohen Ferritgehalt, die vorhandenen Siliziumdioxidpartikel und das gelöste Kupfer zurückzuführen. Da der Ferritgehalt nur durch ein Lösungsglühen mit anschließendem Abschrecken reduziert werden kann, was gemäß Abschnitt 3.3 wahrscheinlich zu einem Verzug des Bauteiles führt, wurde versucht die Festigkeit des  $\mu$ PIM Materials durch die Ausscheidung des gelösten Kupfers zu steigern. Dafür wurden – wie in Abschnitt 5.4.2 dokumentiert – vier Standard-Auslagerungsverfahren getestet. Gemäß Abbildung 7.5 erzielte der Prozess H1025 dabei die höchsten Festigkeiten und wurde daher für die weiteren Untersuchungen verwendet. Vergleicht man nun die Spannungs-Dehnungs-Kurven dieser  $\mu$ PIM-UG-S+H1025 Proben mit den  $\mu$ PIM-UG-S Proben, zeigt sich, dass durch die Auslagerung die Festigkeit des  $\mu$ PIM Materials um ca. 45 % gesteigert werden konnte. Die Bruchdeh-

nung ging dabei um 15 % zurück. Da die ausgeschiedenen Kupferpartikel der einzige Unterschied in den Mikrostrukturen der beiden Probentypen sind, wird diese Festigkeitssteigerung allein dem Ausscheidungshärten zugesprochen. Da die Festigkeit – trotz annähernd gleicher Dichte und Durchmesser der Ausscheidungen (Vgl. Tabelle 9.2) – nicht das Niveau der **K-EX-LG+H925** Proben erreicht, liegt abermals an dem hohen Ferritgehalt. Zwar unterscheidet sich die Gitterstruktur von Martensit und Ferrit nach dem Auslagern vermutlich nur geringfügig, allerdings besitzen die martensitischen Bereiche – aufgrund des lattenförmigen Aufbaus – deutlich mehr Grenzflächen. Dementsprechend ist der Widerstand gegen Versetzungsbewegung in den ferritischen Bereichen geringer, wodurch diese bereits bei niedrigeren Spannungen einsetzen kann. Die in situ Bilderfolge der **μPIM-UG-S+H1025** Proben aus Abbildung 7.8 zeigt beim Erreichen der Zugfestigkeit bereits eine aufgeraute Messtrecke. In der Bandkontrastaufnahme aus Abbildung 6.17 sind die meisten martensitischen Körner von dünnen ferritischen Bereichen umgeben. Da das Muster der Aufrauungen der Messstrecke dem der Ferritverteilung im Gefüge entspricht, wird davon ausgegangen, dass die Aufrauungen durch die frühzeitige Ferritverformung entstanden sind. Dies erklärt auch, warum sich im Gegensatz zu den ebenfalls ausscheidungsgehärteten **K-EX-LG+H925** Proben keine ausgeprägte Streckgrenze einstellt.

Da die Proben vom Typ **μPIM-EX-S+H1025** die gleiche Mikrostruktur besitzen, zeigen sie ein sehr ähnliches Verhalten wie die **μPIM-UG-S+H1025** Proben. Die Duktilität ist jedoch deutlich geringer, was aber – wie eingangs erläutert – vermutlich an der unterschiedlichen Probenproportionalität liegt. Allerdings scheint die Streuung bei diesem Probentyp ausgeprägter zu sein. Dies kann an der Herstellungsart der Proben liegen. Im Gegensatz zu den **μPIM-UG-S+H1025** Proben, wurden die **μPIM-EX-S+H1025** Proben nicht direkt spritzgegossen, sondern aus der Membran des Demonstrators geschnitten. Da die Fertigung des Demonstrators

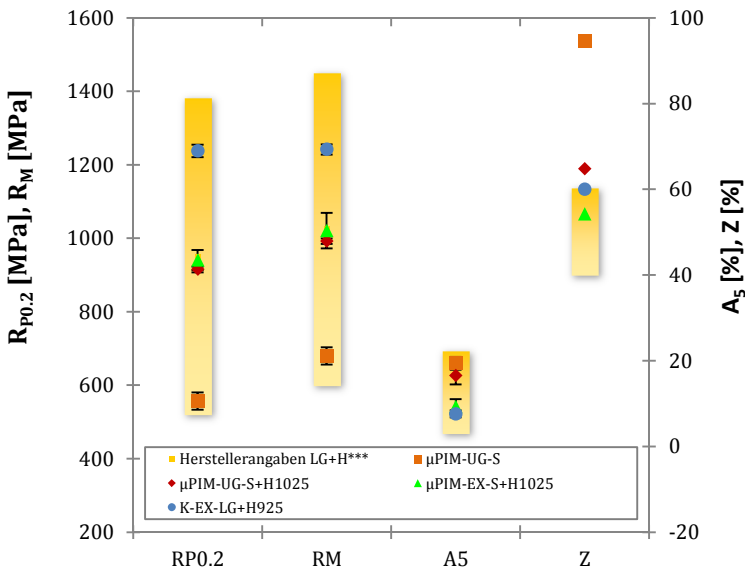
aufgrund der erheblichen Wandstärkenunterschiede spritzgusstechnisch sehr schwierig ist, muss damit gerechnet werden, dass sich hier eher Defekte im Gefüge befinden.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass aufgrund der Mikrostrukturunterschiede keine der  $\mu$ PIM Proben die Festigkeiten des konventionell hergestellten Materials erreicht. Dennoch zeigt keine der Kurven ein sprödes Verhalten oder Unstetigkeiten, wie sie bei größeren Defekten im Gefüge zu erwarten wären [174]. Da zudem in allen Versuchen ein für Stahl typischer E-Modul von ca. 210 GPa gemessen wurde, wird vermutet, dass nur sehr wenig Porosität im Material vorhanden ist. Um die Eigenschaften des Materials besser einordnen zu können, sollen im Folgenden die mechanischen Kennwerte zunächst mit konventionell hergestellten und anschließend mit PIM Makroproben verglichen werden.

### 9.2.3 Vergleich mit konventionell hergestellten Makro-Proben

In Kapitel 3.2 wurden bereits die wichtigsten mechanischen Eigenschaften von konventionell hergestelltem 17-4PH vorgestellt. Abbildung 9.12 vergleicht die ermittelten Kennwerte dieser Arbeit mit den zusammengefassten Daten verschiedener Stahlhersteller [44]–[47], [50], [66], [67]. Wie ersichtlich, liegen für Zugfestigkeit und Dehngrenze alle bestimmten Kennwerte innerhalb des möglichen Wertebereichs des konventionell hergestellten 17-4PH. Wobei sich die ebenfalls konventionell hergestellten **K-EX-LG+H925** Proben bereits im oberen Drittel des Wertebands einreihen. Das gesinterte Material der  **$\mu$ PIM-UG-S** Proben befindet sich dagegen am unteren Ende des Wertebands. Dies bedeutet aber, dass – selbst ohne weitere Wärmebehandlung – die Festigkeit des gesinterten Materials mit der eines konventionell hergestellten, lösungsgeglühten und ausgelagerten 17-4PH vergleichbar ist. Die gesinterten und ausgelagerten  **$\mu$ PIM-UG-S+H1025** und

$\mu$ PIM-EX-S+H1025 Proben erreichen sogar den mittleren Bereich des Wertebands und zeigen, dass auch ohne Lösungsglügen bereits hohe Festigkeiten erzielt werden können. Auch die gemessenen Bruchdehnungen liegen für alle Probentypen innerhalb des vorgegebenen Wertebandes. Allerdings sei hier nochmal darauf hingewiesen, dass für die Dehnungsbestimmung – gemäß Kapitel 5.8.1 – verschiedenen Proportionalitätskonstanten verwendet wurden. Außerdem wurden die eingetragenen Dehnungswerte der Stahlhersteller an Rundproben mit einem Längen- zu Durchmesser-Verhältnis von  $L/D = 5$  gemessen. Dementsprechend sind die Dehnungswerte nicht direkt vergleichbar. Es kann aber davon ausgegangen werden, dass die Bruchdehnung in derselben Größenordnung liegt.



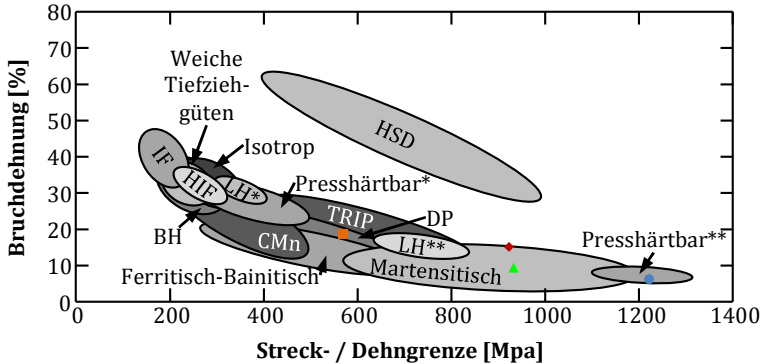
**Abbildung 9.12** Vergleich der von einigen Stahlherstellern [44]–[47], [50], [66], [67] angegebenen mechanischen Eigenschaften von lösungsgeglühtem und unterschiedlich ausgelagertem 17-4PH mit den Werten dieser Arbeit.



Im Gegensatz zu den Bruchdehnungen zeigen sich aber bei der Einschnürung deutliche Unterschiede. So liegen die Werte aller Proben im oberen Bereich des Wertebandes; im Falle der  $\mu\text{PIM-UG-S}$  und der  $\mu\text{PIM-UG-S+H1025}$  Proben sogar noch deutlich darüber. Das die  $\mu\text{PIM}$  Proben oberhalb des Wertebandes liegen, ist aufgrund der weicheren Mikrostruktur nicht verwunderlich. Allerdings liegen auch die Werte der  $\text{K-EX-LG+H925}$  Proben am oberen Ende des Wertebandes, obwohl aufgrund ihrer hohen Festigkeit und der vergleichsweise geringen Bruchdehnung von einer eher geringen Einschnürung auszugehen ist. Allerdings nimmt nach Vater [175] die Einschnürung mit sinkendem Probenquerschnitt zu, da der Stofffluss in Längsrichtung bei kleinen Querschnitten erleichtert wird. Der kleinstmögliche Durchmesser von makroskopischen Rundproben mit einem Längen- zu Durchmesser-Verhältnis von  $L/D = 5$  beträgt nach DIN 50125 [137] 4 mm. Daraus ergibt sich eine Querschnittsfläche von ca.  $50 \text{ mm}^2$ . Nach Kapitel 5.3 beträgt der Querschnitt der in dieser Arbeit verwendeten Proben ca.  $0,03 \text{ mm}^2$  und ist demnach um drei Größenordnungen kleiner. Daher ist davon auszugehen, dass die Einschnürung bei den in dieser Arbeit verwendeten Mikroproben deutlich größer ausfällt.

Um abschließend noch einzuordnen, wie gut die mechanischen Eigenschaften der getesteten Proben mit anderen Stahlsorten konkurrieren können, ist in Abbildung 9.13 eine Eigenschaftskarte für die gängigsten Stahlsorten dargestellt. Hier zeigt sich, dass selbst die gesinterten  $\mu\text{PIM-UG-S}$  Proben bereits im mittleren Festigkeitsbereich aller Stahlsorten liegen. Passenderweise fallen sie in das Feld der Dualphasenstähle, die im klassischen Sinne eine Mikrostruktur aus Ferrit und Martensit aufweisen [176]. Die ausscheidungsgehärteten  $\mu\text{PIM}$ -Probentypen  $\mu\text{PIM-UG-S+H1025}$  und  $\mu\text{PIM-EX-S+H1025}$  konkurrieren – trotz des hohen Ferritanteils – bereits mit den Martensitphasenstählen. Im Vergleich mit der Festigkeitsverteilung aller Stahlsorten liegen sie bereits im oberen Drittel; solche Festigkeiten werden sonst nur noch von

sehr wenigen Stahlsorten erreicht. Die konventionell hergestellten K-EX-LG+H925 Proben übersteigen sogar die Festigkeiten der Martensitphasenstählen, was auf die zusätzliche Ausscheidungshärtung zurückzuführen ist. Mit den Festigkeiten dieses Probentyps können nur noch die presshärtbaren Stähle mithalten.



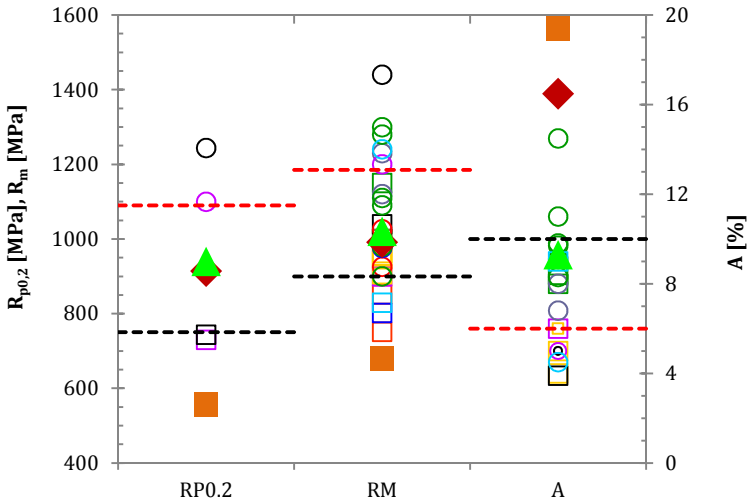
**Abbildung 9.13** Vergleich von Streck- bzw. Dehngrenze und Bruchdehnung der Proben dieser Arbeit mit weiteren gängigen Stahlsorten. \* markiert den Anlieferungszustand, \*\* den Bauteilzustand. Neu erstellt nach [177].

- BH *Bake Hardening* Stähle
- CMn Chrom-Mangan Stähle
- DP Dual Phasen Stähle
- HSD *High Strength and Ductility* Stähle
- HIF Höherfeste *Interstitial-Free* Stähle
- IF *Interstitial-Free* Stähle
- LH Lufthärtende Stähle
- TRIP *Transformation Induced Plasticity* Stähle
- TWIP *Twinning Induced Plasticity* Stähle

### 9.2.4 Vergleich mit PIM Makroproben

In Kapitel 3.3.2 wurden bereits einige mechanische Kennwerte von pulverstanzgepresstem 17-4PH zusammengefasst. Das dabei entstandene Diagramm für die typischen Zugversuchskennwerte ist nochmals in Abbildung 9.14 abgebildet. Zusätzlich wurden die

Mittelwerte der spritzgegossenen Probestypen aus dieser Arbeit mit in das Diagramm aufgenommen. Dabei handelt es sich um die ausgefüllten Symbole.



**Abbildung 9.14** Vergleich der mechanischen Eigenschaften von pulverspritzgegossenem 17-4PH aus verschiedenen Veröffentlichungen und dem MPIF Standard 35 [80] mit den Ergebnissen dieser Arbeit. Die  $\square$  Symbole stehen dabei für den gesinterten, die  $\circ$  Symbole für den wärmebehandelten Zustand.

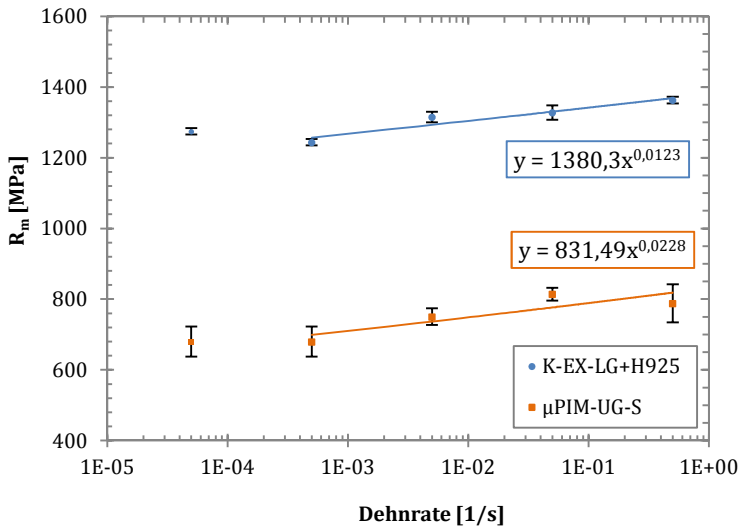
Im Vergleich mit dem MPIF Standard [80] bleiben die  $\mu$ PIM-UG-S Proben weit hinter den Festigkeitsvorgaben für den gesinterten Zustand zurück. Wie zuvor ausführlich erläutert, wird dies hauptsächlich auf den vergleichsweise hohen Ferritanteil zurückgeführt. Auch die beiden ausgelagerten Probentypen können die Vorgabewerte der MPIF [80] nicht erfüllen. Sie fallen aber in einen Festigkeitsbereich, der auch von anderen Studien erzielt wurde. Dies zeigt nochmals, dass auch ohne vorheriges Lösungsglühen durchaus beachtliche Festigkeiten erzielt werden können.

### 9.2.5 Vergleich der Dehnratenabhängigkeit

Gemäß der Zielsetzung aus Abschnitt 4 sollte versucht werden, dass Materialverhalten bei schlagartigen Belastungen zu charakterisieren. Von besonderem Interesse war dabei, ob sich das spritzgegossene Material bei hohen Dehnraten spröder als das konventionell hergestellte Material verhält. Dazu wurden die in Kapitel 7.2 vorgestellten Zugversuche durchgeführt. Jedoch konnte nur eine maximale Dehnrates von  $5\text{E-}1\text{ s}^{-1}$  erreicht werden, da die von dem Piezoverstärker zur Verfügung stehende Leistung nicht ausreichte um höhere Dehnraten zu erreichen. Allerdings sind nach Macherauch [178] Dehnraten im Bereich von  $5\text{E-}1\text{ s}^{-5}$  bis  $5\text{E-}1\text{ s}^{-1}$  nicht ausreichend um schlagartige Beanspruchungen zu simulieren. Auch nach Sierakowski [179] zeigen sich erst ab einer Dehnrates von  $1\text{ s}^{-1}$  erste dynamische Effekte in Bezug auf die Festigkeit. Nichtsdestotrotz lässt sich die Abhängigkeit der Spannung von der Dehnrates nach Gleichung (9.2) beschreiben [180]. Wobei der Exponent  $m$  die Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit angibt.

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^m \tag{9.2}$$

Abbildung 9.15 vergleicht die Ergebnisse der in Kapitel 7.2 vorgestellten  $\mu$ PIM-UG-S und K-EX-LG+H925 Proben. Bei beiden Probenarten zeigt sich erst ab einer Dehnrates von  $5E-4 \text{ s}^{-1}$  ein Anstieg der Festigkeit mit der Dehnrates. Allerdings beginnt bei einer Dehnrates von  $5E-1 \text{ s}^{-5}$  auch schon der Übergang zu den Zeitstandsversuchen [179]. Daher wurden die Mittelwerte der jeweiligen Probenarten erst ab einer Dehnrates von  $5E-4 \text{ s}^{-1}$  mit einem Potenzgesetz angenähert. Die resultierenden Kurvengleichungen können aus Abbildung 9.15 entnommen werden.



**Abbildung 9.15** Vergleich der Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Dehnrates.

Für die Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit ergibt sich für die  $\mu$ PIM-UG-S Proben ein Wert von  $m = 0,023$ . Für die K-EX-LG+H925 Proben beträgt  $m = 0,013$ . Folglich sind die Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeiten beider Probenarten im getesteten Dehnratesbereich eher gering und unterscheiden sich nur geringfügig. Nach Kalpakjian et al. [172] sollte sich bei hochlegierten Stählen Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeiten von  $0,02 < m < 0,4$  ein-

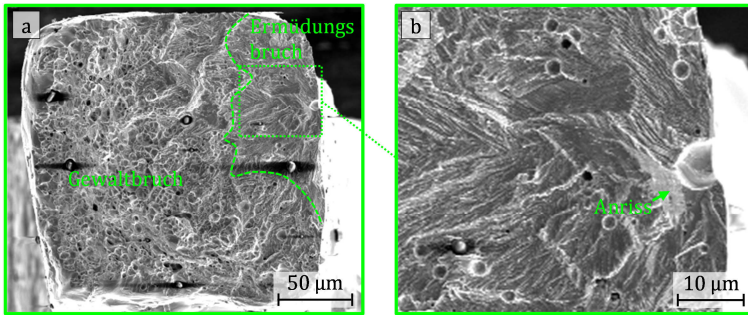
stellen. Demnach liegen die Exponenten beider Materialien im unteren Grenzbereich. Somit wird ein Übergang zum spröden Bruchverhalten erst bei relativ hohen Dehnraten erwartet.

## 9.3 Diskussion der Ermüdungsversuche

### 9.3.1 Abhängigkeit des Ermüdungsverhaltens von den $\mu$ PIM-Parametern

In Abbildung 8.5 wurden bereits die Ergebnisse der Ermüdungsversuche, in Abhängigkeit von der Herstellungscharge der Demonstratoren, vorgestellt. Dabei zeigte besonders die Charge V31 eine sehr große Ergebnisstreuung. Allerdings finden sich in der in Abbildung 8.6 dargestellten, zugehörigen REM-Aufnahme der Bruchfläche sehr viele Risse im Gefüge. Da die einzelnen Fragmente in der Größenordnung des verwendeten  $\mu$ PIM-Pulvers liegen, wird davon ausgegangen, dass die Risse auf Fehler im Sinterprozess zurückzuführen sind. Doch auch bei den anderen drei Chargen zeigen sich keine konsistenten Ergebnisse. Wie jedoch in Abbildung 8.6 markiert, befanden sich sehr viele kugelförmige Ausscheidungen in den Bruchflächen. Der Vergleich aus Abbildung 9.8 zeigte, dass es sich dabei um Siliziumdioxidausscheidungen handelt. Abbildung 9.16 zeigt nochmals die Ermüdungsbruchfläche einer Probe von Charge V53. Aufgrund der Topologie lässt sich die Probe – gemäß Teilbild a – in einen Ermüdungsbruch- und einen Gewaltbruchbereich aufteilen. Im Ermüdungsbruchbereich ist die Rissausbreitungsrichtung deutlich an dem Linienmuster auf der Bruchfläche zu erkennen. Verfolgt man die Linien zum Rissausgangsort zurück, findet sich knapp unterhalb der Oberfläche eine kugelförmige Vertiefung von der vermutlich der Anriss ausging. Da diese Vertiefung in Größe und Form mit den größeren Siliziumdioxidausscheidungen übereinstimmt, wird davon ausgegangen, dass der Rissausgangspunkt bei dieser Probe eine Silizi-

umdioxausscheidung war. Demnach beeinflussen Anzahl, Größe und Lage der Ausscheidungen das Ermüdungsverhalten dieses Probenotyps.

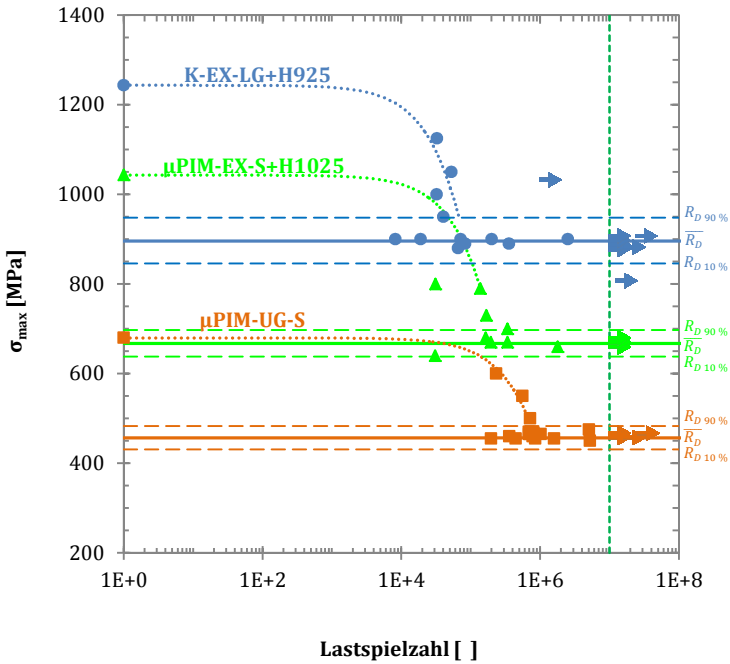


**Abbildung 9.16** Ermüdungsbruchfläche einer Probe aus Charge V53.

Im Gegensatz zu den extrahierten  $\mu$ PIM Proben zeigten die urgeformten  $\mu$ PIM Proben typen deutlich weniger Siliziumdioxidausscheidungen in den Bruchflächen. Da jedoch beide Proben typen aus dem gleichen Pulver gefertigt wurden, scheint die Menge an Siliziumdioxidausscheidungen – und damit auch das Ermüdungsverhalten – von den Prozessparametern abzuhängen. Welcher Parameter die Ausscheidungsbildung beeinflusst, kann anhand der Ergebnisse aber nicht bewertet werden.

### 9.3.2 Vergleich der Ergebnisse des Treppenstufenverfahrens

In Kapitel 8 wurden bereits die Ergebnisse des Treppenstufenverfahrens für die Proben typen  $\mu$ PIM-UG-S,  $\mu$ PIM-EX-S+H1025 und K-EX-LG+H925 vorgestellt. In diesem Abschnitt sollen die Ergebnisse nun diskutiert werden. Dabei werden zunächst die Ergebnisse untereinander und anschließend mit ausgewählten Literaturwerten verglichen.



**Abbildung 9.17** Vergleich der Ermüdungsergebnisse aller Proben-typen bei  $R = 0,1$ .

Abbildung 9.17 zeigt die Ermüdungsergebnisse der drei Proben-typen im direkten Vergleich. Hier zeigt sich, dass die bestimmten Dauerfestigkeiten sehr unterschiedlich ausfallen. Allerdings haben die drei Proben-typen auch eine sehr unterschiedliche statische Festigkeit. Um die Ergebnisse besser vergleichen zu können, wurde daher – gemäß Gleichung (9.3) – eine relative Dauerfestigkeit  $\bar{R}_{D,rel}$  berechnet. Neben der Dauerfestigkeit ist für die praktische Anwendung vor allem die Zuverlässigkeit des Materials von Bedeutung. In Kapitel 8 wurden bereits die auf den Überlebens-wahrscheinlichkeiten von 10 % und 90 % basierenden Dauerfestigkeiten  $R_{D,90\%}$  und  $R_{D,10\%}$  berechnet. Nach Gleichung (9.4) wurde daraus die relative Streubreite  $S_{rel}$  abgeleitet, die als

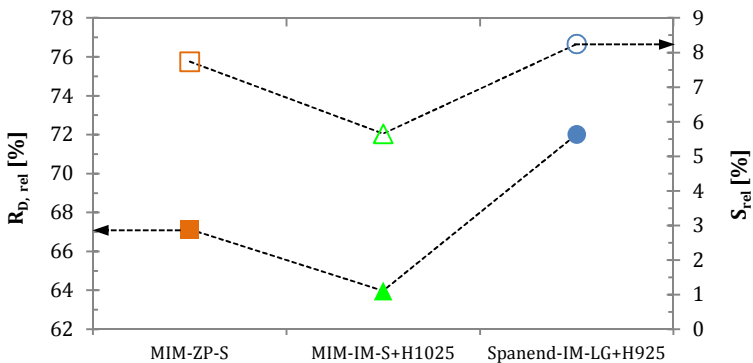


vergleichbares Maß für die Zuverlässigkeit angesehen werden kann.

$$\bar{R}_{D,rel} = \frac{\bar{R}_D}{\bar{R}_M} 100 \% \quad (9.3)$$

$$S_{rel} = \frac{R_{D\ 90\%} - R_{D\ 10\%}}{\bar{R}_M} 100\% \quad (9.4)$$

In Abbildung 9.18 sind die so berechneten Werte graphisch dargestellt, in Tabelle 9.3 zusammengefasst. Es zeigt sich, dass auch in dieser relativen Auftragung die **K-EX-LG+H925** Proben mit 72 % noch die höchste Dauerfestigkeit besitzen. Die relativen Dauerfestigkeiten der  $\mu$ PIM Probetypen liegen um 5 % bzw. um 8 % darunter.

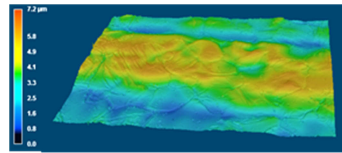


**Abbildung 9.18** Vergleich der nach Gleichung (9.3) und (9.4) berechneten relativen Dauerfestigkeit  $\bar{R}_{D,rel}$  und der relativen Streubreite  $S_{rel}$ .

	$\mu\text{PIM-UG-S}$	$\mu\text{PIM-EX-S+H1025}$	$\text{K-EX-LG+H925}$
$\bar{R}_{D,rel}$	67 %	64 %	72 %
$\bar{R}_{D,rel}^{Kor}$	74,4 %	56 %	-
$S_{rel}$	7,7 %	5,7 %	8,2 %

**Tabelle 9.3** Ermittelte relative Dauerfestigkeit der getesteten Probenotypen.

Im Falle der  $\mu\text{PIM-UG-S}$  Probenotypen ist jedoch zu beachten, dass die Oberflächen der Proben – gemäß Tabelle 5.6 – nicht poliert wurden, da ein  $\mu\text{PIM}$ -Bauteil auch in der Praxis in der Regel nicht mehr nachbearbeitet wird. Da aber



**Abbildung 9.19** Rauheitsprofil einer unpolierten  $\mu\text{PIM-UG-S}$  Probe.

mit steigender Oberflächenrauheit auch die Ermüdungsfestigkeit des Werkstoffs sinkt [181], stellt sich die Frage, ob der Unterschied in der relativen Dauerfestigkeit nur durch die unterschiedliche Oberflächenrauheit bedingt ist. Um den Einfluss der Rauheit auf die Dauerfestigkeit abschätzen zu können, wurde an einer repräsentativen  $\mu\text{PIM-UG-S}$  Probe – mittels Lasermikroskopie – die Oberflächenrauheit gemessen. Dabei wurde eine Rautiefe von  $R_t = 5,3 \mu\text{m}$  ermittelt. Basierend auf den Daten von Siebel und Gaier [182] geben Radaj und Vormwald [181] einen Abminderungsfaktor für die Dauerfestigkeit von Stählen in Abhängigkeit von der Rautiefe  $R_t$  und der Zugfestigkeit  $R_m$  an. Für das gemessene  $R_t$  und die gemittelte Zugfestigkeit  $\bar{R}_m$  aus Tabelle 7.1 ergibt sich ein Abminderungsfaktor von 0,89. Das bedeutet im Rückschluss, dass die relative Dauerfestigkeit einer polierten  $\mu\text{PIM-UG-S}$  Probe um ca. 11 % höher liegen würde. Für die korrigierte relative Dauerfestigkeit  $\bar{R}_{D,rel}^{Kor}$  ergibt sich somit ein Wert von 74,4 %. Auch die relative Wechselfestigkeit der  $\mu\text{PIM-EX-S+H1025}$  Proben liegt gemäß Tabelle 9.3 unterhalb der des konventionell hergestellten Materials. Im Unterschied zu den

$\mu$ PIM-UG-S Proben konnten diese Proben aber nicht unpoliert getestet werden, da das Extrahieren eine aufgeraute und mit feinen Rissen durchzogene Schicht auf den Schnittkanten hinterließ. Daher wurden die  $\mu$ PIM-EX-S+H1025 Proben im elektropolierten Zustand getestet. Dementsprechend kann hier die geringere Dauerfestigkeit nicht auf einen Unterscheid in der Oberflächenrauheit zurückgeführt werden. Vielmehr muss der bestimmte Abminderungsfaktor hinzu multipliziert werden, um die ursprüngliche Oberflächenrauheit wieder in die Betrachtung miteinzubeziehen. Dadurch ergibt sich eine korrigierte relative Dauerfestigkeit von 56 %. Die relative Streubreite  $S_{rel}$  der  $\mu$ PIM-EX-S+H1025 Proben erzielte den niedrigsten Wert und somit die geringste Streuung. Wie in Kapitel 8.1.2 dokumentiert, konnten aber von diesem Probentyp nur 10 Proben getestet werden, während von dem anderen Probentypen jeweils 17 Proben zur Verfügung standen. Nach Hück [143] sind jedoch mindestens 17 Versuche notwendig, um eine Aussage über die Versagenswahrscheinlichkeiten treffen zu können. Dementsprechend wird  $S_{rel}$  dieses Probentyps nicht weiter bewertet. Die relativen Streubreiten der  $\mu$ PIM-UG-S und der K-EX-LG+H925 Proben liegen nahezu gleich auf, wobei die  $\mu$ PIM-UG-S Proben sogar eine geringfügig kleinere Streubreite aufweisen. Folglich liegt die Zuverlässigkeit des  $\mu$ PIM Materials auf einem Niveau mit dem konventionell hergestellten Material.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Proben vom  $\mu$ PIM-UG-S Typ die höchsten zyklischen Lasten im Verhältnis zur statischen Festigkeit ertragen und gleichzeitig auch die geringste Streubreite aufweisen, während die  $\mu$ PIM-EX-S+H1025 Proben im Hinblick auf die relative Dauerfestigkeit am schlechtesten abschneiden. Auch hier kann dieses Verhalten wieder auf die Mikrostruktur zurückgeführt werden. Die  $\mu$ PIM-UG-S Proben sind aufgrund des hohen Ferritanteils und dem gelösten Kupfer am duktilsten. Dementsprechend können Spannungskonzentrationen durch lokale plastische Verformung einfacher abgebaut werden.

Folglich hängt die Rissinitiierung nicht so stark von Spannungskonzentratoren, wie beispielsweise Ausscheidungen oder Oberflächenrauheiten ab. Die Zuverlässigkeit des Materials steigt dementsprechend an. In Folge der plastischen Verformung nimmt jedoch die Oberflächenrauheit – durch austretende Gleitebenen – wieder zu, was letzten Endes zu einer Rissinitiierung in diesen aufgerauten Bereichen führt. Dieses Verhalten ist sehr deutlich in der in Abbildung 8.4 dargestellten Ermüdungsbruchfläche einer  $\mu$ PIM-UG-S Probe zu erkennen. Im Vergleich zu einem spröderen Materialzustand sind dafür aber mehr Belastungszyklen bzw. höhere Spannungen nötig.

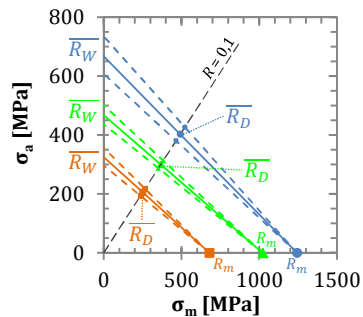
Im vorherigen Abschnitt wurde bereits festgestellt, dass im Falle der  $\mu$ PIM-EX-S+H1025 Proben besonders viele Siliziumdioxidausscheidungen im Gefüge vorhanden waren und diese – wie aus Abbildung 9.16 ersichtlich – auch zur Rissinitiierung führen können. Zudem zeigt sich in Abbildung 8.8, dass sich bei diesem Probenotyp keine Aufrauungen auf der Probenoberfläche bilden. Dagegen zeigen die Teilbilder e und f, dass sich feine Risse an oberflächennahen Ausscheidungen gebildet haben. Folglich ist davon auszugehen, dass die Kombination aus weniger duktilem Probenzustand und deutlich größerer Anzahl von Siliziumdioxidausscheidungen, zu der vergleichsweise geringen relativen Dauerfestigkeit geführt hat. Bei den K-EX-LG+H925 Proben handelt es sich zwar um den sprödesten Probenotyp, da hier aber keine Siliziumdioxidausscheidungen im Gefüge vorhanden waren, wirkt sich die geringere Duktilität nicht so deutlich auf die Dauerfestigkeit aus. Da die Aufrauung der Oberfläche aber durch die hohe Festigkeit unterdrückt wird, erfolgte die Rissinitiierung – gemäß Abbildung 8.12 – an feinen Oberflächendefekten.

### 9.3.3 Vergleich mit konventionell hergestellten Makroproben

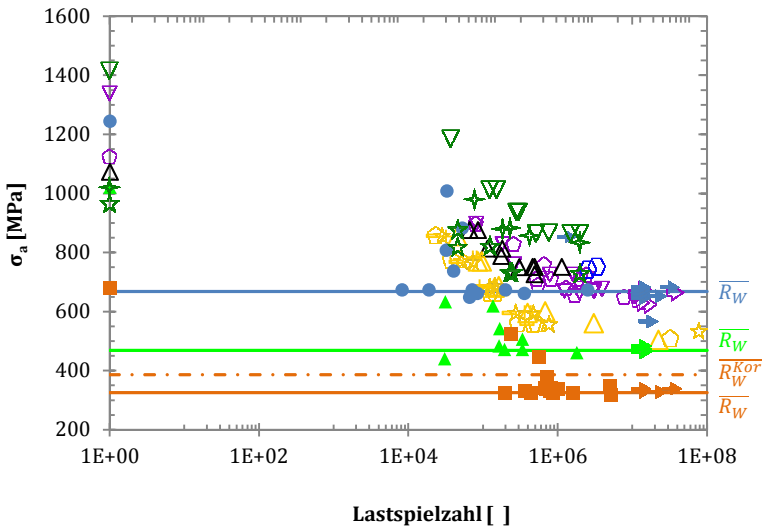
In Kapitel 3.2 wurde bereits die Ermüdungsdaten einiger Veröffentlichungen zu 17-4PH in einem Wöhlerdiagramm zusammengefasst. Wie jedoch aus Tabelle 3.3 ersichtlich, wurden nicht alle dieser Versuche bei dem gleichen Spannungsverhältnis durchgeführt. Die Mehrzahl der Versuche erfolgte bei einem Spannungsverhältnis von  $R = -1$ . Die Versuche dieser Arbeit konnten jedoch – wie in Kapitel 5.7.3 erläutert – nur bei einem Spannungsverhältnis von  $R = 0,1$  durchgeführt werden. Da der mittelspannungsfreie Zustand aber die dimensionierungsrelevanten Kennwerte liefert, sollen alle Ergebnisse dieser Arbeit, sowie die Ergebnisse von Wu und Lin [32], rechnerisch in diesen Zustand überführt werden. Für diese Umrechnung wurde die in Gleichung (9.5) dargestellte Goodman Beziehung verwendet [146].

$$\sigma_a(\sigma_m = 0) = \frac{\sigma_a(\sigma_m \neq 0)}{1 - \frac{\sigma_m}{R_m}} \quad (9.5)$$

Die ermittelten Dauerfestigkeiten und deren Wahrscheinlichkeitsgrenzen wurden ebenfalls über die Goodman Beziehung umgerechnet. Dabei ist zu beachten, dass sich – gemäß Abbildung 9.20 – die Streubreiten der Wahrscheinlichkeitsbänder vergrößern.



**Abbildung 9.20** Umrechnung der Dauerfestigkeitswerte.



**Abbildung 9.21** Vergleich der Ermüdungsdaten dieser Arbeit mit ausgewählten Literaturdaten. Die Beschreibung der einzelnen Datenreihen ist in Tabelle 9.4 zusammengefasst.

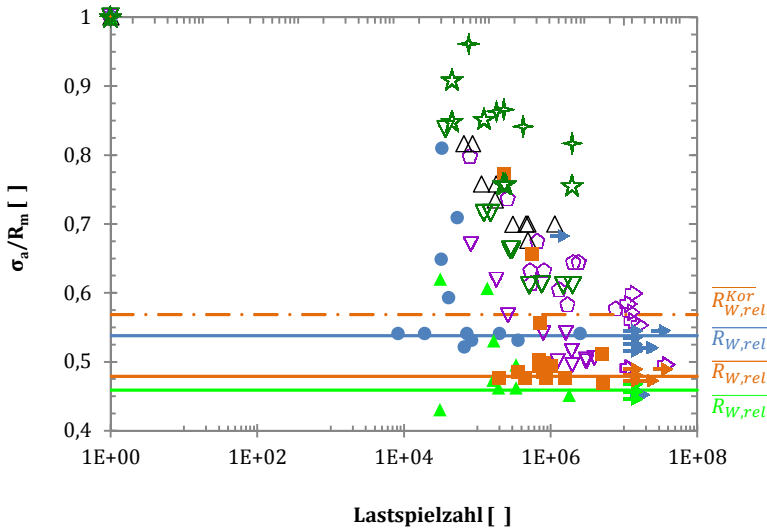
Die so umgerechneten Daten wurden in das Wöhlerdiagramm in Abbildung 9.21 eingetragen. Die Versuchsparameter der einzelnen Datenreihen sind in Tabelle 9.5 zusammengefasst. Die errechneten Wechselfestigkeitswerte sind zusätzlich in Tabelle 9.5 angegeben. Im direkten Vergleich zeigt sich, dass im Wechselfestigkeitsbereich die Datenpunkte der **K-EX-LG+H925** Proben gut mit den Datenpunkten der Boeing Vertol Division [68] übereinstimmen. Die Datenpunkte der  **$\mu$ PIM-EX-S+H1025** Proben liegen im Wechselfestigkeitsbereich knapp unterhalb der Werte von Viswanathan et al. [71]. Die Wechselfestigkeit der  **$\mu$ PIM-UG-S** Proben liegen bereits deutlich unterhalb der ausgesuchten Literaturwerte. Selbst die korrigierte Wechselfestigkeit  $\bar{R}_W^{kor}$  liegt immer noch deutlich unterhalb der Literaturwerte.

	Wärmebehandlung	Frequenz	$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$	Quelle
▽	LG+H900	k.a.	-1	Boeing Vertol Div. [68]
◇	LG+H1050	k.a.	-1	
△	LG+H1025	100 Hz	-1	Nie und Mutoh [69]
◇	k.a.	20 kHz	-1	Kazymyrovych [70]
△	LG+4h 538° C	k.a.	-1	Viswanathan et al. [71]
+	LG+4h 593° C	k.a.	-1	
☆	LG+4h 620° C	k.a.	-1	
◇	LG+4h 650° C	k.a.	-1	
-	LG+4h 677° C	k.a.	-1	
✦	LG	20 Hz	-1*	
▽	LG+H900	20 Hz	-1*	Wu und Lin [32]
☆	LG+H1150	20 Hz	-1*	
■	S	100 Hz	-1*	Ergebnisse dieser Arbeit
▲	S+H1025	100 Hz	-1*	
●	LG+H925	100 Hz	-1*	
—	$\bar{R}_D$ der $\mu\text{PIM-UG-S}$ Proben			
- - -	$\bar{R}_D^{Korr}$ der $\mu\text{PIM-UG-S}$ Proben			
—	$\bar{R}_D$ der $\mu\text{PIM-EX-S+H1025}$ Proben			
—	$\bar{R}_D$ der $\text{K-EX-LG+H925}$ Proben			

**Tabelle 9.4** Zusammenfassung der Parameter der Ermüdungsversuche aus Abbildung 3.5.

	$\mu\text{PIM-UG-S}$	$\mu\text{PIM-EX-S+H1025}$	$\text{K-EX-LG+H925}$
$\bar{R}_W$ [MPa]	326	468	667
$R_{W 90\%}$ [MPa]	357	502	735
$R_{W 10\%}$ [MPa]	298	437	608

**Tabelle 9.5** Mit Gleichung (9.5) berechnete Wechselfestigkeiten.



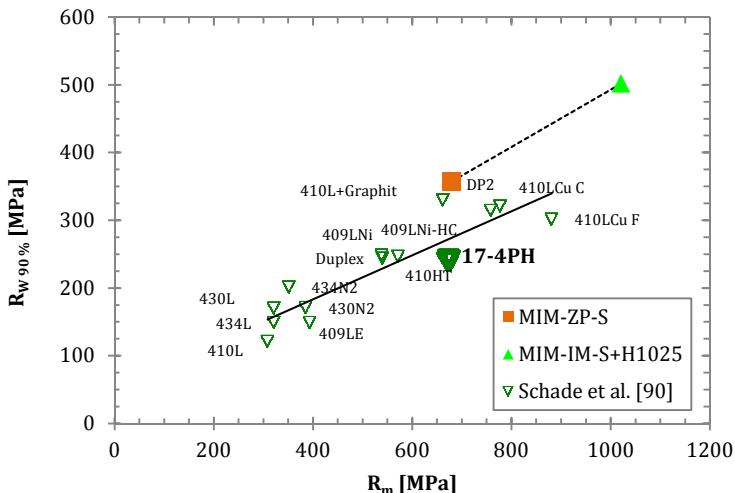
**Abbildung 9.22** Bezüglich der statischen Festigkeit normierte Ermüdungsdaten aus Tabelle 9.4.

Allerdings zeigte Abbildung 9.21 auch, dass die statischen Festigkeiten der einzelnen Datenreihen sehr unterschiedlich ausfallen. Daher wurden alle Datenreihen – die einen statischen Festigkeitswert eingetragen haben – bezüglich diesem normiert. Das so entstandene Diagramm ist in Abbildung 9.22 dargestellt. In diesem relativen Vergleich liegen die Daten der beiden  $\mu$ PIM Proben-typen – im Wechselfestigkeitsbereich – sehr nahe an den Werten der Boeing Vertol Division [68] im LG+H900 Zustand. Die korrigierte Wechselfestigkeit der  $\mu$ PIM-UG-S Proben erreicht sogar die Werte des LG+H1050 Zustands. Die Werte der K-EX-LG+H925 Proben liegen zwischen den beiden Datenreihen der Boeing Vertol Division [68]. Im Bereich zwischen  $1E4$  und  $1E6$  Zyklen zeigen die Messwerte von Wu und Lin [32] im lösungsgeglühtem und im LG+H1150 Zustand – bei gleichen Zyklenzahlen – deutlich höhere relative Amplituden. ihre Werte für den LG+H900 Zustand liegen dagegen aber sehr nahe an den  $\mu$ PIM-UG-S Proben.



### 9.3.4 Vergleich mit Pulverspritzgegossenen Makroproben

Wie bereits in Kapitel 3.4.1 festgestellt, sind zu den Ermüdungseigenschaften von PIM 17-4PH nahezu keine Daten in der Literatur zu finden. Zwar gibt PIM International [78] eine Ermüdungsfestigkeit von 500 MPa für PIM 17-4PH an, jedoch sind dazu keine weiteren Angaben vorhanden. Nichtsdestotrotz lässt sich feststellen, dass die mittlere Wechselfestigkeit der  $\mu\text{PIM-EX-S+H1025}$  Proben mit  $\overline{R}_W$  von 468 MPa nur knapp unterhalb dieses Wertes liegt. Des Weiteren wurde in Kapitel 3.3.2 bereits das Übersichtsdiagramm von Schade et al. [90] vorgestellt. Abbildung 9.23 vergleicht die  $R_{W, 90\%}$  Werte der beiden  $\mu\text{PIM}$  Proben aus Tabelle 9.5 und die ermittelten Zugfestigkeiten aus Kapitel 7.1.1 mit den von ihnen veröffentlichten Werten.



**Abbildung 9.23** Vergleich der  $R_{W, 90\%}$  und  $R_m$  Werte dieser Arbeit mit den von Schade et al. [90] veröffentlichten Daten von ausscheidungshärtbaren PIM Stählen.

Vergleicht man ihren Datenpunkt von 17-4PH mit dem der  $\mu\text{PIM-UG-S}$  Proben, so zeigt sich, dass die Zugfestigkeit der beiden Proben nahezu identisch ist. Die Wechselfestigkeit der  $\mu\text{PIM-UG-S}$  Proben liegt jedoch um fast 50 % über ihrem Wert. Um auch den Wert der  $\mu\text{PIM-EX-S+H1025}$  Proben vergleichen zu können, wurde die beiden Datenpunkte dieser Arbeit mit einer Geraden verbunden. Da die Steigung dieser Gerade mit der Ausgleichsgerade von Schade et al. [90] nahezu übereinstimmt, ist anzunehmen, dass die  $\mu\text{PIM}$  Materialien dieser Arbeit deutlich höhere Wechselfestigkeiten aufweisen.

Da nun sowohl die Mikrostrukturen als auch die mechanischen Eigenschaften ausführlich diskutiert und mit Literaturwerten verglichen wurden, soll im folgenden Abschnitt die Eignung des  $\mu\text{PIM}$  Materials für technische Anwendungen bewertet werden.

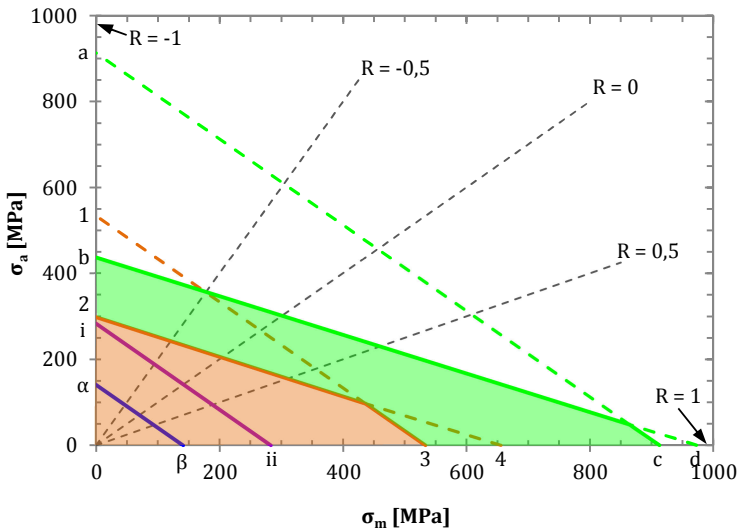
## 9.4 Bewertung des $\mu$ PIM Materials

Um die mechanischen Eigenschaften des  $\mu$ PIM Materials abschließend zu bewerten, soll zunächst überprüft werden, ob das Material der typischen Betriebsbelastung eines Mikro-Hochdrucksensors standhalten würde. Gemäß Kapitel 2 beträgt der Betriebsdruck eines solchen Sensors typischerweise 200 bar. Unter Zuhilfenahme von Gleichung (A.5) und (A.6) aus Anhang A.1 lässt sich daraus die maximale Randfaserspannung in radialer- und tangentialer Richtung berechnen. Gemäß Abbildung 5.1 wurden dabei für die Membrandicke ein Wert von 0,21 mm und für den Membranradius ein Wert von 0,8 mm angenommen. Für die Querkontraktionszahl wurde der für Metalle typische Wert von  $\nu = 0,3$  [183] verwendet. Mit diesen Werten ergeben sich die maximalen Randfaserspannungen in radialer und tangentialer Richtung zu:

$$\sigma_{rmax} \approx 283 \text{ MPa}$$

$$\sigma_{tmax} \approx 141 \text{ MPa}$$

In Abbildung 9.24 wurden die ermittelten mechanischen Kennwerte der beiden  $\mu$ PIM Probenotypen  $\mu$ PIM-UG-S und  $\mu$ PIM-EX-S+H1025 in ein Dauerfestigkeitsschaubild nach Haigh eingetragen. Um eine möglichst konservative Abschätzung durchzuführen, wurde von den statischen Kennwerten die jeweilige Standardabweichung der Messung abgezogen. Als zyklische Festigkeit wurde die auf 10 % Ausfallwahrscheinlichkeit beruhende Wechselfestigkeit  $R_{W 10\%}$  verwendet. Die orange eingefärbte Fläche markiert alle statischen und zyklischen Belastungskombinationen, die die Proben vom Typ  $\mu$ PIM-UG-S dauerhaft ertragen können. Die grün markierte Fläche entspricht dem Bereich der im Falle einer H1025 Auslagerung dazugewonnen wird.



**Abbildung 9.24** Dauerfestigkeitsschaubild nach Haigh für das  $\mu$ PIM Probenmaterial im gesinterten und ausgelagerten Zustand.

$\mu$ PIM-EX-S+H1025:

- a)  $R_{P0,2} - SA$
- b)  $R_W 10\%$
- c)  $R_{P0,2} - SA$
- d)  $R_m - SA$

Reale Belastung in radialer Richtung:

- i)  $\sigma_{r_{max}}$
- ii)  $\sigma_{r_{max}}$

$\mu$ PIM-UG-S:

- 1)  $R_{P0,2} - SA$
- 2)  $R_W 10\%$
- 3)  $R_{P0,2} - SA$
- 4)  $R_m - SA$

Reale Belastung in tangentialer Richtung:

- $\alpha$ )  $\sigma_{t_{max}}$
- $\beta$ )  $\sigma_{t_{max}}$

Für die ermittelte Betriebsbelastung wurden jeweils alle möglichen Kombinationen aus statischer und zyklischer Belastung eingezeichnet, die zu der berechneten Randfaserspannung führen würden. Wie ersichtlich liegen alle diese Belastungen innerhalb der orangenen Fläche. Dies bedeutet, dass die ermittelte Betriebsbelastung weder bei dem gesinterten noch bei dem ausgelagerten  $\mu$ PIM Material eine plastische Verformung oder einen Ermüdungsbruch (innerhalb von  $1E7$  Zyklen) hervorrufen würde. Die

kritischste Belastung wäre nach dem Diagramm eine zyklische Beanspruchung bei  $R = -1$ . Gemäß Kapitel 2 sieht das Messprinzip des Sensors aber vor, dass der zu messende Druck immer größer als der Referenzdruck ist. Dementsprechend können keine Zug-Druck-Wechselbelastungen auftreten. Daher kann als kritischste Belastung der Belastungsfall  $R = 0$  angesehen werden. Im gesinterten Zustand würde hier der Sicherheitsfaktor  $s$  – der das Verhältnis von ertragbarer- zu herrschenden Belastung angibt –  $s = 1,4$  betragen. Durch die Auslagerung des Materials kann der Sicherheitsfaktor auf  $s = 2,1$  erhöht werden. Im konventionellen Maschinenbau wird für zähe Werkstoffe im Allgemeinen ein Sicherheitsfaktor von  $1,1 < s < 2,0$  verlangt [184]. Dementsprechend ist das mikrospritzgegossene Material im ausgelagerten Zustand H1025 – aus mechanischer Sicht – ohne Einschränkung für die Verwendung als Membranträger in einem solchen Mikro-Hochdrucksensor geeignet.

Die Diskussion zeigte auch, dass die Zugeigenschaften des  $\mu$ PIM Material im H1025 Zustand innerhalb des Streubands der Literaturwerte von PIM 17-4PH [80] liegen. Auch im Vergleich mit gängigen, konventionell hergestellten Stahlsorten schnitt das Material sehr gut ab und erreichte Festigkeiten, die nur von wenigen Stahlsorten erreicht werden können. Die Diskussion der Ermüdungsversuche zeigte, dass die Streuung der Ermüdungsfestigkeit mit der des konventionell hergestellten Materials vergleichbar ist. Die Ermüdungsfestigkeit selbst liegt im Vergleich mit konventionell hergestellten Proben aber eher am unteren Rand des Streubandes. Für ein pulvermetallurgisch hergestelltes Material ist sie aber trotzdem als hoch einzustufen.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass die getesteten  $\mu$ PIM 17-4PH Proben in allen Bereichen gute bis sehr gute mechanische Eigenschaften zeigten.



# 10 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde ein Versuchsaufbau entwickelt, mit dem die Zug- und Ermüdungseigenschaften von freistehenden Mikroproben – mit Querschnitten und Längen im Bereich von  $0,03 \text{ mm}^2$  bzw.  $1 \text{ mm}$  – gemessen werden können. Dieser Versuchsaufbau wurde verwendet, um erstmals die mechanischen Eigenschaften von mikropulverspritzgegossenem ( $\mu\text{PIM}$ ) 17-4PH Edelstahl zu messen. Dabei kamen zum einen urgeformte  $\mu\text{PIM}$  Zugproben zum Einsatz, zum anderen wurden Proben aus den Membranen von  $\mu\text{PIM}$ -Hochdrucksensoren extrahiert. Des Weiteren wurden zu Vergleichszwecken Proben aus Membranen, die spanend – aus konventionell hergestelltem 17-4PH – gefertigt wurden, entnommen. An allen Proben wurden Zugversuche mit Dehnraten in einem Bereich von  $5\text{E-}5 \text{ s}^{-1}$  bis  $5\text{E-}1 \text{ s}^{-1}$  durchgeführt. Bei einer Dehnrate von  $5\text{E-}4 \text{ s}^{-1}$  wurde eine Zugfestigkeit von  $680 \text{ MPa}$  für das  $\mu\text{PIM}$  Material im gesinterten Zustand gemessen. Für das konventionell hergestellte Material ergab sich eine Zugfestigkeit von  $1240 \text{ MPa}$ . Allerdings zeigte die Gefügeanalyse, dass im  $\mu\text{PIM}$  Material ein zweiphasiges Gefüge aus Martensit und Ferrit vorlag, während die Proben des konventionellen Materials ein rein martensitisches Gefüge aufwiesen, welches zu dem noch ausscheidungsgehärtet war. Um die Festigkeit des  $\mu\text{PIM}$  Materials zu steigern wurden die Proben nach dem Sintern ausgelagert. Die Gefügeuntersuchungen zeigten, dass sich dabei fein verteilte Kupferausscheidungen bildeten. Dadurch konnte die Zugfestigkeit des Materials auf  $1020 \text{ MPa}$  gesteigert werden. Der Vergleich mit Literaturwerten von konventionellem und pulverspritzgegossenem (PIM) 17-4PH zeigte, dass die Festigkeiten der  $\mu\text{PIM}$  Proben im Mittelfeld anzusiedeln sind. Die bestehende Diskrepanz zu dem konventionellen Proben wird vor allem auf den hohen Ferritanteil zurückgeführt. Außerdem wurden im Rahmen der Gefügeanalyse Siliziumdioxidausscheidungen im Gefüge gefunden, die die Festigkeit ebenfalls herabsetzten.

Durch Variation der Dehnrates konnte auch die Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit der Proben bestimmt werden. Hier ergab sich für beide Materialtypen eine niedrige Empfindlichkeit; dementsprechend konnte auch bei den höchsten Dehnraten keine Versprödung des Materials festgestellt werden.

Für die Charakterisierung der Ermüdungseigenschaften wurden zyklische Versuche bei 100 Hz mit einem Spannungsverhältnis von  $R = 0,1$  durchgeführt. Um die Dauerfestigkeit und deren Streuung zu bestimmen, wurde das Treppenstufenverfahren angewendet. Die ermittelten Dauerfestigkeiten für  $R = 0,1$  wurden – unter Zuhilfenahme der Goodman Beziehung – in Wechselfestigkeitswerten ( $R = -1$ ) umgerechnet. Für das  $\mu$ PIM Material ergab sich so eine Wechselfestigkeit von 326 MPa im gesinterten und 468 MPa im ausscheidungsgehärteten Zustand. Die Wechselfestigkeit des konventionell hergestellten Materials beträgt 667 MPa. Die Streuung der Messwerte war für alle Probenarten vergleichbar. Im Verhältnis zur Zugfestigkeit zeigten die  $\mu$ PIM Probenarten nur eine geringfügig niedrigere Wechselfestigkeit als die konventionellen Proben. Dabei ist anzumerken, dass  $\mu$ PIM Materialien immer eine gewisse Oberflächenrauheit besitzen, die die Ermüdungsfestigkeit reduziert. Die Messergebnisse zeigten aber, dass diese Rauheit die Streuung der Wechselfestigkeit nicht vergrößert. Im Vergleich mit weiteren Literaturwerten zeigte sich, dass die Wechselfestigkeit der  $\mu$ PIM Probenarten geringfügig unter der von konventionell hergestelltem 17-4PH liegt. Im Vergleich zu PIM Stählen ist die Wechselfestigkeit dagegen als sehr hoch einzustufen, was auf die geringe Porosität im Gefüge zurückgeführt wird.

Insgesamt zeigten die Versuche, dass die bestimmten mechanischen Eigenschaften des  $\mu$ PIM Materials recht nahe an den Literaturwerten von konventionellem und zum Teil sogar über denen von PIM 17-4PH liegen. Daher lässt sich schlussfolgern, dass das Mikropulverspritzgießen – aus mechanischer Sicht – ein mögliches Verfahren zur Massenproduktion von Komponenten für die



Mikrosystemtechnik ist, da so komplex geformte Geometrien mit guten mechanischen Eigenschaften hergestellt werden können. Zudem geht aus der Arbeit hervor, dass für das Ausscheidungshärten von  $\mu$ PIM 17-4PH kein Lösungsglühen mit anschließendem Abschrecken nötig ist, da die Kombination aus Sintern und Auslagern bereits die gewünschten Kupferausscheidungen im Gefüge erzeugt. Da der Temperaturverlauf beim Auslagern keine sprunghaften Wechsel beinhaltet, reduziert dieses Vorgehen die Gefahr des Bauteilverzugs. Die Einhaltung von engen Maßtoleranzen ist somit deutlich einfacher zu realisieren.



# 11 Ausblick

Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen bereits, dass die  $\mu$ PIM Proben gute mechanische Eigenschaften aufweisen. Mit einigen Optimierungen der Mikrostruktur könnten die Festigkeiten aber noch weiter gesteigert werden. Der wichtigste Schritt dabei wäre die Entstehung der Siliziumdioxidausscheidungen zu verhindern, da sie sowohl die Zuverlässigkeit des Materials verschlechtern, als auch die statische- und zyklische Festigkeit herabsetzen. Ein Ansatz dafür wurde bereits von Gülsoy et al. [77], [83] entwickelt, der möglicherweise auch auf die Membranträger angewendet werden kann. Durch eine geringe Zugabe von Boriden zum  $\mu$ PIM Pulver kann demnach die Siliziumdioxidausscheidung eingedämmt werden. Weiteres Optimierungspotenzial besteht in der Reduktion des Ferritanteils, beispielsweise durch strengere Toleranzen für die chemische Zusammensetzung des  $\mu$ PIM Pulvers oder durch eine Veränderung der Sinteratmosphäre. Hier sei aber angemerkt, dass sich die Duktilität dabei deutlich verringern würde.

Da die Ergebnisse der mechanischen Untersuchungen keine stark ausgeprägten Streuungen zeigten, kann davon ausgegangen werden, dass die getesteten Bauteile noch polykristallines Verhalten zeigen. Dementsprechend ist es – aus mechanischer Sicht – möglich noch kleiner Komponenten herzustellen, ohne ein orientierungsabhängiges Verhalten der mechanischen Eigenschaften zu erhalten. Allerdings muss dabei mit dem Auftreten von Größeneffekten gerechnet werden.

Da es mit der vorgestellten Testmethodik nun möglich ist die mechanischen Eigenschaften von Mikrobauteile zu messen, lassen sich solche Komponenten zukünftig einfacher bezüglich der Betriebsbelastungen optimieren. Dementsprechend kann mit den

Erkenntnissen dieser Arbeit die Leistungsfähigkeit von Mikrosystemen weiter verbessert werden.

## 12 Literaturverzeichnis

- [1] J. Abrams, Wirtschaftliche Potentiale der Miniaturisierung aus industrieller Sicht: Eine empirisch, fallstudienhafte Untersuchung in der Branche Kraftfahrzeugtechnik. Diplomica Verlag GmbH, 1999.
- [2] U. Hilleringmann, Mikrosystemtechnik: Prozessschritte, Technologien, Anwendungen. Springer-Verlag, 2008.
- [3] Yole Développement, "MEMS Market Forecast: 2014 - 2020." [Online]. Available: [http://www.yole.fr/iso\\_album/illus\\_memsmarket\\_yole\\_may2015.jpg](http://www.yole.fr/iso_album/illus_memsmarket_yole_may2015.jpg). [Accessed: 22-Oct-2015].
- [4] R. Bierhals, K. Cuhls, V. Hüntrup, M. Schünemann, U. Thies, and H. Weule, Mikrosystemtechnik - Wann kommt der Marktdurchbruch? Miniaturisierungsstrategien im Technologiewettbewerb zwischen USA, Japan und Deutschland. Springer-Verlag, 2013.
- [5] E. W. Becker, W. Ehrfeld, P. Hagmann, A. Maner, and D. Münchmeyer, "Fabrication of microstructures with high aspect ratios and great structural heights by synchrotron radiation lithography, galvanofforming, and plastic moulding (LIGA process)," *Microelectron. Eng.*, vol. 4, no. 1, pp. 35–56, May 1986.
- [6] M. J. Madou, "LIGA and Other Replication Techniques," in *The MEMS handbook* / ed. by Mohamed Gad-el-Hak, CRC Press LLC, 2002.
- [7] M. Rothschild and D. J. Ehrlich, "A review of excimer laser projection lithography," *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. 6, no. 1, pp. 1–17, Jan. 1988.
- [8] M. J. Madou, "MEMS Fabrication," in *The MEMS handbook* / ed. by Mohamed Gad-el-Hak, CRC Press LLC, 2002.
- [9] J. M. Bustillo, R. T. Howe, and R. S. Muller, "Surface micromachining for microelectromechanical systems," *Proc. IEEE*, vol. 86, no. 8, pp. 1552–1574, Aug. 1998.
- [10] J. Hesselbach, A. Raatz, J. Wrege, H. Herrmann, H. Weule, C. Buchholz, H. Tritschler, M. Knoll, J. Elsner, F. Klocke, J. von Bodenhausen, and A. Klitzing, "mikroPRO - Untersuchung zum internationalen Stand der Mikroproduktionstechnik," *Wt Werkstattstech.*, vol. 93, no. 3, pp. 119–128, 2003.

- [11] H. W. Hoffmeister and M. Hlavac, "Spanende Fertigungsverfahren für die Herstellung von Mikrostrukturen," in *Mikrosystemtechnik-Kongress 2005: 10. bis 12. Oktober 2005 in Freiburg*, VDE Verlag, 2005.
- [12] Z. Y. Liu, N. H. Loh, S. B. Tor, K. A. Khor, Y. Murakoshi, R. Maeda, and T. Shimizu, "Micro-powder injection molding," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 127, no. 2, pp. 165–168, Sep. 2002.
- [13] V. Piotter, T. Benzler, T. Gietzelt, R. Ruprecht, and J. Haußelt, "Micro Powder Injection Molding," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 2, no. 10, pp. 639–642, Oct. 2000.
- [14] T. Shimizu, Y. Murakoshi, T. Sano, R. Maeda, and S. Sugiyama, "Fabrication of micro-parts by high aspect ratio structuring and metal injection molding using the supercritical debinding method," *Microsyst. Technol.*, vol. 5, no. 2, pp. 90–92, Dec. 1998.
- [15] V. Piotter, A. Klein, T. Mueller, and K. Plewa, "Manufacturing of integrative membrane carriers by novel powder injection molding," *Microsyst. Technol.*, pp. 1–7, May 2015.
- [16] V. T. Srikar and S. M. Spearing, "A critical review of microscale mechanical testing methods used in the design of microelectromechanical systems," *Exp. Mech.*, vol. 43, no. 3, pp. 238–247, Sep. 2003.
- [17] D. S. Gianola and C. Eberl, "Micro- and nanoscale tensile testing of materials," *JOM*, vol. 61, no. 3, pp. 24–35, Mar. 2009.
- [18] H. Yin, C. Jia, and X. Qu, "Micro powder injection molding—large scale production technology for micro-sized components," *Sci. China Ser. E Technol. Sci.*, vol. 51, no. 2, pp. 121–126, Feb. 2008.
- [19] T. Yi and C.-J. Kim, "Measurement of mechanical properties for MEMS materials," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 10, no. 8, p. 706, Aug. 1999.
- [20] M. A. Haque and M. T. A. Saif, "A review of MEMS-based microscale and nanoscale tensile and bending testing," *Exp. Mech.*, vol. 43, no. 3, pp. 248–255, Sep. 2003.
- [21] J. William N. Sharpe, "Mechanical properties of MEMS materials," in *The MEMS handbook*, M. Gad-el-Hak, Ed. CRC Press LLC, 2002.
- [22] K. J. Hemker and W. N. Sharpe, "Microscale Characterization of Mechanical Properties," *Annu. Rev. Mater. Res.*, vol. 37, no. 1, pp. 93–126, 2007.

- [23] K. Reif, Sensoren im Kraftfahrzeug. Springer Vieweg, 2012.
- [24] T. B. Jones and N. G. Nenadic, Electromechanics and MEMS / Thomas B. Jones ; Nenad G. Nenadic. 2013.
- [25] M. Esashi, S. Sugiyama, K. Ikeda, Y. Wang, and H. Miyashita, "Vacuum-sealed silicon micromachined pressure sensors," Proc. IEEE, vol. 86, no. 8, pp. 1627–1639, Aug. 1998.
- [26] S. Beeby, MEMS mechanical sensors / Stephen Beeby ... 2004.
- [27] M.-H. Bao, Micro mechanical transducers : pressure sensors, accelerometers and gyroscopes / Min-Hang Bao. 2000.
- [28] G. Schultes, D. Göttel, and M. Cerino, "Hochempfindliche Stahlmembran-Drucksensoren mit lasergerechtem Messbrückenlayout," Dresdner-Sens.-Symp., vol. 11, 2013.
- [29] D. Giovanni, Flat and Corrugated Diaphragm Design Handbook. CRC Press, 1982.
- [30] AST, "Pressure Sensors / Transducer Materials." [Online]. Available: [http://www.automation.com/pdf\\_articles/Pressure\\_Sensors\\_Materials\\_AST.pdf](http://www.automation.com/pdf_articles/Pressure_Sensors_Materials_AST.pdf). [Accessed: 01-Oct-2014].
- [31] W. F. Smith, Structure and Properties of Engineering Alloys, 2 edition. New York: McGraw-Hill Science/Engineering/Math, 1993.
- [32] J.-H. Wu and C.-K. Lin, "Tensile and fatigue properties of 17-4 PH stainless steel at high temperatures," Metall. Mater. Trans. A, vol. 33, no. 6, pp. 1715–1724, Jun. 2002.
- [33] E. Roos and K. Maile, Werkstoffkunde für Ingenieure: Grundlagen, Anwendung, Prüfung. Springer-Verlag, 2014.
- [34] W. D. Callister and D. G. Rethwisch, Materialwissenschaften und Werkstofftechnik : eine Einführung. John Wiley & Sons, 2012.
- [35] E. O. Hall, "The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results," Proc. Phys. Soc. Sect. B, vol. 64, no. 9, p. 747, Sep. 1951.
- [36] N. J. Petch, "The cleavage strength of polycrystals," J. Iron Steel Inst., no. 174, pp. 25–28, 1953.
- [37] K. T. Ramesh, Nanomaterials: Mechanics and Mechanisms. Springer Science & Business Media, 2009.

- [38] O. Kraft, P. A. Gruber, R. Mönig, and D. Weygand, "Plasticity in Confined Dimensions," *Annu. Rev. Mater. Res.*, vol. 40, no. 1, pp. 293–317, 2010.
- [39] Deutsche Norm, "Nichtrostende Stähle – Teil 3: Technische Lieferbedingungen für Halbzeug, Stäbe, Walzdraht, gezogenen Draht, Profile und Blankstahlerzeugnisse aus korrosionsbeständigen Stählen für allgemeine Verwendung," DIN EN 10088-3.
- [40] "AK Steel 17-4PH data sheet." [Online]. Available: <http://www.aksteel.com/>. [Accessed: 03-Jul-2015].
- [41] ASTM International, "Standard Specification for Hot-Rolled and Cold-Finished Age-Hardening Stainless Steel Bars and Shapes," A564/A564M - 13.
- [42] M. Boniardi and A. Casaroli, "Rostfreie Edelmstähle." [Online]. Available: [http://www.lucefin.com/wp-content/files\\_mf/rostfreieedelstahle\\_low.pdf](http://www.lucefin.com/wp-content/files_mf/rostfreieedelstahle_low.pdf). [Accessed: 23-Jun-2015].
- [43] M. Murayama, K. Hono, and Y. Katayama, "Microstructural evolution in a 17-4 PH stainless steel after aging at 400 °C," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 30, no. 2, pp. 345–353, Feb. 1999.
- [44] Böhler, "Nichtrostender Stahl 17-4 PH." [Online]. Available: <http://www.boehler-edelstahl.com/files/N700DE.pdf>. [Accessed: 28-Oct-2014].
- [45] Deutsche Edelstahlwerke, "Nichtrostender martensitischer Stahl 1.4542 X5CrNiCuNb16-4." [Online]. Available: [http://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdatenblaetter/RS H/1.4542\\_de.pdf](http://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdatenblaetter/RS H/1.4542_de.pdf). [Accessed: 02-Jul-2015].
- [46] L. Klein SA, "Chronifer 17-4 PH data sheet." [Online]. Available: <http://www.kleinmetals.ch/shop/Datenblatt/D/511.pdf>. [Accessed: 28-Oct-2014].
- [47] AK Steel, "17-4 PH data sheet." [Online]. Available: [http://www.aksteel.com/pdf/markets\\_products/stainless/precipitation/17-4\\_ph\\_data\\_sheet.pdf](http://www.aksteel.com/pdf/markets_products/stainless/precipitation/17-4_ph_data_sheet.pdf). [Accessed: 03-Jul-2015].
- [48] H.-J. Bargel and G. Schulze, *Werkstoffkunde*. Springer Vieweg, 2012.
- [49] A. J. Sedriks, *Corrosion of stainless steels* / A. John Sedriks. Spons. by the Electrochemical Soc. 1996.



- [50] ThyssenKrupp, "Werkstoffdatenblatt 17-4PH." [Online]. Available: [http://www.thyssenkrupp.ch/documents/rsh\\_stab\\_4542.pdf](http://www.thyssenkrupp.ch/documents/rsh_stab_4542.pdf). [Accessed: 02-Jul-2015].
- [51] "TTT Diagram 17-4 PH." [Online]. Available: <http://www.metalravne.com/steelselector/steels/PK346.html>. [Accessed: 27-May-2015].
- [52] U. K. Viswanathan, S. Banerjee, and R. Krishnan, "Effects of aging on the microstructure of 17-4 PH stainless steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 104, pp. 181–189, Oct. 1988.
- [53] H. J. Rack and D. Kalish, "The strength, fracture toughness, and low cycle fatigue behavior of 17-4 PH stainless steel," *Metall. Trans.*, vol. 5, no. 7, pp. 1595–1605, Jul. 1974.
- [54] R. H. Espy, "Weldability of nitrogen-strengthened stainless steels," *Weld. J. Res Suppl*, vol. 61, pp. 149–156, 1982.
- [55] I. Ansara, T. G. Chart, P. Y. Chevalier, K. Hack, G. McHugh, M. H. Rand, and P. J. Spencer, *Phase Diagrams for Fe-Cr-Ni based Alloys Part 1*. Luxembourg: Commission of the European Communities, 1985.
- [56] J. Wang, H. Zou, C. Li, Y. Peng, S. Qiu, and B. Shen, "The microstructure evolution of type 17-4PH stainless steel during long-term aging at 350 °C," *Nucl. Eng. Des.*, vol. 236, no. 24, pp. 2531–2536, Dec. 2006.
- [57] H. Mirzadeh and A. Najafzadeh, "Aging kinetics of 17-4 PH stainless steel," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 116, no. 1, pp. 119–124, Jul. 2009.
- [58] H. Nakagawa, T. Miyazaki, and H. Yokota, "Effects of aging temperature on the microstructure and mechanical properties of 1.8Cu-7.3Ni-15.9Cr-1.2Mo-low C, N martensitic precipitation hardening stainless steel," *J. Mater. Sci.*, vol. 35, no. 9, pp. 2245–2253, May 2000.
- [59] C. N. Hsiao, C. S. Chiou, and J. R. Yang, "Aging reactions in a 17-4 PH stainless steel," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 74, no. 2, pp. 134–142, Mar. 2002.
- [60] H. Schenck, *Die Stahlerzeugung*. Springer-Verlag, 2013.
- [61] L. Gmelin and R. Durrer, *Metallurgie des Eisens*, vol. 6. Springer, 1978.

- [62] J. Wang, H. Zou, C. Li, S. Qiu, and B. Shen, "The effect of microstructural evolution on hardening behavior of type 17-4PH stainless steel in long-term aging at 350 °C," *Mater. Charact.*, vol. 57, no. 4–5, pp. 274–280, Dec. 2006.
- [63] U. Kamachi Mudali, A. K. Bhaduri, and J. B. Gnanamoorthy, "Localised corrosion behaviour of 17–4 PH stainless steel," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 6, no. 5, pp. 475–481, May 1990.
- [64] C. R. Das, H. C. Dey, G. Srinivasan, S. K. Albert, A. K. Bhaduri, and A. Dasgupta, "Weldability of 17-4PH stainless steel in overaged heat treated condition," *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 11, no. 5, pp. 502–508, Oct. 2006.
- [65] K. H. Matlack, H. A. Bradley, S. Thiele, J.-Y. Kim, J. J. Wall, H. J. Jung, J. Qu, and L. J. Jacobs, "Nonlinear ultrasonic characterization of precipitation in 17-4PH stainless steel," *NDT E Int.*, vol. 71, pp. 8–15, Apr. 2015.
- [66] Sandmeyer Steel Company, "Specification Sheet: Alloy 17-4PH." [Online]. Available: <http://www.sandmeyersteel.com/images/17-4PH-Spec-Sheet.pdf>. [Accessed: 02-Jul-2015].
- [67] aalco, "Stainless Steel - Precipitation Hardening - 1.4542 Bar." [Online]. Available: [http://www.aalco.co.uk/datasheets/Stainless-Steel-14542-Bar\\_100.ashx](http://www.aalco.co.uk/datasheets/Stainless-Steel-14542-Bar_100.ashx). [Accessed: 28-Oct-2014].
- [68] Boeing Vertol Division, "Fatigue Properties of 17-4 PH and 15-5 PH Steel in the H-900 and H-1050 Condition." [Online]. Available: <http://www.dtic.mil/dtic/tr/fulltext/u2/691794.pdf>. [Accessed: 29-Jan-2015].
- [69] D. Nie and Y. Mutoh, "Fatigue Limit Prediction of the Matrix of 17-4PH Stainless Steel Based on Small Crack Mechanics," *J. Press. Vessel Technol.*, vol. 135, no. 2, p. 021407, Mar. 2013.
- [70] V. Kazymyrovych, "Very high cycle fatigue of engineering materials - A literature review," *Faculty of Technology and Science - Materials Engineering, Karlstadt*, 22, 2009.
- [71] R. Viswanathan, J. E. Wittig, and B. C. Syrett, "Corrosion Fatigue of 17-4PH Turbine Blade Steel in Chloride Environments." .
- [72] U. M. Attia and J. R. Alcock, "A review of micro-powder injection moulding as a microfabrication technique," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 21, no. 4, p. 043001, Apr. 2011.
- [73] D. F. Heaney, *Handbook of Metal Injection Molding*. Elsevier, 2012.

- [74] R. Zauner, "Micro powder injection moulding," *Microelectron. Eng.*, vol. 83, no. 4–9, pp. 1442–1444, Apr. 2006.
- [75] H.-J. Sung, T. K. Ha, S. Ahn, and Y. W. Chang, "Powder injection molding of a 17-4 PH stainless steel and the effect of sintering temperature on its microstructure and mechanical properties," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 130–131, pp. 321–327, Dec. 2002.
- [76] Y. Wu, R. M. German, D. Blaine, B. Marx, and C. Schlaefel, "Effects of residual carbon content on sintering shrinkage, microstructure and mechanical properties of injection molded 17-4 PH stainless steel," *J. Mater. Sci.*, vol. 37, no. 17, pp. 3573–3583, Sep. 2002.
- [77] H. Özkan Gülsoy, "Influence of nickel boride additions on sintering behaviors of injection moulded 17-4 PH stainless steel powder," *Scr. Mater.*, vol. 52, no. 3, pp. 187–192, Feb. 2005.
- [78] "Metal injection molding: materials and properties." [Online]. Available: [http://www.pim-international.com/designing\\_for\\_PIM/materials](http://www.pim-international.com/designing_for_PIM/materials). [Accessed: 25-May-2015].
- [79] B. Smarslok and R. M. German, "Identification of design parameters in metal powder injection molding," *J. Adv. Mater.*, vol. 37, no. 4, pp. 3–11, 2005.
- [80] MPIF, "Materials Standards for Metal Injection Molded Parts, 2007 Edition," Standard 35.
- [81] M.-W. Wu, Z.-K. Huang, C.-F. Tseng, and K.-S. Hwang, "Microstructures, mechanical properties, and fracture behaviors of metal-injection molded 17-4PH stainless steel," *Met. Mater. Int.*, vol. 21, no. 3, pp. 531–537, May 2015.
- [82] H. Ö. Gülsoy, S. Özbek, and T. Baykara, "Microstructural and mechanical properties of injection moulded gas and water atomised 17-4 PH stainless steel powder," *Powder Metall.*, vol. 50, no. 2, pp. 120–126, Jun. 2007.
- [83] H. Ö. Gülsoy, S. Salman, and S. Özbek, "Effect of FeB additions on sintering characteristics of injection moulded 17-4PH stainless steel powder," *J. Mater. Sci.*, vol. 39, no. 15, pp. 4835–4840, Aug. 2004.
- [84] C.-W. Chang, P.-H. Chen, and K.-S. Hwang, "Enhanced Mechanical Properties of Injection Molded 17-4PH Stainless Steel through Reduction of Silica Particles by Graphite Additions," *Mater. Trans.*, vol. 51, no. 12, pp. 2243–2250, 2010.

- [85] Y. Li, L. Li, and K. A. Khalil, "Effect of powder loading on metal injection molding stainless steels," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 183, no. 2–3, pp. 432–439, Mar. 2007.
- [86] K. A. Khalil and S. W. Kim, "Relationship between binder contents and mechanical properties of 17-4 ph stainless steel fabricated by PIM process and sintering," *Met. Mater. Int.*, vol. 12, no. 2, pp. 101–106, Apr. 2006.
- [87] "Powdermet 2010 Sandvik Osprey PaperA - effect-of-particle-size-distribution-on-processing-and-properties-of-mim-17-4PH.pdf." [Online]. Available: [http://www.smt.sandvik.com/Global/Downloads/Products\\_downloads/metal\\_powders/technical\\_papers/effect-of-particle-size-distribution-on-processing-and-properties-of-mim-17-4PH.pdf](http://www.smt.sandvik.com/Global/Downloads/Products_downloads/metal_powders/technical_papers/effect-of-particle-size-distribution-on-processing-and-properties-of-mim-17-4PH.pdf). [Accessed: 02-Mar-2015].
- [88] "ATW Companies - Typical Mechanical Properties of Parmatech PIM Alloys." [Online]. Available: <http://www.atwcompanies.com/parmatech/capabilities/metal-injection-molding/pim-materials/typical-mechanical-properties-of-parmatech-pim-alloys>. [Accessed: 25-May-2015].
- [89] "Powdermet 2010 Sandvik Osprey PaperA - effect-of-particle-size-distribution-on-processing-and-properties-of-mim-17-4PH.pdf." .
- [90] C. T. Schade, P. D. Stears, A. Lawley, and R. D. Doherty, "Precipitation-hardening PM stainless steels," *Int. J. Powder Metall.*, vol. 43, no. 4, pp. 51–59, 2007.
- [91] R. M. German, "Medical and dental applications for microminiature powder injection moulding," *Int. J. Powder Inject. Mould.*, vol. 3, no. 2, pp. 21–29, 2009.
- [92] P. Imgrund, A. Rota, and A. Simchi, "Microinjection moulding of 316L/17-4PH and 316L/Fe powders for fabrication of magnetic–nonmagnetic bimetals," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 200, no. 1–3, pp. 259–264, May 2008.
- [93] L. Liu, N. H. Loh, B. Y. Tay, S. B. Tor, Y. Murakoshi, and R. Maeda, "Micro powder injection molding: Sintering kinetics of microstructured components," *Scr. Mater.*, vol. 55, no. 12, pp. 1103–1106, Dec. 2006.
- [94] V. Piotter, "Micro metal injection molding (MicroMIM)," in *Handbook of Metal Injection Molding*, D. F. Heaney, Ed. Elsevier, 2012.

- [95] T. Kennerknecht, *Fatigue of Micro Molded Materials - Aluminum Bronze and Ytria Stabilized Zirconia*. Karlsruhe: KIT Scientific Publishing, 2014.
- [96] M. Auhorn, T. Beck, V. Schulze, and D. Löhe, "Determination of mechanical properties of slip cast, micro powder injection moulded and microcast high aspect ratio microspecimens," *Microsyst. Technol.*, vol. 10, no. 6–7, pp. 489–492, Oct. 2004.
- [97] M. Auhorn, B. Kasanická, T. Beck, V. Schulze, and D. Löhe, "Microstructure, surface topography and mechanical properties of slip cast and powder injection moulded microspecimens made of zirconia," *Z. Für Met.*, vol. 94, no. 5, pp. 599–605, May 2003.
- [98] M. Auhorn, T. Beck, V. Schulze, and D. Löhe, "Quasi-static and cyclic testing of specimens with high aspect ratios produced by micro-casting and micro-powder-injection-moulding," *Microsyst. Technol.*, vol. 8, no. 2–3, pp. 109–112, May 2002.
- [99] G. Fu, N. H. Loh, S. B. Tor, B. Y. Tay, Y. Murakoshi, and R. Maeda, "Injection molding, debinding and sintering of 316L stainless steel microstructures," *Appl. Phys. A*, vol. 81, no. 3, pp. 495–500, May 2005.
- [100] C. Quinard, T. Barriere, and J. C. Gelin, "Development and property identification of 316L stainless steel feedstock for PIM and  $\mu$ PIM," *Powder Technol.*, vol. 190, no. 1–2, pp. 123–128, Mar. 2009.
- [101] K. Nishiyabu, I. Andrews, and S. Tanaka, "Making and measuring in micro MIM manufacturing," *Met. Powder Rep.*, vol. 64, no. 9, pp. 22–25, Oct. 2009.
- [102] G. Dehm, C. Motz, C. Scheu, H. Clemens, P. H. Mayrhofer, and C. Mitterer, "Mechanical Size-Effects in Miniaturized and Bulk Materials," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 8, no. 11, pp. 1033–1045, Nov. 2006.
- [103] J. R. Greer and J. T. M. De Hosson, "Plasticity in small-sized metallic systems: Intrinsic versus extrinsic size effect," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 56, no. 6, pp. 654–724, Aug. 2011.
- [104] D. Yao and B. Kim, "Scaling Issues in Miniaturization of Injection Molded Parts," *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 126, no. 4, pp. 733–739, Feb. 2005.
- [105] K. S. Kumar, H. Van Swygenhoven, and S. Suresh, "Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys<sup>1</sup>," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 19, pp. 5743–5774, Nov. 2003.

- [106] M. A. Meyers, A. Mishra, and D. J. Benson, "Mechanical properties of nanocrystalline materials," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 51, no. 4, pp. 427–556, May 2006.
- [107] G. P. Zhang, R. Schwaiger, C. A. Volkert, and O. Kraft, "Effect of film thickness and grain size on fatigue-induced dislocation structures in Cu thin films," *Philos. Mag. Lett.*, vol. 83, no. 8, pp. 477–483, Aug. 2003.
- [108] G. P. Zhang, C. A. Volkert, R. Schwaiger, P. Wellner, E. Arzt, and O. Kraft, "Length-scale-controlled fatigue mechanisms in thin copper films," *Acta Mater.*, vol. 54, no. 11, pp. 3127–3139, Jun. 2006.
- [109] M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando, and W. D. Nix, "Sample Dimensions Influence Strength and Crystal Plasticity," *Science*, vol. 305, no. 5686, pp. 986–989, Aug. 2004.
- [110] M. P. Echlin, W. C. Lenthe, and T. M. Pollock, "Three-dimensional sampling of material structure for property modeling and design," *Integrating Mater. Manuf. Innov.*, vol. 3, no. 1, pp. 1–14, Jun. 2014.
- [111] Y. Furuya, "Specimen size effects on gigacycle fatigue properties of high-strength steel under ultrasonic fatigue testing," *Scr. Mater.*, vol. 58, no. 11, pp. 1014–1017, Jun. 2008.
- [112] M. D. Chapetti, T. Tagawa, and T. Miyata, "Ultra-long cycle fatigue of high-strength carbon steels part I: review and analysis of the mechanism of failure," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 356, no. 1–2, pp. 227–235, Sep. 2003.
- [113] W. N. S. Jr, J. Bagdahn, K. Jackson, and G. Coles, "Tensile testing of MEMS materials—recent progress," *J. Mater. Sci.*, vol. 38, no. 20, pp. 4075–4079, Oct. 2003.
- [114] D. S. Gianola, A. Sedlmayr, R. Mönig, C. A. Volkert, R. C. Major, E. Cyrankowski, S. a. S. Asif, O. L. Warren, and O. Kraft, "In situ nanomechanical testing in focused ion beam and scanning electron microscopes," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 82, no. 6, p. 063901, Jun. 2011.
- [115] S. Orso, U. G. K. Wegst, C. Eberl, and E. Arzt, "Micrometer-Scale Tensile Testing of Biological Attachment Devices," *Adv. Mater.*, vol. 18, no. 7, pp. 874–877, Apr. 2006.
- [116] B. G. Demczyk, Y. M. Wang, J. Cumings, M. Hetman, W. Han, A. Zettl, and R. O. Ritchie, "Direct mechanical measurement of the tensile strength and elastic modulus of multiwalled carbon nanotubes," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 334, no. 1–2, pp. 173–178, Sep. 2002.

- [117] N. J. Briot, T. Kennerknecht, C. Eberl, and T. J. Balk, "Mechanical properties of bulk single crystalline nanoporous gold investigated by millimetre-scale tension and compression testing," *Philos. Mag.*, vol. 94, no. 8, pp. 847–866, Mar. 2014.
- [118] D. Leisen, R. Rusanov, F. Rohlfig, T. Fuchs, C. Eberl, H. Riesch-Oppermann, and O. Kraft, "Mechanical characterization between room temperature and 1000 °C of SiC free-standing thin films by a novel high-temperature micro-tensile setup," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 86, no. 5, p. 055104, May 2015.
- [119] D. Kiener, W. Grosinger, and G. Dehm, "On the importance of sample compliance in uniaxial microtesting," *Scr. Mater.*, vol. 60, no. 3, pp. 148–151, Feb. 2009.
- [120] H. S. Cho, K. J. Hemker, K. Lian, J. Goettert, and G. Dirras, "Measured mechanical properties of LIGA Ni structures," *Sens. Actuators Phys.*, vol. 103, no. 1–2, pp. 59–63, Jan. 2003.
- [121] Y. Zhu, A. Corigliano, and H. D. Espinosa, "A thermal actuator for nanoscale in situ microscopy testing: design and characterization," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 16, no. 2, p. 242, Feb. 2006.
- [122] M. D. Uchic, P. A. Shade, and D. M. Dimiduk, "Plasticity of Micrometer-Scale Single Crystals in Compression," *Annu. Rev. Mater. Res.*, vol. 39, no. 1, pp. 361–386, 2009.
- [123] T. C. Chu, W. F. Ranson, and M. A. Sutton, "Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics," *Exp. Mech.*, vol. 25, no. 3, pp. 232–244, Sep. 1985.
- [124] F. Hild and S. Roux, "Digital Image Correlation: from Displacement Measurement to Identification of Elastic Properties – a Review," *Strain*, vol. 42, no. 2, pp. 69–80, May 2006.
- [125] B. Pan, K. Qian, H. Xie, and A. Asundi, "Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 20, no. 6, p. 062001, Jun. 2009.
- [126] J.-J. Orteu, "3-D computer vision in experimental mechanics," *Opt. Lasers Eng.*, vol. 47, no. 3–4, pp. 282–291, Mar. 2009.
- [127] D. Lecompte, A. Smits, S. Bossuyt, H. Sol, J. Vantomme, D. Van Hemelrijck, and A. M. Habraken, "Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation," *Opt. Lasers Eng.*, vol. 44, no. 11, pp. 1132–1145, Nov. 2006.

- [128] M. A. Sutton, N. Li, D. Garcia, N. Cornille, J. J. Orteu, S. R. McNeill, H. W. Schreier, X. Li, and A. P. Reynolds, "Scanning Electron Microscopy for Quantitative Small and Large Deformation Measurements Part II: Experimental Validation for Magnifications from 200 to 10,000," *Exp. Mech.*, vol. 47, no. 6, pp. 789–804, Mar. 2007.
- [129] O. Kraft and C. A. Volkert, "Mechanical Testing of Thin Films and Small Structures," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 3, no. 3, pp. 99–110, Mar. 2001.
- [130] M. Legros, B. R. Elliott, M. N. Rittner, J. R. Weertman, and K. J. Hemker, "Microsample tensile testing of nanocrystalline metals," *Philos. Mag. A*, vol. 80, no. 4, pp. 1017–1026, May 2000.
- [131] J. William N. Sharpe, B. Yuan, and R. Vaidyanathan, "Measurement of Young's Modulus, Poissons Ratio, and Tensile Strength of Polysilicon," in *Proceedings of the Tenth IEEE International Workshop on Microelectromechanical Systems*, Nagoya, Japan, 1997, pp. 424–429.
- [132] D. Son, J. Kim, T. W. Lim, and D. Kwon, "Evaluation of fatigue strength of LIGA nickel film by microtensile tests," *Scr. Mater.*, vol. 50, no. 10, pp. 1265–1269, May 2004.
- [133] "Metal powder in precipitation hardening stainless steel — Sandvik Materials Technology." [Online]. Available: <http://www.smt.sandvik.com/en/products/metal-powder/list-of-materials/precipitation-hardening-stainless-steels/>. [Accessed: 02-Mar-2015].
- [134] T. Müller, "Persönliche Kommunikation: Herstellung des Mikrospritzgegossenen Materials," 03-Mar-2015.
- [135] "Powder for micro-MIM — Sandvik Materials Technology." [Online]. Available: <http://www.smt.sandvik.com/en/products/metal-powder/micro-mim/>. [Accessed: 02-Mar-2015].
- [136] Industrieller Kooperationspartner, "Persönliche Kommunikation: Wärmebehandlung," 24-Mar-2014.
- [137] Deutsche Norm, "Prüfung metallischer Werkstoffe - Zugproben," DIN 50125.
- [138] C. Mattheck, *Verborgene Gestaltungsgesetze der Natur : Optimalformen ohne Computer* / Claus Mattheck. Karlsruher Institut für Technologie, 2006.



- [139] "Unternehmensprofil Schmitt Lasertechnik GmbH – Wir über uns." [Online]. Available: <http://www.slt-online.de/unternehmen/index.html>. [Accessed: 09-Mar-2015].
- [140] "Digital Image Correlation and Tracking - File Exchange - MATLAB Central." [Online]. Available: [http://www.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/file\\_info/12413-digital-image-correlation-and-tracking](http://www.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/file_info/12413-digital-image-correlation-and-tracking). [Accessed: 19-Mar-2015].
- [141] W. J. Dixon and A. M. Mood, "A Method for Obtaining and Analyzing Sensitivity Data," *J. Am. Stat. Assoc.*, vol. 43, no. 241, pp. 109–126, Mar. 1948.
- [142] W. J. Dixon, "Staircase bioassay: The up-and-down method," *Neurosci. Biobehav. Rev.*, vol. 15, no. 1, pp. 47–50, 1991.
- [143] M. Hück, "Ein verbessertes Verfahren für die Auswertung von Treppenstufenversuchen," *Mater. Werkst.*, vol. 14, no. 12, pp. 406–417, Dec. 1983.
- [144] D. Radaj and M. Vormwald, *Ermüdungsfestigkeit : Grundlagen für Ingenieure / Dieter Radaj ; Michael Vormwald*. 2007.
- [145] T. R. Gurney, *Fatigue of Welded Structures*. CUP Archive, 1979.
- [146] E. Haibach, *Betriebsfestigkeit : Verfahren und Daten zur Bauteilberechnung / Erwin Haibach*. 2006.
- [147] T. Maitland and S. Sitzman, *Electron backscatter diffraction (EBSD) technique and materials characterization examples*, vol. 14. Springer Berlin, 2007.
- [148] N. Gao, S. C. Wang, H. S. Ubhi, and M. J. Starink, "A comparison of grain size determination by light microscopy and EBSD analysis," *J. Mater. Sci.*, vol. 40, no. 18, pp. 4971–4974, Sep. 2005.
- [149] A. W. Wilson, J. D. Madison, and G. Spanos, "Determining phase volume fraction in steels by electron backscattered diffraction," *Scr. Mater.*, vol. 45, no. 12, pp. 1335–1340, Dec. 2001.
- [150] F. Schreiber and H.-J. Engell, "Bildung und Einfluß von  $\alpha'$ -Martensit auf die Spannungsrißkorrosion von Chrom-Nickel-Stählen," *Mater. Corros.*, vol. 23, no. 3, pp. 175–180, Mar. 1972.
- [151] R. Laska and C. Felsch, *Werkstoffkunde für Ingenieure*. Springer-Verlag, 2013.

- [152] R. Schäfer and H. Brearley, Die Werkzeugstähle und ihre Wärmebehandlung: Berechtigte deutsche Bearbeitung der Schrift „The heat treatment of tool steel“ von Harry Brearley, Sheffield. Springer-Verlag, 2013.
- [153] J. Cermak and L. Kral, “Carbon diffusion in carbon-supersaturated ferrite and austenite,” *J. Alloys Compd.*, vol. 586, pp. 129–135, Feb. 2014.
- [154] Deutsche Edelstahlwerke, “Vergleich der physikalischen, mechanischen und korrosiven Eigenschaften von stabilisierten (1.4571) und niedrig kohlenstoffhaltigen (1.4404) austenitischen rostfreien Stählen.” [Online]. Available: [http://www.edelstahlrostfrei.de/downloads/ISER/4571\\_4404\\_DEW.pdf](http://www.edelstahlrostfrei.de/downloads/ISER/4571_4404_DEW.pdf). [Accessed: 11-Jul-2015].
- [155] G. Schulze, Die Metallurgie Des Schweissens: Eisenwerkstoffe--Nichteisenmetallische Werkstoffe. Springer-Verlag, 2010.
- [156] U. Heubner, Nickelwerkstoffe und hochlegierte Sonderedelstähle: Eigenschaften - Verarbeitung - Anwendungen ; mit 64 Tabellen. expert verlag, 2009.
- [157] C.-C. Hsieh and W. Wu, “Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels,” *ISRN Metall.*, vol. 2012, 2012.
- [158] P. Duhaj, J. Ivan, and E. Makovicky, “Sigma phase precipitation in austenitic steels,” *J. Iron Steel Inst.*, vol. 206, no. 12, pp. 1245–1251, 1968.
- [159] M. E. Wilms, V. J. Gadgil, J. M. Krougman, and F. P. Ijsseling, “The effect of  $\sigma$ -phase precipitation at 800°C on the corrosion resistance in sea-water of a high alloyed duplex stainless steel,” *Corros. Sci.*, vol. 36, no. 5, pp. 871–881, May 1994.
- [160] C. M. Souza Jr., H. F. G. Abreu, S. S. M. Tavares, and J. M. A. Rebello, “The  $\sigma$  phase formation in annealed UNS S31803 duplex stainless steel: Texture aspects,” *Mater. Charact.*, vol. 59, no. 9, pp. 1301–1306, Sep. 2008.
- [161] M. F. McGuire, *Stainless Steels for Design Engineers*. ASM International, 2008.
- [162] E. Folkhard, G. Rabensteiner, E. Perteneder, H. Schabereiter, and J. Tösch, *Welding Metallurgy of Stainless Steels*, Softcover reprint of the original 1st ed. 1988 edition. Vienna: Springer, 2012.

- [163] "Interkristalline Korrosion (IK)." [Online]. Available: [http://mobile.euro-inox.org/map/intergranular\\_corrosion/DE\\_intergranular\\_corrosion.php](http://mobile.euro-inox.org/map/intergranular_corrosion/DE_intergranular_corrosion.php). [Accessed: 11-Jul-2015].
- [164] T. Gerthsen, Chemie für den Maschinenbau. KIT Scientific Publishing, 2006.
- [165] S. Hasse, Giesserei-Lexikon. Fachverlag Schiele & Schoen, 2007.
- [166] R. Jörg, "Bestimmung nichtmetallischer Einschlussverbindungen in Stählen mit Hilfe der Röntgenfluoreszenz- und Röntgenemissionsspektrometrie," Universität Dortmund, Dortmund, 2001.
- [167] W. Clarke, "W. Koch, Metallkundliche analyse Verlag stahleisen, düsseldorf-Verlag Chemie. Weinheim/Bergstrasse, 1965, 497 S. Ganzleinen DM 135," Anal. Chim. Acta - ANAL CHIM ACTA, vol. 36, no. 1, 1966.
- [168] P. Suri, R. P. Koseski, and R. M. German, "Microstructural evolution of injection molded gas- and water-atomized 316L stainless steel powder during sintering," Mater. Sci. Eng. A, vol. 402, no. 1-2, pp. 341-348, Aug. 2005.
- [169] "A Comparison of Techniques for Processing Powder Metal Injection Molded 17-4 PH Materials - Comparisonoftechniquesforprocessingpowdermetalinjectionmolded.pdf." .
- [170] J. Lou, Y. M. Li, H. He, and L. J. Li, "Effect of atomisation medium on sintering properties of austenitic stainless steel by eliminating influence of particle shape and particle size," Powder Metall., vol. 53, no. 2, pp. 112-117, Jun. 2010.
- [171] T. Tunberg and L. Nyborg, "Surface Reactions During Water Atomisation and Sintering of Austenitic Stainless Steel Powder," Powder Metall., vol. 38, no. 2, pp. 120-130, Jan. 1995.
- [172] S. Kalpakjian, S. R. Schmid, and E. Werner, Werkstofftechnik. Pearson Deutschland GmbH, 2011.
- [173] A. Bag and K. K. Ray, "A new model to explain the unusual tensile behavior of high martensite dual-phase steels," Metall. Mater. Trans. A, vol. 32, no. 9, pp. 2400-2403, Sep. 2001.
- [174] R. M. German, Powder metallurgy science / Randall M. German. Metal Powder Industry, 1994.

- [175] M. Vater, Über die Abhängigkeit des Formänderungsvermögens metallischer Werkstoffe vom Spannungszustand bei unterschiedlich hoher Temperatur und Formänderungsgeschwindigkeit. Springer-Verlag, 2013.
- [176] M. S. Rashid, "Dual Phase Steels," *Annu. Rev. Mater. Sci.*, vol. 11, no. 1, pp. 245–266, 1981.
- [177] Salzgitter-AG, "Eigenschaftskarte gängiger Stahlsorten." [Online]. Available: [http://www.salzgitter-ag.com/fileadmin/mediadb/szag/presse/konzernmagazin/2009/Ausgabe\\_03/stil\\_2009\\_03\\_bild\\_007.jpg](http://www.salzgitter-ag.com/fileadmin/mediadb/szag/presse/konzernmagazin/2009/Ausgabe_03/stil_2009_03_bild_007.jpg). [Accessed: 16-Jul-2015].
- [178] E. Macherauch, "Kerbschlagbiege Zähigkeit," in *Praktikum in Werkstoffkunde*, Vieweg+Teubner Verlag, 1990, pp. 207–211.
- [179] R. L. Sierakowski, "STRAIN RATE BEHAVIOR OF METALS AND COMPOSITES," in *Convegno IGF XIII Cassino 1997*, 2008.
- [180] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer-Verlag, 2013.
- [181] D. Radaj and M. Vormwald, *Ermüdungsfestigkeit: Grundlagen für Ingenieure*. Springer-Verlag, 2007.
- [182] E. Siebel and M. Gaier, "Untersuchungen über den Einfluß der Oberflächenbeschaffenheit auf die Dauerschwingfestigkeit metallischer Bauteile," *VDI-Z*, no. 98, pp. 1751–1774, 1956.
- [183] J. Dankert and H. Dankert, *Technische Mechanik: Statik, Festigkeitslehre, Kinematik/Kinetik*. Springer-Verlag, 2013.
- [184] W. Dax, N. Drozd, D. Gläser, H. Itschner, G. Kotsch, J. Slaby, and A. Weiß, *Tabellenbuch für Metalltechnik 11.*, überarbeitete und erweiterte Auflage. Hamburg: Handwerk und Technik, 2005.

# Anhang

## A.1 Zugekaufte Komponenten des Versuchsaufbaus

Die nachfolgende Aufzählung gibt eine Übersicht über alle zugekauften Komponenten des Versuchsaufbaus sowie deren Hersteller, Bezeichnungen und Spezifikationen.

- Piezo-Aktuator      Physik Instrumente P-843.40
  - Verfahrweg                      60  $\mu\text{m}$
  - Positionsauflösung              1,2 nm
  - Max. Zugkraft                    300 N
  - Steifigkeit                        45 N/ $\mu\text{m}$
  
- Piezo-Verstärker      Physik Instrumente E-505.00
  - Leistung                            200 W
  - Steuerspannung                  -10 – +10 V
  - Ausgabespannung                -30 – 130 V
  - Integrierte PID-Regelung
  
- Kraftmesszelle      Disynet XFTC-310-50
  - Messbereich                         $\pm 50$  N
  - Auflösung                         25 mN
  - Steifigkeit                         45 N/ $\mu\text{m}$
  - Kompensierter Temperaturbereich      0 – 60 °C
  
- Verstärker Kraftmesszelle      Disynet XAM-BV
  - Ausgangsspannung
  - Verstärkung an Kraftmesszelle angepasst      -10 – +10 V

---

• Motor	Physik Instrumente M-230.25	
	• Spindelgetrieben	
	• Verfahrweg	25 mm
	• Positionsauflösung	0,1 $\mu\text{m}$
	• Umkehrspiel	2 $\mu\text{m}$
	• Max. Zugkraft	70 N
• Motorsteuerung	Physik Instrumente C-843.21	
	• Integrierter Servoverstärker	
• Lichtmikroskop	Nikon LM	
	• Objektivvergrößerungen	2,5;5;10;20;50 x
• Kamera	PixeLINK PL-B 782f	
	• Max. Auflösung	2,2 x 3 kpx
	• Pixelgröße	3,5x3,5 $\mu\text{m}^2$
	• Auslesegeschwindigkeit	5 fps
• Software der Kamera	PixeLINK Capture OEM	
	• Version	8.5
• A/D Wandler	National Instruments NI PCIe-7852R	
	• Analoge Ein/Ausgänge	Je 8
	• Max Messfrequenz	750 kHz
	• Messbereich	$\pm 10\text{ V}$
	• Auflösung	16 bit
• Software Steuerung	National Instruments LabVIEW	
	• Version	9.0f3

## A.2 Zusätze zum Treppenstufenverfahren

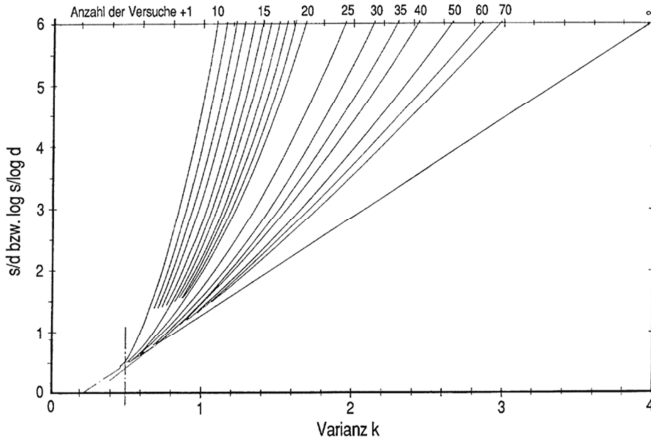


Abbildung A.1 Diagramm zur Schätzung der Standardabweichung bei der Auswertung von Treppenstufenverfahren [146].

## A.3 Analytische Beschreibung des mechanisches Verhaltens von radial gespannten Membranen

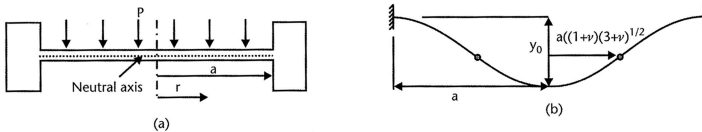
Für die nachfolgenden Betrachtungen gelten folgenden Randbedingungen:

- Radial gespannte, flache Membran mit homogenem Querschnitt
- Homogenes und isotropisches Membranmaterial
- Senkrecht zur Membranebene angreifender Druck
- Rein elastische Verformung des Membranmaterials
- Membrandicke  $< 20\%$  des Durchmessers
- Membranauslenkung  $< 30\%$  der Membrandicke

- Reine Biegeverformung der Membran

Unter diesen Randbedingungen lässt sich die Auslenkung  $y$  der Membran mit Gleichung (A.1) beschreiben, wobei  $\nu$  die Poissons Zahl,  $p$  den Druck,  $E$  den E-Modul,  $h$  die Membrandicke,  $a$  den Membranradius und  $r$  den Mittelpunktabstand darstellt [26].

$$y = \frac{3(1 - \nu^2)p}{16Eh^3} (a^2 - r^2)^2 \quad (\text{A.1})$$



**Abbildung A.2** Schematische Darstellung des Querschnitts einer radial gespannten Membran mit angreifendem Druck  $p$  und der resultierenden Verformung der Membran [26].

Die Maximale Auslenkung  $y_0$  stellt sich gemäß Abbildung A.2 b bei  $r = 0$  ein und beträgt:

$$y_0 = \frac{0,1709pa^4}{Eh^3} \quad (\text{A.2})$$

[26]

Infolge der Auslenkung entsteht eine Biegespannung in der Membran. Deren Randfaserspannung – zerlegt in eine radiale und eine tangentielle Komponente – ist in den Gleichungen (A.3) und (A.4) wiedergegeben [26], [27].

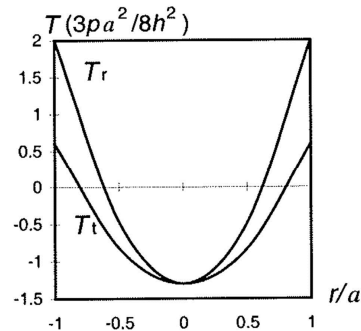


$$\sigma_r = \pm \frac{3pa^2}{8h^2} \left[ (3+v) \frac{r^2}{a^2} - (1-v) \right] \quad (\text{A.3})$$

$$\sigma_t = \pm \frac{3pa^2}{8h^2} \left[ (3v+1) \frac{r^2}{a^2} - (1+v) \right] \quad (\text{A.4})$$

Abbildung A.3 a stellt quantitativ den Verlauf der beiden Randfaserspannungskomponenten in der Membran dar. Es zeigt sich, dass die Maximalspannungen in radialer Richtung an der Einspannung ( $r=a$ ) und in tangentialer Richtung in der Membranzentrum ( $r=0$ ) auftreten.

Mit diesen Randbedingungen und Gleichung (A.3) und (A.4) lassen sich die Maximalspannungen gemäß Gleichung (A.5) und (A.6) formulieren [26], [27].



**Abbildung A.3** Qualitativer Verlauf der radialen und der tangentialen Randfaserspannungen [27].

$$\sigma_{r_{max}} = \pm \frac{3Pa^2}{4h^2} (1+v) \quad (\text{A.5})$$

$$\sigma_{t_{max}} = \pm \frac{3Pa^2}{8h^2} (1+v) \quad (\text{A.6})$$



