KfK 5293 April 1994

# Zum Grenzwertkonzept für mechanische und thermochemische Eigenschaften mehrphasiger Werkstoffe

S. Kreuzberger Institut für Materialforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Kernforschungszentrum Karlsruhe Institut für Materialforschung

KfK 5293

## Zum Grenzwertkonzept für mechanische und thermochemische Eigenschaften mehrphasiger Werkstoffe

S. Kreuzberger

D82 (Diss. RWTH Aachen)

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript gedruckt Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH Postfach 3640, 76021 Karlsruhe

ISSN 0303-4003

#### Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit der Weiterentwicklung des Grenzwertkonzeptes, das es erlaubt, die Eigenschaften eines mehrphasigen (Verbund-)Werkstoffes aus den Eigenschaften der beteiligten Phasen und der Phasenkonzentrationen zu bestimmen. Es werden neue Grenzwertgleichungen 2. Ordnung für den Elastizitätsmodul angegeben, die ohne Kenntnis der Querkontraktionszahlen angewandt werden können. Die Elimination der Poissonzahlen aus den Grenzwertgleichungen liefert formal einfachere Gleichungen, was zu einer breiteren Anwendung des Grenzwertkonzeptes führen sollte.

Neben dem Elastizitätsmodul wurde das Grenzwertkonzept auch auf die Eigenschaften der Querkontraktion und der thermischen Dehnung angewandt.

Für alle Eigenschaften wurden experimentelle Werte aus der Literatur mit kalkulierten Werten aus dem Grenzwertkonzept verglichen.

Eigene experimentelle Untersuchungen an verschiedenen Verbundwerkstoffsystemen (Silber/Glas und Silber/Titandioxyd) lieferten zusätzliches Vergleichsmaterial. Die berechneten Eigenschaftsbereiche und die experimentell ermittelten Eigenschaftsgrößen zeigen eine gute Übereinstimmung.

#### The Bound Concept for Mechanical and Thermochemical Properties of Composites

#### Abstract

This thesis deals with the development of the bound concept. The bound concept permits the calculation of properties of composites with the values of the properties of the phases and the phase concentration. New bound equations are given for the Young's modulus. In these equations the Poisson ratios are eliminated. The elimination of the Poisson ratios gives simpler equations which can be applicated very easy.

Beside the Young's modulus the bound concept was applicated to the properties Poisson's ratio and thermal expansion.

Experimental values which were given in the literature were compared with the bound concept calculations.

Own experiments with different composites (silver/glass and silver/titaniumoxide) were used for further comparisons. The calculated and the experimental values correspond very well.

## Inhaltsverzeichnis

### Nomenklatur

1.	Einleitung	1
2.	Zur Theorie des Grenzwertkonzeptes	3
2.1	Grenzwertkonzept für den Elastizitätsmodul	3
2.1.1	Grenzwerte 1. Ordnung	3
2.1.2	Grenzwerte 2. Ordnung	7
2.1.2.1	Elimination der Poissonzahlen aus den Grenzwertgleichungen	
	2. Ordnung	10
2.1.3	Diskussion der Grenzwertgleichungen 2. Ordnung für den	
	Elastizitätsmodul	23
2.1.4	Grenzwerte 3. Ordnung	26
2.1.5	Literaturanalyse zum Vergleich des Grenzwertkonzeptes für den	
	Elastizitätsmodul mit experimentellen Werten	26
2.2	Grenzwertkonzept für die Poissonzahl	40
2.2.1	Grenzwert 1. Ordnung	41
2.2.2	Grenzwerte 2. Ordnung	42
2.2.3	Diskussion der Grenzwertgleichungen für die Poissonzahl	43
2.2.4	Literaturanalyse zum Vergleich des Grenzwertkonzeptes für die	
	Poissonzahl mit experimentellen Werten	45
2.3	Grenzwertkonzept für den linearen thermischen	
	Ausdehnungskoeffizienten	50
2.3.1	Grenzwerte 1. Ordnung	53
2.3.2	Grenzwerte 2. Ordnung	54
2.3.3	Literaturanalyse zum Vergleich des Grenzwertkonzeptes für den	
	linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten mit experimentellen	L
	Werten	55
3.	Experimentelle Untersuchungen	60
3.1	Experimentelle Methoden	60
3.1.1	Bestimmung der mechanischen Eigenschaften im Zugversuch	60
3.1.2	Alternativmethoden zur Bestimmung der mechanischen	
	Eigenschaften	62
3.1.2.1	Bestimmung des Elastizitätsmoduls und der Poissonzahl durch die	
	Ultraschallmethode	62

3.1.2.2	Bestimmung des Elastizitätsmoduls durch das Resonanzverfahren .	64
3.1.3	Bestimmung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten	65
3.2	Materialauswahl und Pulvercharakterisierung	67
3.2.1	Silber (Ag)	67
3.2.2	Titanoxid (TiO <sub>2</sub> ) $\dots$	70
3.2.3	Glas 8250 (Schott)	72
3.2.3	Glas 8474 (Schott)	75
3.3	Probenherstellung	78
3.3.1	Herstellung der Zugproben	78
3.3.2	Herstellung der Dilatometerproben	80
3.4	Probencharakterisierung	82
3.4.1	Qualitative Gefügeanalyse	82
3.4.2	Quantitative Gefügeanalyse	102
3.5	Versuchsdurchführung und Ergebnisse	106
3.5.1	Mechanische Eigenschaften	106
3.5.1.1	Spannungs-Dehnungs-Diagramme	106
3.5.1.2	Versuchsergebnisse der Elastizitätsmodulmessungen	108
3.5.1.3	Versuchsergebnisse der Poissonzahlbestimmung	109
3.5.1.4	Ergebnisse weiterer mechanischer Eigenschaften	111
3.5.1.4.1	0,2 %-Dehngrenze	112
3.5.1.4.2	2 Zugfestigkeit	113
3.5.1.4.3	Bruchdehnung	113
3.5.2	Versuchsergebnisse der Messungen des linearen thermischen	
	Ausdehnungskoeffizienten	114
4.	Auswertung der experimentellen Ergebnisse	117
4.1	Elastizitätsmodul	118
4.2	Poissonzahl	120
4.3	Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient	122
5.	Zusammenfassung	125
6.	Literatur	127
	Anhang	133

## Nomenklatur

Α	Bruchdehnung

- CL Ausbreitungsgeschwindigkeit von Longitudinalwellen
- C<sub>T</sub> Ausbreitungsgeschwindigkeit von Transversalwellen
- $E_i$  Elastizitätsmodul (i = C, D, M für Verbundwerkstoff, Dispergent, Matrixphase)
- F Kraft
- F<sub>m</sub> maximale Zugkraft
- $G_i$  Schubmodul (i = C, D, M für Verbundwerkstoff, Dispergent, Matrixphase)
- $K_i$  Kompressionsmodul (i = C, D, M für Verbundwerkstoff, Dispergent, Matrixphase)
- L Länge
- $L_0$  Anfangsmeßlänge
- R Proportionalitätsfaktor
- R<sub>m</sub> Zugfestigkeit
- R<sub>p</sub> Dehngrenze
- $S_0$  Probenquerschnittsfläche, Ausgangsquerschnittsfläche
- T Temperatur
- U Dehnungsenergie
- $V_i$  Volumen (i = D, M für Dispergent, Matrixphase)

- c Konzentration
- cD Konzentration der Zweitphase
- c<sub>p</sub> spezifische Wärme
- h Probenhöhe
- p Druck
- x Länge der Nebenachse der Rotationsellipsoiden
- z Länge der Rotationsachse der Rotationsellipsoiden

α	thermischer	Ausdehnun	gskoeffizient
---	-------------	-----------	---------------

- ac thermischer Ausdehnungskoeffizient des Verbundwerkstoffes
- aD thermischer Ausdehnungskoeffizient des Dispergenten
- $\alpha_{M}$  thermischer Ausdehnungskoeffizient der Matrixphase

cos<sup>2</sup>a Orientierungsfaktor

- ε Dehnung
- $\epsilon_e$  elastische Dehnung
- ε<sub>l</sub> Längsdehnung
- ε<sub>p</sub> nichtproportionale Dehnung
- ε<sub>q</sub> Querdehnung
- ε<sub>r</sub> bleibende Dehnung
- v Poissonzahl
- ρ Dichte
- σ Spannung

## 1. Einleitung

Verbundwerkstoffe nehmen in der Werkstoffwissenschaft und in der Werkstofftechnik einen immer breiteren Raum ein. Die Gründe für diese Entwicklung sind vielfältig. Durch die Kombination von Werkstoffen zu mehrphasigen Verbundwerkstoffen können Materialien entwickelt werden, deren Eigenschaften sich wesentlich von denen der reinen Phasen unterscheiden. Zu den wichtigsten und bekanntesten Vertretern der Verbundwerkstoffe gehören die faserhaltigen Werkstoffe, die sich vor allem im Leichtbau, speziell im Bereich der Luft- und Raumfahrt, etabliert haben. Auch Werkstoffe mit Einlagerungsgefüge finden immer größere Verbreitung. Kontaktwerkstoffe mit oxidkeramischen Einlagerungen weisen gegenüber den rein metallischen Materialien wesentlich bessere Abbrandund Verschleißeigenschaften auf. Verbundwerkstoffe werden verstärkt auch als Biomaterial, z.B. als Dentalimplantatwerkstoff, eingesetzt. Speziell in diesem Fachgebiet kommt es auf die richtige Kombination der Werkstoffeigenschaften, wie beispielsweise Biokompatibilität, mechanische Festigkeit, (thermo-) chemisches und thermophysikalisches Verhalten an.

Durch die Kombination verschiedener Werkstoffe können für die unterschiedlichsten Einsatzgebiete "maßgeschneiderte Werkstoffe" entwickelt werden (vgl. Abb. 1.1).



Abb. 1.1: Grenzwertkonzept und "maßgeschneiderte Werkstoffe".

Die Eigenschaften der Verbundwerkstoffe hängen, neben den Eigenschaften der reinen Phasen von der Konzentration und der Gefügestruktur ab (vgl. Abb. 1.2).

Ein wichtiges Werkzeug zur Ermittlung verschiedener Verbundwerkstoffeigenschaften stellt das Grenzwertkonzept dar. Die oberen und unteren Grenzkurven, das Ergebnis der Grenzwertbetrachtung, schließen für alle Konzentrationen den Bereich der Verbundwerkstoffeigenschaften ein. Dieser Variationsbereich wird umso kleiner, d.h. bestimmter, je größer die Informationsfülle über die Gefügestruktur ist. Ein Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit befaßt sich mit der Weiterentwicklung bzw. Vereinfachung der Grenzkurven 2. Ordnung für den Elastizitätsmodul, in dem die Poissonzahlen der reinen Phasen (die sehr oft nicht bekannt sind) aus den Gleichungen eliminiert wurden.



Abb. 1.2: Grenzwertkonzept, Abhängigkeit der Verbundwerkstoffeigenschaft von den Eigenschaften der reinen Phasen und von der Gefügestruktur

Neben dem Elastizitätsmodul werden auch die Eigenschaften Querkontraktion und thermische Dehnung betrachtet. Anhand von Literaturanalysen und experimenteller Untersuchungen werden die jeweiligen Grenzwertkonzepte verifiziert.

## 2. Zur Theorie des Grenzwertkonzeptes

## 2.1 Grenzwertkonzept für den Elastizitätsmodul

Verbundwerkstoffe bestehen aus mindestens zwei verschiedenen Materialien, den Phasen des Verbundwerkstoffes. Definitionsgemäß gehören diese Phasen verschiedenen Werkstoffhauptgruppen an [71]. Dies bedingt, daß die einzelnen Phasen stark unterschiedliche Eigenschaftsgrößen (z.B. elastische oder thermophysikalische) aufweisen können.

Da die Eigenschaften der Verbundwerkstoffe von den Eigenschaften ihrer einzelnen Phasen abhängen, ergeben sich große Variationsbereiche der Verbundwerkstoffeigenschaften. Diese Variationsbreite der Verbundwerkstoffe eröffnet die Möglichkeit, maßgeschneiderte Werkstoffe, mit vorab berechneten Eigenschaften, herzustellen.

Das Grenzwertkonzept stellt Gleichungen bereit, um diese Verbundwerkstoffeigenschaften zu berechnen.

Schon im Jahr 1889 schlug W. Voigt [1] den Durchschnittswert des Elastizitätstensors der einzelnen Phasen als Näherung für den effektiven Elastizitätstensor des mehrphasigen Werkstoffes vor. A. Reuss [2] zeigte vierzig Jahre später, daß der Durchschnitt des Nachgiebigkeitstensors (inverser Elastizitätstensor) in vielen Fällen eine bessere Näherung liefert. Erst im Jahr 1960 gelang es A. Paul [3] zu beweisen, daß die Voigt-Reuss-Annäherungen obere bzw. untere Grenzen für den Elastizitätsmodul von mehrphasigen Werkstoffen darstellen (vgl. Kap. 2.1.1).

Durch die Anwendung von Variationsprinzipien der Elastizitätstheorie gelang es Hashin/Shtrikman [4], neue Grenzwertgleichungen aufzustellen, die den Variationsbereich für den Elastizitätsmodul des Verbundwerkstoffes weiter einengen (vgl. Kap. 2.1.2).

### 2.1.1 Grenzwerte 1. Ordnung

Ausgehend von linearelastischem Verhalten und von einer isotropen Gefügestruktur des Verbundwerkstoffes und unter Zuhilfenahme von Energietheoremen der Elastizitätstheorie berechnete B. Paul [3] obere und untere Grenzwerte für den Elastizitätsmodul. Paul zeigte dann, daß die Grenzwerte nicht nur auf isotrope Werkstoffe anwendbar sind. Die oberen Grenzwerte gelten für Werkstoffe, bei denen die Phasen parallel angeordnet sind. Die unteren Grenzwerte beschreiben den Fall von hintereinander angeordneten Phasen.



Abb. 2.1: Parallel- und Reihenschaltung der Werkstoffphasen [3]. a) Parallelanordnung (oberer Grenzwert) b) Reihenanordnung (unterer Grenzwert)

Man bezeichnet diese Grenzwerte als Grenzwerte 1. Ordnung, da, außer der Zweiphasigkeit des Werkstoffes (mit bekannten Eigenschaftswerten der Phasen), keinerlei Informationen über die Gefügestruktur der betrachteten Verbundwerkstoffe in die Betrachtung eingehen.

Paul geht in seiner Ableitung von der absorbierten Dehnungsenergie des Verbundwerkstoffes aus. Da

$$\mathbf{E} = \frac{\sigma}{\varepsilon} \tag{2.1}$$

kann die Dehnungsenergie in der Form

$$\mathbf{U} = \left(\frac{1}{2}\right) \left(\frac{1}{E}\right) \sigma^2 \mathbf{V}$$
 (2.2a)

oder

$$\mathbf{U} = \left(\frac{1}{2}\right) \mathbf{E} \,\varepsilon^2 \,\mathbf{V} \tag{2.2b}$$

dargestellt werden.

Durch die Berechnung des energetischen Minimums ergibt sich aus (2.2a) der untere Grenzwert für den effektiven E-Modul

$$E_{C} = \frac{1}{\frac{1 - c_{D}}{E_{M}} + \frac{c_{D}}{E_{D}}}$$
(2.3a)

bzw.

 $\text{mit}\, 0 \leq c_D \leq 1$ 

$$E_{C} = \frac{E_{M} E_{D}}{E_{M} c_{D} + E_{D} (1 - c_{D})}$$
(2.3b)

Man erhält also eine untere Grenzwertgleichung für den Elastizitätsmodul, in die lediglich die Elastizitätsmoduli der Phasen und deren Volumenanteile eingehen. Insbesondere ist dieser untere Grenzwert unabhängig von den Poissonzahlen der Phasen.

Eine solche Abhängigkeit ergibt sich aber für die oberen Grenzwerte. Bei der Anwendung der entsprechenden Gleichung für die Dehnungsenergie (2.2b) müssen, neben der Dehnung in Belastungsrichtung  $\varepsilon_x = \varepsilon$ , auch die dazu senkrechten Dehnungen  $\varepsilon_y = \varepsilon_z = -m\varepsilon$  (m = const.) berücksichtigt werden.

Die Berechnung des energetischen Minimums aus Gleichung (2.2b) liefert die Gleichung für die oberen Grenzwerte

$$E_{C} = \frac{1 - v_{M} + 2m (m - 2 v_{M})}{1 - v_{M} - 2 v_{M}^{2}} (1 - c_{D}) E_{M} + \frac{1 - v_{D} + 2m (m - 2 v_{D})}{1 - v_{D} - 2 v_{D}^{2}} c_{D} E_{D}$$
(2.4)

 $\mathbf{mit}$ 

m = 
$$\frac{\mathbf{v}_{M} (1 + \mathbf{v}_{D})(1 - 2 \,\mathbf{v}_{D})(1 - \mathbf{c}_{D}) \mathbf{E}_{M} + \mathbf{v}_{D} (1 + \mathbf{v}_{M})(1 - 2 \,\mathbf{v}_{M}) \mathbf{c}_{D} \mathbf{E}_{D}}{(1 - \mathbf{v}_{D})(1 - 2 \,\mathbf{v}_{D})(1 - \mathbf{c}_{D}) \mathbf{E}_{M} + (1 + \mathbf{v}_{M})(1 - 2 \,\mathbf{v}_{M}) \mathbf{c}_{D} \mathbf{E}_{D}}$$
(2.5)

Man sieht, daß in die Berechnung der oberen Grenzwerte auch die Querkontraktionszahlen der einzelnen Phasen eingehen.

Dies kompliziert den praktischen Einsatz dieser Gleichung. Paul lieferte daher auch eine vereinfachte Form der oberen Grenzwertgleichung.

Aus der Gleichung (2.5) ergeben sich für m folgende Werte:

Falls	$c_{\rm D} = 0$	ergibt sich	$\mathbf{m} = \mathbf{v}_{\mathbf{M}},$	(2.5a)
falls	$c_D = 1$	ergibt sich	$m = v_D$ und	(2.5b)
falls	$\mathbf{v}_{\mathbf{M}} = \mathbf{v}_{\mathbf{D}} = \mathbf{v}$	ergibt sich	$\mathbf{m} = \mathbf{v}$	(2.5c)

Setzt man die Näherung

$$\mathbf{v}_{\mathbf{M}} = \mathbf{v}_{\mathbf{D}} = \mathbf{v} = \mathbf{m} \tag{2.6}$$

in Gleichung (2.5) ein, so erhält man die vereinfachte Gleichung für die oberen Grenzwerte 1. Ordnung

$$E_{C} = (1 - c_{D}) E_{M} + c_{D} E_{D}$$
 (2.7)

In der anwendungsorientierten Werkstofforschung hat sich diese einfachere Form etabliert. Für die weitaus meisten Verbundwerkstoffe ist dies gerechtfertigt, da die Abweichungen der Ergebnisse aus (2.4) und (2.7) klein sind, falls die Poissonzahlen v<sub>M</sub> und v<sub>D</sub> ähnliche Werte aufweisen (vgl. Abb. 2.2).

Wenn sich aber die Poissonzahlen  $v_M$  und  $v_D$  stark unterscheiden, so ergeben sich wesentliche Differenzen (vgl. Abb. 2.3). Dies kann sogar dazu führen, daß die vereinfachte obere Grenzkurve 1. Ordnung unterhalb der oberen Grenzkurve 2. Ordnung liegt (vgl. auch Kap. 2.1.3).



Abb. 2.2: Allgemeingültige (—) und vereinfachte (---) obere Grenzwertgleichungen für  $v_M = 0.35$  und  $v_D = 0.2$  mit  $E_D/E_M = 2$ .



Abb. 2.3: Allgemeingültige (—) und vereinfachte (---) obere Grenzwertgleichungen für  $v_M = 0.5 (0.499)$  und  $v_D = 0 (0.001)$  mit  $E_D/E_M = 2$ .

### 2.1.2 Grenzwerte 2. Ordnung

Wie aus der Abbildung (2.4) ersichtlich ist, schließen die Grenzkurven 1. Ordnung einen großen Variationsbereich des Elastizitätsmoduls von Verbundwerkstoffen ein. Dieser Bereich nimmt mit wachsender Differenz von  $E_D$  und  $E_M$  zu. Hashin und Shtrikman [4,5,6] geben Grenzwertgleichungen an, die diesen Bereich einengen. Sie verwenden Variationsprinzipien, unter Zugrundelegung eines isotropen Einlagerungsgefüges, um Grenzwertgleichungen 2. Ordnung zu berechnen.



Abb. 2.4: Grenzkurven 1. und 2. Ordnung für den Elastizitätsmodul eines Verbundwerkstoffes ( $E_D/E_M = 10$ ,  $v_D = v_M = 0,25$ )

Der Variationsansatz von Hashin und Shtrikman basiert ebenfalls auf Energietheoremen unter Einbeziehung des Polarisationstensors. Das Maximum der Dehnungsenergie liefert eine obere Schranke für den Elastizitätsmodul, während das Mininum eine untere Schranke für den Elastizitätsmodul ergibt.

Die Grenzwertgleichungen können direkt angegeben werden für den Kompressionsmodul und den Schermodul.

Untere Grenzwertgleichungen 2. Ordnung:

$$K_{C} = K_{M} + \frac{c_{D}}{\frac{1}{K_{D} - K_{M}} + \frac{3(1 - c_{D})}{3K_{M} + 4G_{M}}}$$
(2.8a)

$$G_{C} = G_{M} + \frac{c_{D}}{\frac{1}{G_{D} - G_{M}} + \frac{6}{5} \frac{(K_{M} + 2 G_{M})(1 - c_{D})}{(3 K_{M} + 4 G_{M})G_{M}}}$$
(2.8b)

Obere Grenzwertgleichungen 2. Ordnung:

$$K_{C} = K_{D} + \frac{1 - c_{D}}{\frac{1}{K_{M} - K_{D}} + \frac{3 c_{D}}{3 K_{D} + 4 G_{D}}}$$
(2.9a)

$$G_{C} = G_{D} + \frac{1 - c_{D}}{\frac{1}{G_{M} - G_{D}} + \frac{6}{5} \frac{(K_{D} + 2G_{D})c_{D}}{(3K_{D} + 4G_{D})G_{D}}}$$
(2.9b)

jeweils für  $K_M < K_D$  und  $G_M < G_D$ .

Die Grenzwertgleichungen 2. Ordnung für den Elastizitätsmodul ergeben sich aus der allgemeinen Beziehung

$$E_{C} = \frac{9 G_{C} K_{C}}{3 K_{C} + G_{C}}$$
(2.10)

und

$$E_i = 2 G_i (1 + v_i)$$
 bzw.  $G_i = \frac{E_i}{2 (1 + v_i)}$  (2.11)

$$E_i = 3 K_i (1 - 2 v_i)$$
 bzw.  $K_i = \frac{E_i}{3 (1 - 2 v_i)}$  (2.12)

Formuliert man die Gleichungen (2.8 a,b) und (2.9 a,b) mit Gl. (2.11) und Gl. (2.12) um, so erhält man folgende Ausdrücke [7]:

für die untere Grenzwertgleichung 2. Ordnung

$$K_{C} = \frac{E_{M}}{3(1-2v_{M})} + \frac{c_{D}}{\frac{3(1-2v_{D})(1-2v_{M})}{E_{D}(1-2v_{M}) - E_{M}(1-2v_{D})}} + \frac{(1-c_{D})(1-2v_{M})(1+v_{M})}{E_{M}(1-v_{M})}$$
(2.13a)

$$G_{C} = \frac{E_{M}}{2(1 + v_{M})} + \frac{c_{D}}{\frac{2(1 + v_{D})(1 + v_{M})}{E_{D}(1 + v_{M}) - E_{M}(1 + v_{D})}} + \frac{4(1 - c_{D})(4 - 5v_{M})(1 + v_{M})}{15E_{M}(1 - v_{M})}$$
(2.13b)

für die obere Grenzwertgleichung 2. Ordnung

$$K_{C} = \frac{E_{D}}{3(1-2v_{D})} + \frac{1-c_{D}}{\frac{3(1-2v_{M})(1-2v_{D})}{E_{M}(1-2v_{D}) - E_{D}(1-2v_{M})} + \frac{c_{D}(1-2v_{D})(1+v_{D})}{E_{D}(1-v_{D})}$$
(2.14a)

$$G_{C} = \frac{E_{D}}{2(1 + v_{D})} + \frac{1 - c_{D}}{\frac{2(1 + v_{M})(1 + v_{D})}{E_{M}(1 + v_{D}) - E_{D}(1 + v_{M})}} + \frac{4c_{D}(4 - 5v_{D})(1 + v_{D})}{15E_{D}(1 - v_{D})}$$
(2.14b)

jeweils mit  $E_M < E_D$ .

Aus Abbildung 2.4 wird deutlich, daß die Grenzkurven 2. Ordnung den Bereich zwischen den oberen und unteren Grenzwerten deutlich einengen gegenüber dem von den Grenzkurven 1. Ordnung aufgespannten Feld.

Zahlreiche weitere Arbeiten [z.B. 8,9,10,11,12,13,14] befassen sich mit Detailverbesserungen und vor allem mit der Anpassung der Grenzwertgleichungen an die Form und Orientierung der eingelagerten Teilchen. Eine Übersicht hierzu enthält die Arbeit von Ondracek [7,83].

Einem breiteren Einsatz der Grenzwertgleichungen 2. Ordnung steht entgegen, daß neben den E-Moduli mit den Querkontraktionszahlen (bzw. den Schub- oder Kompressionsmoduli) weitere elastische Konstanten in die Berechnungen eingehen. Oftmals sind die Poissonzahlen eines Werkstoffes nicht bekannt.

Ein wesentliches Ziel der vorliegenden Arbeit besteht darin, die Poissonzahlen aus den Gleichungen (2.13) und (2.14) zu eliminieren. Die Grenzwertgleichungen 2. Ordnung könnten dann sehr viel breiter eingesetzt werden.

2.1.2.1 <u>Elimination der Poissonzahlen aus den Grenzwertgleichungen 2. Ord-</u> nung

Wie in Kap. 2.1.2 beschrieben, enthalten die Grenzwertgleichungen 2. Ordnung (2.13 und 2.14) jeweils zwei elastische Konstanten (E, v) für die Matrix- und die Einlagerungsphase.

Die Elimination der Poissonzahlen soll die praktische Anwendbarkeit der Grenzwertgleichungen verbessern, da die Querkontraktionszahlen nicht mehr ermittelt werden müssen.

Die vorliegende Arbeit beschreibt die Elimination der Poissonzahlen aus den Grenzwertgleichungen, indem bestimmte Wertepaare für  $v_M$  und  $v_D$  eingesetzt werden, die die oberen Grenzwerte maximieren und die unteren Grenzwerte minimieren, jeweils über den gesamten Konzentrationsbereich.

Die so errechneten Grenzwertgleichungen liefern Grenzkurven, die einen Variationsbereich umschließen, in dem alle denkbaren Grenzkurven mit beliebigen Poissonzahlkombinationen für die Matrix- und Dispergentenphase liegen.

Für die obere Grenzkurve muß dann gelten

$$\max(E_{C}) = (v_{M,\max}; v_{D,\max})$$
 (2.15)

mit

$$\max E_{C}(v_{M,\max}; v_{D,\max}; c_{D}) \ge E_{C}(v_{M}; v_{D}; c_{D})$$
(2.16)

für alle möglichen  $v_M$ ,  $v_D$ ,  $c_D$  und  $E_M/E_D$ -Verhältnisse.

Entsprechend muß für die untere Grenzkurve gelten

$$\min (E_{C}) = (v_{M,\min}; v_{D,\min})$$
(2.17)

mit

$$\min E_{C}(v_{M,\min}; v_{D,\min}; c_{D}) \le E_{C}(v_{M}; v_{D}; c_{D})$$

$$(2.18)$$

für alle möglichen v<sub>M</sub>, v<sub>D</sub>, c<sub>D</sub> und E<sub>M</sub>/E<sub>D</sub>-Verhältnisse.

Folgende Prämissen gelten bei der Ermittlung der gesuchten Extremwertkombinationen:

$$E_M/E_D > 0$$
,  $0 \le c_D \le 1$ ,  $0 \le v_M, v_D \le 0.5$ .

Die Grenzwertgleichungen (2.13) und (2.14) lassen sich als Funktion von  $v_M$  und  $v_D$  interpretieren (wenn  $E_M$ ,  $E_D$ ,  $c_D$  konstant sind) und damit als Fläche im Raum darstellen. Es ergeben sich 3-D-Diagramme, die die Abhängigkeit der Grenzwertgleichungen von den Querkontraktionszahlen  $v_M$  und  $v_D$  veranschaulichen.

Als Achsen wurden

 $\mathbf{x} = \mathbf{v}_{\mathbf{M}}$ ,  $\mathbf{y} = \mathbf{v}_{\mathbf{D}}$ ,  $\mathbf{z} = \mathbf{E}(\mathbf{v}_{\mathbf{M}}, \mathbf{v}_{\mathbf{D}})$ 

gewählt.

#### a) obere Grenzwertgleichungen 2. Ordnung

Gesucht ist, für die obere Grenzwertgleichung, diejenige  $v_M$ ,  $v_D$ -Kombination, die für  $E_C$  das Maximum liefert und für die untere Grenzwertgleichung diejenige  $v_M$ ,  $v_D$ -Kombination, die für  $E_C$  das Minimum ergibt.

Es muß als gelten

für die obere Grenzwertgleichung

 $\max E_{C}(v_{M}, v_{D}, c_{D}, E_{M}/E_{D})$ (2.19)  $v_{M}, v_{D} \in [0; 0, 5]$ 

und für die untere Grenzwertgleichung

min  $E_{C}(v_{M}, v_{D}, c_{D}, E_{M}/E_{D})$  (2.20)  $v_{M}, v_{D} \in [0; 0, 5]$ 

Die Auswertung der 3-D-Diagramme (vgl. Abb. 2.5 bis 2.8) für die obere Grenzwertgleichung ergibt ein eindeutiges Maximum des effektiven Elastizitätsmoduls, unabhängig vom Verhältnis  $E_M/E_D$  und unabhängig von der Phasenkonzentration c<sub>D</sub>. Die maximierenden Poissonzahlen lauten

 $v_M = 0$  und  $v_D = 0.5$  für  $E_M > E_D$ .

Durch Einsetzen der maximierenden Poissonzahlen vereinfachen sich die Grenzwertgleichungen (2.14) erheblich.

### b) untere Grenzwertgleichungen 2. Ordnung

Das Minimierungsproblem bei der unteren Grenzwertgleichung gestaltet sich wesentlich schwieriger. Es zeigt sich, daß die Minima vom Verhältnis  $E_M/E_D$  abhängen, d.h. für verschiedene  $E_M/E_D$ -Verhältnisse erhält man auch verschiedene  $v_M$ ,  $v_D$ -Kombinationen, die die untere Grenzwertgleichung minimieren.

Die entsprechenden 3-D-Plots für verschiedene  $E_M/E_D$ -Verhältnisse sind im folgenden (Abb. 2.9 bis 2.30) wiedergegeben. Zusätzlich wurden Konturdiagramme erstellt, die die Höhenlinien der entsprechenden Funktion darstellen. In diesen Konturdiagrammen sind die Minima deutlicher ablesbar als in den 3-D-Plots. Die ermittelten Minima für die verschiedenen Elastizitätsmodulverhältnisse gelten, wie aus den Darstellungen ablesbar ist, für alle Konzentrationen c<sub>D</sub>.





- Abb. 2.5: Obere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 1$  und  $c_D =$ 0,5 in Abhängigkeit von v<sub>M</sub> und v<sub>D</sub>.
- Abb. 2.6: Obere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 2$  und  $c_D =$ 0,5 in Abhängigkeit von v<sub>M</sub> und v<sub>D</sub>.



Abb. 2.7: Obere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 5$  und  $c_D =$ 0,5 in Abhängigkeit von v<sub>M</sub> und v<sub>D</sub>.



Abb. 2.8: Obere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 10$  und  $c_D =$ 0,5 in Abhängigkeit von v<sub>M</sub> und v<sub>D</sub>.



Abb. 2.9: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 1$  und  $c_D = 0.5$  in Abhängigkeit von  $v_M$  und  $v_D$  (3-D-Diagramm).









Abb. 2.12: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 2$  und  $c_D =$ 0,5 in Abhängigkeit von  $v_M$  und  $v_D$  (Kontur-Diagramm).

- 14 -



Abb. 2.13: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 3$  und  $c_D = 0.5$  in Abhängigkeit von  $v_M$  und  $v_D$  (3-D-Diagramm).



Abb. 2.14: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 3$  und  $c_D =$ 0,5 in Abhängigkeit von  $v_M$  und  $v_D$  (Kontur-Diagramm).



Abb. 2.15: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 4$  und  $c_D = 0,5$  in Abhängigkeit von  $v_M$  und  $v_D$  (3-D-Diagramm).



Abb. 2.16: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 4$  und  $c_D =$ 0,5 in Abhängigkeit von  $v_M$  und  $v_D$  (Kontur-Diagramm).



dul mit  $\breve{E}_{M}/E_{D} = 10$  und c<sub>D</sub> = 0,5 in Abhängigkeit

von  $v_{M}$  und  $v_{D}$  (3-D-

Diagramm).

Abb. 2.20: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 10$  und  $c_D$ = 0,5 in Abhängigkeit von v<sub>M</sub> und v<sub>D</sub> (Kontur-Diagramm).



Abb. 2.23: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 100$ und  $c_D = 0.5$  in Abhängigkeit von  $v_M$  und  $v_D$  (3-D-Diagramm).





Abb. 2.27: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul mit  $E_M/E_D = 10$  und  $c_D = 0,75$  in Abhängigkeit von  $v_M$  und  $v_D$  (3-D-Diagramm).





Bei kleinen  $E_M/E_D$ -Verhältnissen ( $E_M/E_D \approx 1$ ) liegen die Minima bei

 $v_{\rm M} = v_{\rm D} = 0.2$ 

Liegen die Werte von  $E_M$  und  $E_D$  weiter auseinander ( $E_M/E_D \ge 1$ ), so verschieben sich die Minima zu

 $v_{M} = 0.5 \text{ und } v_{D} = 0.25 \text{ (vgl. Tab. 2.1)}$ 

Da aus den 3-D- und Konturdiagrammen kein eindeutiges Minimum zu ermitteln ist, wurde das Gradientenverfahren für weitere Berechnungen herangezogen [15]. Diese Methode erlaubt es, eine v<sub>M</sub>, v<sub>D</sub>-Kombination anzugeben, bei der die jeweilige Abweichung vom Minimum für jede Phasenkonzentration und jedes E<sub>M</sub>/E<sub>D</sub>-Verhältnis minimal wird.

Dabei geht man so vor, daß alle Volumenanteile c<sub>D</sub> und alle  $E_M/E_D$ -Verhältnisse aufsummiert werden und dann versucht, diese Summe zu minimieren. Als problematisch bei diesem Vorgehen stellt sich die unterschiedliche Gewichtung der einzelnen Grenzkurven dar, da Grenzkurven mit großen  $E_M/E_D$ -Verhältnissen stärker gewichtet werden. Diese Verschiebung kann aber durch eine Division durch  $E_M/E_D$  ausgeglichen werden. Dies erscheint auch aus werkstoffkundlicher Sicht

- 19 -

durchaus zweckmäßig, weil kleine  $E_M/E_D$ -Verhältnisse bei dem überwiegenden Anteil der Verbundwerkstoffsysteme vorliegen.

Beim Gradientenverfahren integriert man also die untere Grenzwertgleichung über der Phasenkonzentration c<sub>D</sub> und über alle  $E_M/E_D$ -Verhältnisse.

min  

$$v_{M}, v_{D} \in [0; 0,5] \int_{1}^{\infty} \int_{0}^{1} E_{C}(v_{M}, v_{D}, c_{D}, E_{M}/E_{D}) / \frac{E_{M}}{E_{D}} dc_{D} d(E_{M}/E_{D})$$
(2.21)

Da die Konvergenz des Integrals nicht sichergestellt ist, besteht die Möglichkeit, das maximal mögliche Verhältnis auf beispielsweise 10 zu beschränken. Die Lösung stellt dann kein Problem mehr dar, weil eine gebrochen rationale Funktion integrierbar und weil die Funktion stetig ist. Das Minimum wird auf einem solchen kompakten Bereich immer angenommen.

Wenn man die untere Grenzwertgleichung numerisch integriert und zur Minimierung das klassische Gradientenverfahren anwendet, erhält man (bei Beschränkung auf  $E_M/E_D$ -Verhältnisse zwischen 1 und 10) folgende optimale (d.h. minimierende) Poissonzahlkombination

$$v_{\rm M} = 0,27$$
  
 $v_{\rm D} = 0,23$ 

In Tabelle 2.1 sind die tatsächlichen Poissonzahl-Kombinationen, die für bestimmte  $E_M/E_D$ -Verhältnisse für die untere Grenzwertgleichung das jeweilige Minimum liefern, aufgelistet. Außerdem sind die Abweichungen angegeben, die entstehen, falls nicht diese jeweilige Minimal-Kombination gewählt wird, sondern die oben angegebenen Kombinationen

 $v_{M} = v_{D} = 0,2$  und  $v_{M} = 0,27$ ;  $v_{D} = 0,23$ 

Im Vergleich mit den minimal möglichen Grenzkurven beträgt der maximale Fehler bei Verwendung von

$$v_{\rm M} = 0,27 \text{ und } v_{\rm D} = 0,23$$

lediglich 0,06 %.

Verwendet man die Poissonzahl-Kombination

E1 / E2	٧1	V 2	Abw.*) (%)	Abw.**) (%)
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10	$\begin{array}{c} 0.240 \\ 0.311 \\ 0.354 \\ 0.395 \\ 0.440 \\ 0.479 \\ 0.499 \\ 0.499 \\ 0.499 \\ 0.499 \\ 0.499 \\ 0.499 \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.240 \\ 0.269 \\ 0.269 \\ 0.269 \\ 0.269 \\ 0.269 \\ 0.265 \\ 0.259 \\ 0.255 \\ 0.255 \\ 0.250 \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.06 \\ 0.01 \\ 0.02 \\ 0.03 \\ 0.04 \\ 0.05 \\ 0.05 \\ 0.05 \\ 0.05 \\ 0.05 \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.00\\ 0.02\\ 0.04\\ 0.05\\ 0.07\\ 0.09\\ 0.10\\ 0.10\\ 0.10\\ 0.10\\ 0.10\\ \end{array}$
50 100	$0.499 \\ 0.499$	$\begin{array}{c} 0.227 \\ 0.224 \end{array}$	0.03 0.02	0.08 0.07

**Tab. 2.1:** Tabelle der Poissonzahlkombinationen, die die unteren Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul, in Abhängig des Verhältnisses von  $E_1/E_2$  ( $E_M/E_D$ ), minimieren. In den beiden letzten Spalten sind die prozentualen Abweichungen der exakten Lösung von den Kombinationen  $v_M = 0,27$  und  $v_D = 0,23$  (\*) bzw.  $v_M = v_D = 0,2$  (\*\*) wiedergegeben.

 $v_{\rm M} = v_{\rm D} = 0,2,$ 

so ergibt sich als maximaler Fehler 0,10 %.

Die Sensitivität der unteren Grenzwertgleichung gegenüber Poissonzahländerungen ist demnach im Bereich des Minimums sehr gering.

Im Hinblick auf eine möglichst einfache Gestalt der unteren Grenzwertgleichung wird deshalb vorgeschlagen, die Kombination

 $v_{\rm M} = v_{\rm D} = 0.2$ 

zur Vereinfachung der unteren Grenzwertgleichung heranzuziehen.

Durch Einsetzen der ermittelten Extremkombinationen von  $v_M$  und  $v_D$  ergeben sich die folgenden modifizierten Grenzwertgleichungen 2. Ordnung für den Elastizitätsmodul.

Die maximierende Kombination

 $\begin{array}{lll} v_M = 0 & \mbox{ und } v_D = 0,5 & \mbox{ für } E_M > E_D \,, \mbox{ bzw.} \\ v_M = 0,5 & \mbox{ und } v_D = 0 & \mbox{ für } E_M < E_D \end{array}$ 

eingesetzt in die obere Grenzwertgleichung 2. Ordnung (2.14 mit 2.10) ergibt

$$E_{C} = \frac{E_{D} \left[ 21 E_{D} (3 c_{D} - 2 c_{D}^{2}) + 2 E_{M} (45 - 51 c_{D} + 14 c_{D}^{2}) \right]}{3 E_{D} (30 - 36 c_{D} + 13 c_{D}^{2}) + 2 E_{M} (21 c_{D} - 13 c_{D}^{2})}$$
(2.22)

 $\operatorname{mit} E_D > E_M$ 

bzw.

$$E_{C} = \frac{3 E_{M} (0,5 + c_{D}) \left[ 42 E_{M} (1 - c_{D}) + 4 E_{D} (8 + 7 c_{D}) \right]}{9 E_{M} (7 + 10 c_{D} + 13 c_{D}^{2}) + 2 E_{D} (1 - c_{D}) (24 + 39 c_{D})}$$
(2.23)

 $mit E_D < E_M$ .

Die minimierende Kombination

$$\mathbf{v}_{\mathrm{M}} = \mathbf{v}_{\mathrm{D}} = 0,2$$

eingesetzt in die untere Grenzwertgleichung 2. Ordnung (2.13 mit 2.10) ergibt

$$E_{C} = \frac{E_{M}(E_{M} + E_{D} + c_{D}(E_{D} - E_{M}))}{E_{M} + E_{D} - c_{D}(E_{D} - E_{M})}$$
(2.24)

 $\operatorname{mit} E_D > E_M$ 

bzw.

$$E_{C} = \frac{E_{D}(2 E_{M} + c_{D}(E_{D} - E_{M}))}{2 E_{D} + c_{D}(E_{M} - E_{D})}$$
(2.25)

 $mit E_D < E_M$ .

Die Gleichungen für  $E_D < E_M$ ergeben sich jeweils aus den entsprechenden Gleichungen für  $E_D > E_M$  durch Ersetzen von

c<sub>D</sub> durch (1-c<sub>D</sub>), E<sub>M</sub> durch E<sub>D</sub> sowie E<sub>D</sub> durch E<sub>M</sub>

### 2.1.3 Diskussion der Grenzwertgleichungen 2. Ordnung für den Elastizitätsmodul

Die neuen, vereinfachten Grenzwertgleichungen 2. Ordnung ermöglichen eine engere Eingrenzung des Elastizitätsmoduls eines zweiphasigen Verbundwerkstoffes als die Grenzwertgleichungen 1. Ordnung. Die neuen Grenzwertgleichungen setzen dabei lediglich die Kenntnis der Elastizitätsmoduli der reinen Phasen voraus. Die Elimination der Poissonzahlen führt zu einer Ausdehnung des Variationsbereiches zwischen oberer und unterer Grenzkurve, was sich besonders bei geringen Differenzen der E-Moduli der reinen Phasen bemerkbar macht (vgl. Abb. 2.31und 2.32).



Abb. 2.31: Neue, vereinfachte Grenzkurven 2. Ordnung im Vergleich mit den alten Grenzkurven 2. Ordnung für E<sub>D</sub>/E<sub>M</sub>-Verhältnisse 2 und 10.

Bei der Anwendung der vereinfachten oberen Grenzwertgleichungen 1. und 2. Ordnung kann die Grenzkurve 2. Ordnung oberhalb der Grenzkurve 1. Ordnung liegen. In jedem Fall liegt aber die exakte obere Grenzkurve 1. Ordnung oberhalb der vereinfachten oberen Grenzkurve 2. Ordnung (vgl. Abb. 2.32 a,b,c).







Für poröse Werkstoffe ( $E_D = 0$ ) nimmt die vereinfachte untere Grenzwertgleichung über den gesamten Konzentrationsbereich den Wert Null an, und verhält sich damit wie die untere Grenzwertgleichung 1. Ordnung wie auch die exakte untere Grenzwertgleichung 2. Ordnung. Die vereinfachte obere Grenzwertgleichung 2. Ordnung für poröse Werkstoffe lautet

$$E_{C} = 14 E_{M} \frac{0.5 + 0.5 c_{D} - c_{D}^{2}}{7 + 10 c_{D} + 13 c_{D}^{2}}$$
(2.23a)

### 2.1.4 Grenzwerte 3. Ordnung

Durch die Einbeziehung weiterer statistischer Informationen über das Werkstoffgefüge können, ebenfalls mittels der klassischen Energieprinzipien oder mit dem Variationsansatz von Hashin und Shtrikman, Grenzwertgleichungen dritter und höherer Ordnung hergeleitet werden [16,17,18,19,20,21,22,23].

Das Ziel besteht in einer weiteren Einengung des Bereichs der von der oberen und unteren Grenzkurve aufgespannt wird. Die theoretische Herleitung der Grenzwertgleichungen dritter und höherer Ordnung ist gelöst. Als problematisch stellt sich die Interpretation der benötigten geometrischen Parameter dar. Bislang liegt noch keine schlüssige physikalische oder werkstoffwissenschaftliche Interpretation für die Parameter vor.

Der Anwendung von Grenzwertgleichungen höherer Ordnung steht auch entgegen, daß durch stereologische Gefügeanalyse konkrete Informationen zur Gefügestruktur (z.B. Form und Orientierung der eingelagerten Phasenteilchen) verfügbar sind. Dies eröffnet die Möglichkeit zur Berechnung von singulären Gefüge-Elastizitätsmodul-Gleichungen. Die benötigten Parameter können durch eine stereologische Analyse des Gefüges ermittelt werden [24,25].

### 2.1.5 Literaturanalyse zum Vergleich des Grenzwertkonzepts für den Elastizitätsmodul mit experimentellen Werten

Eine ganze Reihe älterer Arbeiten [z.B. 25,26,27,28] befaßt sich mit der Analyse von Literaturangaben zu experimentell ermittelten Werten des Elastizitätsmoduls von mehrphasigen Verbundwerkstoffen. Zum Teil wurden schon in diesen Arbeiten die empirischen Daten mit dem Grenzwertkonzept verglichen.
Das Ziel dieser Zusammenstellung [15] ist es daher, neuere Untersuchungsergebnisse, vorwiegend aus den 80er Jahren zusammenfassend darzustellen.

Die Literaturrecherchen wurden in Zusammenarbeit mit dem Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH (FIZ), Karlsruhe, durchgeführt. Besondere Berücksichtigung erfuhren dabei die Datenbanken PHYS und META-DEX.

Aus den ermittelten Literaturstellen konnten lediglich Bruchteile für die vorliegende Arbeit Verwendung finden, da eine Beschränkung auf isotrope Werkstoffe vorgenommen wurde (Gültigkeitsbereich der Grenzwerte 2. Ordnung).

Bei geringen Konzentrationen der Einlagerungsphase wird, wegen der besseren Übersicht, nur der entsprechende Konzentrationsbereich der Grenzkurven dargestellt.

Teilweise mußten Eigenschaftswerte der reinen Phasen aus Tabellenwerken [26,27,29,30,31,32,33,34,35] entnommen werden, um die Grenzkurven berechnen zu können.

Die Darstellung der Eigenschaftswerte und der Grenzkurven erfolgt in normierten Diagrammen (normiert auf die Phase mit dem höheren Eigenschaftswert).

Die Grenzkurven 1. Ordnung sind in durchgezogenen Linien (-----) abgebildet, während die neuen, vereinfachten Grenzkurven 2. Ordnung gestrichelt (----) wiedergegeben sind.

Die Beschriftung der Abzisse bezieht sich auf den Matrixwerkstoff, so daß aus den Diagrammen problemlös die Unterscheidung in Matrix- (links) und Einlagerungswerkstoff (rechts) unterschieden werden kann.



Abb. 2.33: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von Kobalt/Wolframkarbid-Verbundwerkstoffen, Kobalt-Matrixphase mit WC-Einlagerungen, heißgepreßt [34].



Abb. 2.34: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von Kobalt/Wolframkarbid-Verbundwerkstoffen, Kobalt-Matrixphase mit WC-Einlagerungen, gesintert [36].



Abb. 2.35: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von Kobalt/Wolframkarbid-Verbundwerkstoffen, Kobalt-Matrixphase mit WC-Einlagerungen, keine Angaben zum Herstellverfahren [37].



Abb. 2.36: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von zweiphasigen Kupfer/ Wolfram-Werkstoffen, Wolframpartikel in Kupfermatrix, gesintert [38].



Abb. 2.37: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von Polypropylen/Kalziumkarbonat-Verbundwerkstoffen, Polypropylen-Matrixphase mit eingelagerten CaCO<sub>3</sub>-Partikeln, heißgepreßt [39].



Abb. 2.38: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von Polyester/Glas-Verbundwerkstoffen, Herstellung durch Mischen und Vulkanisieren [40].



Abb. 2.39: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von Epoxy/Glas-Verbundwerkstoffen, Epoxy-Matrixphase mit eingebetteten Glaspartikeln, Glas in Epoxy vergossen [39].



Abb. 2.40: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von Epoxy-Gummi/Glas-Verbundwerkstoffen, Glaspartikel in einer Matrix aus einer Epoxy-Gummi-Mischung, Glaspartikel in Matrix vergossen [41].



Ab5. 2.41: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von Epoxy-Gummi/Glas (Silan)-Verbundwerkstoffen, mit Silan beschichtete Glaspartikel wurden in einer Matrix aus Epoxy/Gummi vergossen [41].



Abb. 2.42: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von zweiphasigen Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid-Werkstoffen, ZrO<sub>2</sub>-Partikel in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Matrix, uniaxial gepreßt und gesintert [42].



Abb. 2.43: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von zweiphasigen Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid (3 mol % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)-Werkstoffen, Yttrium-dotierte ZrO<sub>2</sub>-Partikel in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Matrix, uniaxial gepreßt und gesintert [42].



Abb. 2.44: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von zweiphasigen Zirkoniumoxid (2 mol % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)/Aluminiumoxid-Werkstoffen, Yttrium-dotierte ZrO<sub>2</sub>-Matrix mit eingelagerten Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Partikeln, einaxial gepreßt und gesintert [43].



Abb. 2.45: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von zweiphasigen Zirkoniumoxid (3 mol % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)/Aluminiumoxid-Werkstoffen, Yttrium-dotierte ZrO<sub>2</sub>-Matrix mit eingelagerten Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Partikeln, einaxial gepreßt und gesintert [43].



Abb. 2.46: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von Aluminiumoxid/Titan-Verbundwerkstoffen, Titanpartikel in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Matrix, isostatisch gepreßt und gesintert [44].



Abb. 2.47: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von porösem Nickel, Einstellung der verschiedenen Porositäten durch Variation der Sinterparameter, E-Modul wurde mit einem Zugmeßverfahren ermittelt [45].



Abb. 2.48: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von porösem Nickel, Einstellung der verschiedenen Porositäten durch Variation der Sinterparameter, E-Modul wurde mit einem Druckmeßverfahren ermittelt [44].



Abb. 2.49: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von porösem Nickel, Einstellung der verschiedenen Porositäten durch Variation der Sinterparameter, E-Modul wurde mit einem Ultraschallverfahren ermittelt [45].



Abb. 2.50: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von porösem Eisen, kalt gepreßt und gesintert [33].



Abb. 2.51: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von porösem Eisen, gesinterte Werkstoffe mit annähernd sphärischen Poren [46].



Abb. 2.52: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von porösem Eisen, bei verschiedenen Drücken kaltgepreßte und gesinterte Proben, die E-Moduli wurden mit Zug (\*)- und mit Druckmeßverfahren (□) ermittelt [47].



Abb. 2.53: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von porösen Kupfer/Zinn-Legierungen (90 % Cu, 10 % Sn), Proben wurden kaltgepreßt und gesintert [33].



Abb. 2.54: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von porösen Kupfer/Zinn-Legierungen (90 % Cu, 10 % Sn), gesinterte Werkstoffe mit annähernd sphärischen Poren [46].



Abb. 2.55: Grenzkurven und Elastizitätsmodul von porösen Silizium-Oxynitrid-Werkstoffen, heißgepreßte Proben, wobei verschiedene Porositäten durch Variation der Heißpreßdauer erzielt wurden, Ermittlung der E-Moduli über Ultraschallverfahren (Impuls-Echo, □) bzw. über Resonanzfrequenzverfahren (\*) [48].

#### 2.2 Grenzwertkonzept für die Poissonzahl

Die Grenzwertgleichungen für den Elastizitätsmodul werden über die Beziehung

$$E_{(\pm)} = \frac{9 K_{(\pm)} G_{(\pm)}}{3 K_{(\pm)} + G_{(\pm)}}$$
(2.26)

aus den Grenzwertgleichungen für den Schub- und den Kompressionsmodul berechnet (vgl. Kap. 2.1) Diese Vorgehensweise setzt voraus, daß der Elastizitätsmodul eine monoton wachsende Funktion von G und K darstellt. Weil dies tatsächlich der Fall ist, maximieren die oberen Grenzwertgleichungen (von G und K) den Elastizitätsmodul und liefern deshalb obere Grenzwerte für den effektiven Elastizitätsmodul. Die unteren Grenzwertgleichungen (von G und K) minimieren den Elastizitätsmodul und man erhält damit untere Grenzwerte für den effektiven Elastizitätsmodul.

Bei der Poissonzahl ist die entsprechende Beziehung

$$v = \frac{3 K - 2 G}{6 K + 2 G}$$
(2.27)

nicht mehr eindeutig.

Wendet man Polynomdivision an, so kann die Gleichung umformuliert werden in

$$v = -1 + \frac{9}{6 + \frac{2G}{K}}$$
(2.28)

Aus dieser Form wird deutlich, daß die Poissonzahl eine monoton wachsende Funktion des Kompressionsmoduls und eine monoton fallende Funktion des Schubmoduls darstellt. Hashin [6] gibt deshalb an, daß für die effektive Poissonzahl keine, dem Elastizitätsmodul vergleichbaren, Grenzwertgleichungen angegeben werden können.

Um dennoch Grenzwertgleichungen angeben zu können, kann man, um eine obere Grenze für die Poissonzahl zu erhalten, die untere Grenzwertgleichung für G und die obere Grenzwertgleichung für K in Gleichung (2.27) einsetzen.

$$v_{(+)} = \frac{3 K_{(+)} - 2 G_{(-)}}{6 K_{(+)} + 2 G_{(-)}}$$
(2.29)

Entsprechend kann bei der unteren Grenze verfahren werden. Man setzt die untere Grenzwertgleichung für K und die obere Grenzwertgleichung für G in Gleichung (2.27) ein.

$$v_{(-)} = \frac{3 K_{(-)} - 2 G_{(+)}}{6 K_{(-)} + 2 G_{(+)}}$$
(2.30)

Aus Gleichung (2.28) wird deutlich, daß die Poissonzahl für  $G/K = \infty$  gegen den Wert (- 1) und für G/K = 0 gegen den Wert 0,5 konvergiert.

Da die Grenzwerte für G und K erheblich auseinanderliegen können, kann es vorkommen, daß die unteren Grenzwerte negativ werden (obwohl die Poissonzahlen der einzelnen Phasen natürlich positive Werte aufweisen).

In der Literatur findet man die Anwendung des Grenzwertkonzeptes in Analogie zum Vorgehen beim Grenzwertkonzept für den Elastizitätsmodul [34,39].

Die resultierenden Gleichungen lauten

$$\mathbf{v}_{(\pm)} = \frac{3 \, \mathbf{K}_{(\pm)} - 2 \, \mathbf{G}_{(\pm)}}{6 \, \mathbf{K}_{(\pm)} + 2 \, \mathbf{G}_{(\pm)}} \tag{2.31}$$

Aufgrund der obigen Ausführungen sieht man sofort, daß es sich hierbei nicht um "Grenzkurven" handeln kann. Trotzdem wird in der Literatur [39] von Grenzkurven gesprochen. Diese "Grenzwertgleichungen" liefern Kurven, bei denen sich obere und untere "Grenzkurven" schneiden und bei denen die unteren auch über den oberen "Grenzkurven" liegen können.

#### 2.2.1 Grenzwert 1. Ordnung

Wie in Kap. 2.2 beschrieben, erhält man die Grenzkurven 1. Ordnung für die Poissonzahl aus der Beziehung [49]

$$v = {3 K - 2 G \over 6 K + 2 G}$$
 (2.32  $\triangleq$  2.27)

Für die Berechnung der oberen Grenzwertgleichung wird zum einen die obere Grenzwertgleichung 1. Ordnung für den Kompressionsmodul und zum anderen die untere Grenzwertgleichung für den Schubmodul verwendet:

$$K_{(+)} = (1 - c_D) K_M + c_D K_D$$
(2.33)

$$G_{(-)} = \frac{G_M G_D}{(1 - c_D) G_D + c_D G_M}$$
(2.34)

Die untere Grenzwertgleichung 1. Ordnung für die Poissonzahl ergibt sich aus der Beziehung (2.32) mit der unteren Grenzwertgleichung 1. Ordnung für den Kompressionsmodul und der entsprechenden oberen Grenzwertgleichung für den Schubmodul:

$$K_{(-)} = \frac{K_{M} K_{D}}{(1 - c_{D}) K_{D} + c_{D} K_{M}}$$
(2.35)

$$G_{(+)} = (1 - c_D)G_M + c_DG_D$$
 (2.36)

#### 2.2.2 Grenzwerte 2. Ordnung

Analog dem Vorgehen bei der Ermittlung der Grenzwertgleichungen 1. Ordnung (vgl. Kap. 2.2.1) erhält man die Grenzwertgleichungen 2. Ordnung für die Poissonzahl.

Ausgehend von der Beziehung

$$v = \frac{3 K - 2 G}{6 K + 2 G}$$
(2.37 \u00e9 2.27)

wird für die obere Grenzwertgleichung 2. Ordnung für die Poissonzahl die obere Grenzwertgleichung für den Kompressionsmodul und die untere Grenzwertgleichung für den Schubmodul eingesetzt:

$$K_{(+)} = K_{D} + \frac{1 - c_{D}}{1 / (K_{M} - K_{D}) + 3 c_{D} / (3 K_{D} + 4 G_{D})}$$
(2.38 \appres 2.9a)

$$G_{(-)} = G_{M} + \frac{c_{D}}{1/(G_{D} - G_{M}) + 6(1 - c_{D})(K_{M} + 2G_{M})/5G_{M}(3K_{M} + 4G_{M})} \qquad \stackrel{(2.39)}{=} 2.8b)$$

Die untere Grenzwertgleichung 2. Ordnung für die Poissonzahl erhält man mit (2.37) unter Verwendung der unteren Grenzwertgleichung für K und der oberen Grenzwertgleichung für G:

$$K_{(-)} = K_{M} + \frac{c_{D}}{1/(K_{D} - K_{M}) + 3(1 - c_{D})/(3K_{M} + 4G_{M})}$$
 (2.40  $\doteq$  2.8a)

$$G_{(+)} = G_{D} + \frac{(1 - c_{D})}{1 / (G_{M} - G_{D}) + 6 c_{D} (K_{D} + 2 G_{D}) / 5 G_{D} (3 K_{D} + 4 G_{D})}$$
(2.41  $\doteq$  2.9b)

Eine Elimination der Poissonzahlen der einzelnen Phasen ( $v_M$ ,  $v_D$ ) durch Einsetzen von Extremkombinationen (vgl. Vorgehensweise bei der Vereinfachung der Grenzkurven 2. Ordnung für den E-Modul) führt dazu, daß die Grenzkurven den gesamten Variationsbereich (-  $1 \le v_C \le 0.5$ ) einschließen. Diese vereinfachten Gleichungen können daher zur Abschätzung der effektiven Poissonzahl  $v_C$  des Verbundwerkstoffes nicht herangezogen werden (vgl. Abb. 2.56 bis 2.59).

Ersetzt man  $K_i$  bzw.  $G_i$  (i = M, D) durch

$$K_{i} = \frac{E_{i}}{3(1 - 2v_{i})}$$
(2.12)

und

$$G_{i} = \frac{E_{i}}{2(1 + v_{i})}$$
(2.11)

so erhält man die Grenzwertgleichungen für die Poissonzahl in Abhängigkeit von  $E_i$  und  $v_i$  (i = M, D).

#### 2.2.3 Diskussion der Grenzwertgleichungen für die Poissonzahl

Wie in Kap. 2.2 dargestellt, wird die Anwendbarkeit des Grenzwertkonzeptes für die Poissonzahl eines Verbundwerkstoffes in der Literatur kontrovers dargestellt, da die Gleichung (2.27, 2.28) keine monoton wachsende Funktion von Schub- und Kompressionsmodul ist.

Die Problematik dieser Grenzkurven wird besonders deutlich im großen eingeschlossenen Bereich von oberer und unterer Grenzkurve, wobei die untere Grenzkurve auch negative Werte annehmen kann. Ein Vergleich der angegebenen Grenzkurven mit empirischen Werten aus der Literatur (vgl. Kap 2.2.4) zeigt jedoch eine gute Übereinstimmung von Experiment und Theorie.



Abb. 2.56: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für die Poissonzahl in Abhängigkeit der Poissonzahlen der einzelnen Phasen für  $E_1/E_2 =$  $10 \text{ und } c_1 = 0.5 \text{ in } 3-\tilde{D}$ -Darstellung.



Abb. 2.58: Obere Grenzkurven 2. Ordnung für die Poissonzahl in Abhängigkeit der Poissonzahlen der einzelnen Phasen für  $E_1/E_2 =$  $10 \text{ und } c_1 = 0.5 \text{ in } 3-\tilde{D}$ -Darstellung.



Abb. 2.57: Untere Grenzkurven 2. Ordnung für die Poissonzahl in Abhängigkeit der Poissonzahlen der einzelnen Phasen für  $E_1/E_2 = 5$ und  $c_1 = 0,5$  in 3-D-Darstellung.



Abb. 2.59: Obere Grenzkurven 2. Ordnung für die Poissonzahl in Äbhängigkeit der Poissonzahlen der einzelnen Phasen für  $E_1/E_2 = 5$ und  $c_1 = 0.5$  in  $3 \cdot D_{-}$ Darstellung.

- 44 -

Für poröse Werkstoffe eignen sich die Grenzkurven nicht, weil sie über den gesamten Definitionsbereich ( $0 \le c_D \le 1$ ) den Wert 0 annehmen bzw. überhaupt nicht definiert sind.

## 2.2.4 Literaturanalyse zum Vergleich des Grenzwertkonzeptes für die Poissonzahl mit experimentellen Werten

Analog zum Vergleich des Grenzwertkonzeptes für den Elastizitätsmodul mit experimentellen Werten aus der Literatur (Kap. 2.1.5) wurde eine Literaturanalyse bezüglich der Poissonzahl durchgeführt [15]. Die Basis der Literaturrecherche bildeten wieder die Datenbanken PHYS und METADEX (FIZ Karlsruhe).

Für die Auswertung der Daten mußte zum Teil auf die in Kap. 2.1.5 angegebenen Tabellenwerke zurückgegriffen werden.

Die Grenzkurven 1. Ordnung sind in durchgezogenen Linien (-----) abgebildet, während die Grenzkurven 2. Ordnung gestrichelt (------) wiedergegeben sind.

Die Abzissenbeschriftung bezieht sich auf den Matrixwerkstoff, so daß aus den Diagrammen die Unterscheidung in Matrix- (links) und Einlagerungswerkstoff (rechts) erkennbar ist.



Abb. 2.60: Grenzkurven und Poissonzahl von Co/WC-Verbundwerkstoffen, partikuläre WC-Einlagerungen in Co-Matrix, heißgepreßt [34].



Abb. 2.61: Grenzkurven und Poissonzahl von Co/WC-Verbundwerkstoffen, Co-Matrixphase mit WC-Einlagerungen [50].



Abb. 2.62: Grenzkurven und Poissonzahl von Co/WC-Verbundwerkstoffen, partikuläre WC-Einlagerungen in Co-Matrixphase [37].



Abb. 2.63: Grenzkurven und Poissonzahl von Polypropylen/CaCO<sub>3</sub>-Verbundwerkstoffen, partikuläre Kalziumkarbonateinlagerungen in Polypropylen-Matrix, heißgepreßt, sphärische Einlagerungen statistisch verteilt [39].







Abb. 2.65: Grenzkurven und Poissonzahl von zweiphasigen Polystyren/ Polyethylen-Werkstoffen, eingelagerte Polyethylen-Partikel in Polystyren-Matrixphase unter Verwendung eines Haftvermittlers [51].



Abb. 2.66: Grenzkurven und Poissonzahl von zweiphasigen Polystyren/ Polyethylen-Werkstoffen, Polystyren-Matrixphase mit eingelagertem Polyethylen, es wurde ein Haftvermittler (Blockcopolymer) verwendet [52].



Abb. 2.67: Grenzkurven und Poissonzahl von zweiphasigen Polystyren/ Polyethylen-Werkstoffen, in Polystyren-Matrixphase mit partikulären Polyethylen-Einlagerungen, Gleicher Werkstoff wie in Abb. 2.66 dargestellt, jedoch ohne Haftvermittler [52].



Abb. 2.68: Grenzkurven und Poissonzahl von Epoxy/Bor-Verbundwerkstoffen, eingelagerte Bor-Fasern in Epoxy-Matrixphase, die niedrigen Werte für die Poissonzahl (Werte liegen unter den Poissonzahlen der reinen Phasen) werden vom Autor auf das Meßverfahren (Zugversuch) zurückgeführt [29].

## 2.3 Grenzwertkonzept für den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten

Der thermische Ausdehnungskoeffizient  $(a_V)$  ist definiert [53] als die durch Temperaturänderung ( $\delta T$ ) eintretende Volumenänderung ( $\delta V$ ) bezogen auf das Ausgangsvolumen (V<sub>A</sub>) bei konstantem Druck (p) und konstanter stofflicher Zusammensetzung (c<sub>i</sub>) des Werkstoffes.

$$\alpha_{\rm V} = \frac{1}{\rm V_A} \left(\frac{\delta \rm V}{\delta \rm T}\right)_{\rm p \, c_i} \tag{2.42}$$

Unter der Voraussetzung, daß eine Temperaturabhängigkeit des thermischen Ausdehnungskoeffizienten vernachlässigbar ist, erhält man durch Integration

$$a_{\rm V} = \frac{{\rm V} - {\rm V}_{\rm A}}{\Delta {\rm T} \cdot {\rm V}_{\rm A}} = \frac{\Delta {\rm V}}{\Delta {\rm T} \cdot {\rm V}_{\rm A}}$$
(2.43)

Ist ein Werkstoff isotrop, so ist sein linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient (α)

$$\alpha = \frac{\alpha_{\rm V}}{3} \approx \frac{\Delta L}{\Delta T \cdot L_{\rm A}}$$
(2.44)

mit L = Länge bei der Temperatur T und  $L_A$  = Ausgangslänge bei Raumtemperatur  $T_A$ .

Für die Ableitung von Grenzwertgleichungen für den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten eines zweiphasigen Verbundwerkstoffes wird Isotropie und linear-elastisches Verhalten der Phasen vorausgesetzt.

Bei Erwärmung eines derartigen Werkstoffes entstehen - durch unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten von Matrix- und Einlagerungsphase - innere Spannungen. Im Gedankenexperiment trennt man nun die einzelnen Phasen des Werkstoffes.

Dehnt sich z.B. die Matrixphase bei Temperaturerhöhung weniger aus als die Einlagerungsphase ( $a_M < a_D$ ), so entstehen Zugspannungen in der Matrix- und Druckspannungen in der Einlagerungsphase.

Beim Zusammenfügen müssen deshalb Zugspannungen in der Matrixphase und Druckspannungen in der Einlagerungsphase aufgebracht werden. Diese isostatischen Zug- und Druckspannungen sind, betragsmäßig, gleich groß und entsprechen den inneren Spannungen, die sich durch das Erwärmen in einem realen zweiphasigen Werkstoff aufbauen.

Da die Oberfläche im realen Werktoff spannungsfrei ist, muß auch an die Oberfläche des zweiphasigen Werkstoffes eine Zug- oder Druckspannung angelegt werden.

Die isostatische Spannung, die beim Zusammenfügen angelegt werden muß, beträgt [28]

$$\sigma = 3 \Delta T (\alpha_D - \alpha_M) \frac{K_M K_D}{K_D - K_M}$$
(2.45)

Unter Berücksichtigung der Oberflächenspannung ergibt sich

$$\frac{\Delta V_{\rm C}}{V_{\rm AC}} = \frac{\Delta V_{\rm M}}{V_{\rm AM}} + \frac{\sigma}{K_{\rm M}} - \frac{\sigma}{K_{\rm C}}$$
(2.46)

Mit den Gleichungen (2.44) und (2.45) folgt [54]

$$a_{\rm C} = a_{\rm M} + (a_{\rm D} - a_{\rm M}) \frac{K_{\rm D}(K_{\rm C} - K_{\rm M})}{K_{\rm C}(K_{\rm D} - K_{\rm M})}$$
(2.47)

**Durch Einsetzen von** 

$$K_i = \frac{E_i}{3(1-2v_i)}$$
 für i = M, D (2.48)

und der Grenzwertgleichungen für  $K_C$  erhält man Grenzwertgleichungen für den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $a_C$  eines zweiphasigen Verbundwerkstoffes.

Im vorgestellten Anstatz von Cribb [54] und Nazaré/Ondracek [53] werden die thermisch und durch die anzulegenden Spannungen verursachten Volumendehnungen von Matrix- und Einlagerungswerkstoff gleichgesetzt:

$$\frac{\Delta V_M^T}{V_M^{T_o}} + \frac{\Delta V_M^\sigma}{V_M^{T_o}} = \frac{\Delta V_D^T}{\Delta V_D^{T_o}} + \frac{\Delta V_D^\sigma}{\Delta V_D^{T_o}}$$
(2.48a)

In einer neueren Arbeit von Bossert [84] wird darauf hingewiesen, daß die durch die angelegten Spannungen induzierten Volumenänderungen nicht auf das Ausgangsvolumen, sondern auf die durch thermische Einflüsse veränderten Volumina bezogen werden müssen. Bossert geht bei der Berechnung des Ausdehnungskoeffizienten von Volumendifferenzen ( $\Delta V$ ) aus, nicht von Volumendehnungen ( $\Delta V/V$ ) wie Cribb. Er erhält damit folgende Gleichung für die Spannung, die notwendig ist, um Matrix und Dispergent zusammenzuführen:

$$\sigma = 3 \Delta T (a_D - a_M) \frac{K_M^T K_D^T}{K_D^T (1 - a_M \Delta T) - K_M^T (1 - a_D \Delta T)}$$
(2.48b)

Gleichung (2.45) gibt hingegen die anzulegende Spannung an, falls die Volumenänderungen auf das Ausgangsvolumen bezogen werden. Man erkennt, daß die Gleichungen (2.48b) und (2.45) für kleine Temperaturänderungen nahezu übereinstimmen.

Verwendet man Gleichung (2.48b) zur Berechnung des Ausdehnungskoeffizienten unter Berücksichtigung der thermisch induzierten Volumenänderungen, so erhält man

$$\alpha_C \Delta T = \alpha_M \Delta T + (1 - \alpha_M \Delta T) \frac{\sigma}{K_M^T} - (1 - \alpha_C \Delta T) \frac{\sigma}{K_C^T}$$
(2.48c)

Setzt man Gleichung (2.48b) ein, so erhält man einen sehr umfangreichen Ausdruck, der auch durch arithmetisches Umformen nur unwesentlich vereinfacht werden kann.

Für die ingenieurmäßige Nutzung erscheint der Ansatz von Cribb bzw. Nazaré und Ondracek aufgrund der einfacheren Anwendung weiterhin geeignet. Im folgenden wird daher auf diesen Ansatz Bezug genommen.

#### 2.3.1 Grenzwerte 1. Ordnung

Wie in Kap. 2.3 dargestellt, können ausgehend von der Gleichung

$$a_{C} = a_{M} + (a_{D} - a_{M}) \frac{K_{D}(K_{C} - K_{M})}{K_{C}(K_{D} - K_{M})}$$
(2.49)

Grenzwertgleichungen für ac hergeleitet werden, indem für

$$K_{M} = \frac{E_{M}}{3(1 - 2v_{M})}$$
(2.50)

und

$$K_{\rm D} = \frac{E_{\rm D}}{3(1 - 2v_{\rm D})}$$
(2.51)

eingesetzt wird.

Für K<sub>C</sub> werden die einzelnen Grenzwertgleichungen (analog wie in Kap. 2.1.1 für den Elastizitätsmodul) verwendet:

Die Grenzwertgleichungen 1. Ordnung für den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten ergeben sich damit durch Einsetzen von

$$K_{C} = (1 - c_{D})K_{M} + c_{D}K_{D}$$
 (2.52a)

bzw.

$$K_{C} = \frac{K_{M} K_{D}}{K_{M} c_{D} + K_{D} (1 - c_{D})}$$
(2.52b)

in Gleichung (2.49).

Welche der beiden Gleichungen die untere bzw. obere Grenzkurve im jeweiligen Fall beschreibt, hängt ab von dem Ausdruck

$$\frac{K_{M}}{K_{D}} = \frac{E_{M} (1 - 2 v_{D})}{E_{D} (1 - 2 v_{M})}$$
(2.53)

Der Wechsel der Grenzkurven erfolgt, wenn dieser Ausdruck den Wert Eins annimmt. In diesem Fall sind obere und untere Grenze identisch [53].

Die so ermittelten Grenzwertgleichungen können umformuliert werden in

$$a_{\rm C} = a_{\rm M} + c_{\rm D} (a_{\rm D} - a_{\rm M}) \frac{E_{\rm D} (1 - 2 v_{\rm M})}{(1 - c_{\rm D}) E_{\rm M} (1 - 2 v_{\rm D}) + c_{\rm D} E_{\rm D} (1 - 2 v_{\rm M})}$$
(2.54)

bzw.

$$\alpha_{\rm C} = (1 - c_{\rm D}) \alpha_{\rm M} + c_{\rm D} \alpha_{\rm D} = \alpha_{\rm M} + c_{\rm D} (\alpha_{\rm D} - \alpha_{\rm M})$$
(2.55)

#### 2.3.2 Grenzwerte 2. Ordnung

In die aus Kap. 2.3 und 2.3.1 bekannte Gleichung

$$a_{\rm C} = a_{\rm M} + (a_{\rm D} - a_{\rm M}) \frac{K_{\rm D}(K_{\rm C} - K_{\rm M})}{K_{\rm C}(K_{\rm D} - K_{\rm M})}$$
(2.56)

wird, analog zur Ermittlung der Grenzwertgleichungen 1. Ordnung,

$$K_{M} = \frac{E_{M}}{3(1 - 2v_{M})}$$
(2.57)

und

$$K_{\rm D} = \frac{E_{\rm D}}{3(1 - 2v_{\rm M})}$$
(2.58)

eingesetzt.

Für  $K_C$  wurden die Grenzwertgleichungen (2.8a) und (2.9a) verwendet, wie sie in Kap. 2.1.2 angegeben sind:

$$K_{C} = K_{M} + \frac{c_{D}}{\frac{1}{K_{D} - K_{M}} + \frac{3(1 - c_{D})}{3K_{M} + 4G_{M}}}$$
(2.59)

$$K_{\rm C} = K_{\rm D} + \frac{1 - c_{\rm D}}{\frac{1}{K_{\rm M} - K_{\rm D}} + \frac{3 c_{\rm D}}{3 K_{\rm D} + 4 G_{\rm D}}}$$
(2.60)

mit

$$G_{i} = \frac{E_{i}}{2(1 + v_{i})}$$
 für i = M,D (2.61)

sowie den Gleichungen (2.57) und (2.58).

## 2.3.3 Literaturanalyse zum Vergleich des Grenzwertkonzeptes für den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten mit experimentellen Werten

Entsprechend dem Vergleich des Grenzwertkonzeptes für den Elastizitätsmodul mit experimentellen Werten aus der Literatur (vgl. Kap. 2.1.5) wurde eine Literaturanalyse hinsichtlich des Verhaltens von Verbundwerkstoffen für die thermische Dehnung durchgeführt [15].

Die Literaturrecherche basiert auf Analysen der Datenbanken PHYS und META-DEX (FIZ Karlsruhe).

Zur Auswertung der Daten mußte zum Teil wieder auf die in Kap. 2.1.5 angegebenen Tabellenwerke (zusätzlich [81,82]) zurückgegriffen werden.

Die Darstellung erfolgt wieder in relativen Werten.

Die Grenzkurven 1. Ordnung sind in durchgezogenen Linien (------), die Grenzkurven 2. Ordnung gestrichelt (-----) wiedergegeben.

Obwohl die Unterscheidung in Matrix - und Einlagerungswerkstoff für die Grenzwertkurven erster und zweiter Ordnung nicht relevant ist, wird, zur schnelleren Orientierung, der Matrixwerkstoff links und der Einlagerungswerkstoff rechts auf der Abzisse abgetragen.



Abb. 2.69: Grenzkurven und linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von zweiphasigen W/Ag-Werkstoffen, keine Angaben zur Gefügestruktur und zum Herstellungsverfahren [55].



Abb. 2.70: Grenzkurven und linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von zweiphasigen Fe/Ag-Werkstoffen, zum Herstellungsverfahren und zur Gefügestruktur werden keine Angaben gemacht [55].



Abb. 2.71: Grenzkurven und linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von zweiphasigen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Glas-Werkstoffen, Glas-Partikel in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Matrix, heißgepreßt [56].



Abb. 2.72: Grenzkurven und linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von zweiphasigen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-Werkstoffen, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-Partikel in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Matrix, heißgepreßt [56].



Abb. 2.73: Grenzkurven und linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von zweiphasigen MgO/CaO-Werkstoffen, ab 50 Vol.-% CaO stellt sich ein Wechsel von der MgO- zur CaO-Matrix ein, gesintert [57].



Abb. 2.74: Grenzkurven und linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von UO<sub>2</sub>/Mo-Verbundwerkstoffen, ab 35 Vol.-% Mo Übergang von der UO<sub>2</sub>- zur Mo-Matrix, gesinterter Werkstoff [58].



Abb. 2.75: Grenzkurven und linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von Stahl/UO<sub>2</sub>-Verbundwerkstoffen, partikuläre UO<sub>2</sub>-Einlagerungen in Matrix aus rostfreiem Stahl, Herstellungsprozeß: isostatisches Pressen, Sintern, Mahlen, Heißschwinghämmern, Härten; die Meßergebnisse deuten auf eine mangelhafte Haftung der Phasen hin [59].



Abb. 2.76: Grenzkurven und linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von zweiphasigen Cu/W-Werkstoffen, Wolfram-Fasern gerichtet in Cu-Matrix [60].

# 3. Experimentelle Untersuchungen

## 3.1 Experimentelle Methoden

## 3.1.1 Bestimmung der mechanischen Eigenschaften im Zugversuch

Der Zugversuch zählt mit dem Druck- und dem Biegeversuch zu den statischen Prüfverfahren. Der Probenkörper wird in einer Prüfmaschine mit einer ruhenden, stetig ansteigenden Kraft belastet. Es wurde festgestellt [62], daß der im Zugoder Biegeversuch gemessene Elastizitätsmodul von Oxid-Cermets niedriger liegt, als der im Druckversuch gemessene. Dies basiert auf der Feststellung, daß es durch Zugspannungen früher zu Volumenvergrößerungen und Grenzflächenablösungen kommt als unter Druckspannungen. Die Ermittlung des Elastizitätsmoduls im Zugversuch ist also wesentlich sensitiver bezüglich der Feststellung, ob Haftung zwischen den Phasen vorliegt oder nicht.

Die Zugversuche wurden an zwei Zugprüfmaschinen der Typen Zwick und Instron 1262 durchgeführt, unter Zugrundelegung der entsprechenden Normen. Beim Zugversuch (DIN 50145) wird eine Werkstoffprobe (DIN 50 125) in einer Prüfmaschine (DIN 51 221) bei konstanter Vorschubgeschwindigkeit (1,2 mm/min) der oberen Probenfassung (Querhauptgeschwindigkeit) einachsig, gleichmäßig und stoßfrei zugbeansprucht.

Ausgehend von der Anfangsmeßlänge  $L_0$  kann zu jedem Zeitpunkt des Versuchs die Differenz ( $\Delta L$ ) zur augenblicklichen Länge Langegeben werden.

$$\Delta L = L - L_0 \tag{3.1}$$

In Abhängigkeit von der Längenänderung ΔL wird die benötigte Zugkraft F gemessen. Der an die Prüfmaschine gekoppelte Schreiber zeichnet also Kraft-Längenänderungs-Diagramme auf. Wesentlich aussagekräftiger sind Spannungs-Dehnungs-Diagramme.

Dabei handelt es sich um die Darstellung der auf die Probenquerschnittsfläche S<sub>0</sub> bezogenen Kraft F, die als Spannung (Längsnennspannung) bezeichnet wird,

$$\sigma = \frac{F}{S_0}$$
(3.2)

in Abhängigkeit der auf die Ausgangslänge  $L_0$  bezogenen Längenänderung  $\Delta L$ 

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L - L_0}{L_0}$$
(3.3)

die Dehnung genannt wird.

Da in DIN 50 145 die Dehnung in Prozent angegeben wird, muß noch mit dem Faktor 100 multipliziert werden

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \cdot 100 \tag{3.4}$$

DIN 50 145 definiert die Gesamtdehnung  $\varepsilon_t$ , die sich zusammensetzt aus der elastischen Dehnung  $\varepsilon_e$  (vollkommen reversibel im Hook'schen Bereich) und aus der nichtproportionalen Dehnung  $\varepsilon_p$ , die zu einer bleibenden Dehnung  $\varepsilon_r$  führt.

$$\varepsilon_{\rm t} = \varepsilon_{\rm e} + \varepsilon_{\rm r}$$
 (3.5)

Unter der Bruchdehnung A versteht man die auf die Anfangslänge  $L_0$  bezogene bleibende prozentuale Längenänderung  $\Delta L_r$  nach dem Bruch der Probe

$$A = \frac{\Delta L_r}{L_0} \cdot 100$$
(3.6)

Die Dehngrenze  $R_p$  charakterisiert die Spannung bei einer bestimmten nicht proportionalen Dehnung  $\epsilon_p$ .

In der Versuchsauswertung wurden die Spannungen bei der nichtproportionalen Dehnung von 0,2 % bestimmt, die sogenannte 0,2 %-Dehngrenze.

Die Zugfestigkeit  $R_m$  resultiert aus der höchsten Zugkraft  $F_m$  bezogen auf den Ausgangsquerschnitt  $S_0$ 

$$R_{\rm m} = \frac{F_{\rm m}}{S_0} \tag{3.7}$$

Unter dem Elastizitätsmodul E versteht man den Quotienten aus der Spannung und der elastischen Dehnung

$$E = \frac{o}{\varepsilon_{e}}$$
(3.8)

In diese Gleichung, auch als Hook'sches Gesetz bekannt, geht die Längsdehnung  $\varepsilon_e$  ein. Der Werkstoff erfährt aber im Zugversuch auch eine elastische Querdeh-

nung. Die Querkontraktionszahl v (Poissonzahl) gibt den Zusammenhang zwischen der elastischen Längsdehnung  $\epsilon_{e,l}$  und der elastischen Querdehnung  $\epsilon_{e,q}$  an

$$v = -\frac{\varepsilon_{e,q}}{\varepsilon_{e,i}}$$
(3.9)

Um neben der Längsdehnung auch die Querdehnung erfassen zu können, wurde auf jede Zugprobe ein Dehnmeßstreifen (DMS) mit zwei senkrecht zueinander stehenden Meßgittern aufgebracht (Hersteller: Fa. BLH Electronics, Typ: FAET-06C-35 S6 EL). Die elektrische Schaltung der DMS zeigt Abb.3.1



Abb. 3.1: Verschaltung der Dehnmeßstreifen (schematisch).

## 3.1.2 Alternativmethoden zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften

## 3.1.2.1 <u>Bestimmung des Elastizitätsmoduls und der Poissonzahl durch die Ultra-</u> schallmethode

Das Ultraschallverfahren zählt, ebenso wie das in Abschnitt 3.1.2.2 beschriebene Eigenschwingungsverfahren (Resonanzverfahren), zu den dynamischen Prüfverfahren. Schlagartige oder schwingende Krafteinwirkungen rufen eine dynamische Werkstoffbeanspruchung hervor. Die in den Werkstoff eingebrachten Ultraschallwellen durchlaufen die Probe. Aus der Laufzeit der Welle und der Probenhöhe lassen sich die Ausbreitungsgeschwindigkeiten der Longitudinalwellen CL und
der Transversalwellen C<sub>T</sub> bestimmen. Der Elastizitätsmodul berechnet sich aus der Gleichung [63]

$$E = C_{L}^{2} \rho \, \frac{(1+\nu)(1-2\nu)}{(1-\nu)} \tag{3.10}$$

mit der Poissonzahl

$$v = \frac{0.5 C_{\rm L}^2 - C_{\rm T}^2}{C_{\rm L}^2 - C_{\rm T}^2}$$
(3.11)

In der Literatur [25] findet man auch eine Näherungsgleichung, in der nur die Longitudinalschwingungen berücksichtigt sind

$$\mathbf{E} = \mathbf{C}_{\mathbf{L}}^2 \cdot \boldsymbol{\rho} \tag{3.12}$$

Dies deshalb, weil gerade bei Verbundwerkstoffen eine starke Dämpfung, vor allem der Transversalwellen, auftreten kann.

Diese Dämpfung ließ auch bei den in dieser Arbeit untersuchten Verbundwerkstoffen ab gewissen Dispergentenkonzentrationen keine Auswertung mehr zu.

Die Näherungsgleichung (3.12) gilt für den Fall 2 v<sup>2</sup>  $\ll$  1 - v, d.h. bei kleinen Poissonzahlen. Der Fehler bei Anwendung der Näherungslösung (3.12) gegenüber der exakten Lösung ist in Abb.3.2 dargestellt.



**Abb. 3.2:** Prozentualer Fehler bei Substitution der Gleichung (3.10) durch Gleichung (3.12).

Bei vorliegenden Poissonzahlen von 0,21 - 0,37 kommt deshalb die Anwendung der Näherungslösung nicht in Frage.

Die Ultraschallmessungen wurden mit dem Gerät USIP 12/OTM12 der Fa. Krautkrämer durchgeführt. Zur Einleitung der Longitudinalwellen kam ein 10 MHz Prüfkopf zum Einsatz und zur Erzeugung von Transversalwellen ein 4 MHz-Winkelprüfkopf.

#### 3.1.2.2 Bestimmung des Elastizitätsmoduls durch das Resonanzverfahren

Regt man eine Probe, deren Enden frei schwingen können, zu longitudinalen Schwingungen an, dann entstehen Eigenschwingungen, wenn die Erregerfrequenz mit der Eigenfrequenz des Prüflings übereinstimmt (Resonanz). Über die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Longitudinalwellen läßt sich der Elastizitätsmodul errechnen [25]

$$C_{L} = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$$
(3.13)

Die Beziehung (3.13) gilt aber nur, falls die Abmessungen der Probe denen eines dünnen Stabes [64] entsprechen (Probendurchmesser ≤ Wellenlänge).

Bei der Berechnung des Elastizitätsmoduls muß beachtet werden, daß es sich hierbei um den adiabatischen E-Modul handelt [65]. Um den E-Modul mit den Messungen aus Zugversuchen vergleichen zu können, muß auf den isothermen E-Modul umgerechnet werden.

$$E_{iso} = \frac{E_{ad}}{1 + 10^3 \frac{\alpha^2 T E_{ad}}{\rho c_p}}$$
(3.14)

mit

E<sub>iso</sub> isothermer E-Modul

E<sub>ad</sub> adiabatischer E-Modul

a Wärmeausdehnungskoeffizient

c<sub>p</sub> spezifische Wärme

T absolute Temperatur

Für die Versuche kam ein Gerät der Fa. Grindo-Sonic Typ Mk3 zum Einsatz. Durch das Aufschlagen einer kleinen Stahlkugel auf den Prüfling wird dieser in Schwingungen versetzt, die über ein Piezomikrophon aufgenommen werden. Das Gerät registriert den sogenannten R-Wert (proportional zur Frequenz), woraus der Elastizitätsmodul errechnet wird [66].

$$E = \frac{\rho}{\left(\frac{R}{4}\right)^2} \left(3933, 2 \frac{L^4}{h^2} + 22635 L^2\right)$$
(3.15)

mit

- ρ Dichte des Prüfstabes
- L Länge des Prüfstabes
- h Höhe des Prüfstabes
- R Anzeigewert, proportional der Grundschwingung

Abb. 3.3 zeigt schematisch die Eigenschwingung eines quaderförmigen Probenkörpers. Die Auflager wurden entsprechend den Angaben des Geräteherstellers gewählt (0,224 L von den Probenstirnflächen entfernt).

Diese Methode wurde eingesetzt, um die Elastizitätsmoduli der Gläser 8250 und 8474 zu verifizieren.



Abb. 3.3: Eigenschwingungen 1. Ordnung im Probenkörper (schematisch).

#### 3.1.3 Bestimmung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten

Die Messungen der thermischen Ausdehnung wurden mit einem Differenz-Dilatometer des Typs 402 ED der Fa. Netzsch (Selb) durchgeführt. Dieses Gerät erfaßt die Differenz der Längenänderung zwischen der Probe und einem Standard mit bekanntem Längenausdehnungsverhalten. Bei den Referenzproben handelt es sich um Materialien, deren Verhalten in Prüfzeugnissen des "National Bureau of Standards" (NBS), Washington, D.C., oder der "Physikalisch-Technischen Bundesanstalt" (PTB), Braunschweig, sehr genau beschrieben wird. Probe und Standard haben bei Raumtemperatur (293 K) die Ausgangslänge l<sub>0</sub>. Die Differenz der Längenausdehnung zwischen den beiden Körpern wird als Funktion der Temperatur aufgenommen. Die Ausdehnung der Probe ergibt sich dann aus

$$l_{T}^{\text{Probe}} = \left(\Delta l_{T}^{\text{Probe}} - \Delta l_{T}^{\text{Ref.}}\right) + \left(\frac{\Delta l_{T}}{l_{0}}\right)^{\text{Ref}} \cdot l_{0}^{\text{Ref}} + l_{0}^{\text{Probe}}$$
(3.16)

Den für technische Anwendungen oft benutzten mittleren linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten über einen bestimmten Temperaturbereich erhält man aus

$$a_{th} = \frac{\left(\frac{\Delta I_{T}}{I_{0}}\right)}{\Delta T}$$
(3.17)

Bei diesem Meßverfahren muß sichergestellt sein, daß sich das Probenmaterial immer in einem Temperaturgleichgewicht befindet, das bedeutet, daß Aussagen über die thermische Dehnung nür während Konstantphasen der Temperatur getroffen werden dürfen.



Abb. 3.4: Differenz-Dilatometer (Meßkopf).

# 3.2 Materialauswahl und Pulvercharakterisierung

Bei den verwendeten Materialien handelt es sich um Stoffe, die ein Potential für den Einsatz als Biowerkstoffe aufweisen. Speziell im Dentalbereich können die Verbundwerkstoffe mit einer Silber-Matrixphase Anwendung finden. Silber wird bereits, vor allem als Ag-Pd-Legierung (auch keramisch verblendet), in der Zahnmedizin als Permanentimplantatwerkstoff eingesetzt.

Als Einlagerungsphase wurden Titanoxid (TiO<sub>2</sub>) und die Gläser 8250 bzw. 8474 (Hersteller: Schott, Landshut) gewählt. Diese Dispergentenwerkstoffe sollen die mechanischen und thermophysikalischen Eigenschaften des Silbers verbessern, mit dem Ziel, eine günstigere Biokompatibilität zu erreichen.

Bei dem Glas 8250 handelt es sich um ein biokompatibles Borosilikat-Einschmelzglas, das bisher schon in Druckglasdurchführungen von Herzschrittmachern zum Einsatz kommt [67].

Das Glas 8474 ist ein Alkaliphosphatglas. Es wurde als Zweitphase ausgewählt, weil die Gruppe der Alkaliphosphatgläser derzeit als Biomaterial in der Diskussion steht [68]. Glas 8474 findet bisher industrielle Nutzung als stabiles Glaslot für Werkstoffe mit sehr hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten (~  $20 \cdot 10^{-6}$ K<sup>-1</sup>).

Der Hersteller gibt für das Glas 8474 einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $a_{20/300}$  von  $19 \cdot 10^{-6}$  K<sup>-1</sup> an. Im Verbund mit Silber ( $a_{20/300} = 21 \cdot 10^{-6}$  K<sup>-1</sup>) ergibt sich damit eine angepaßte Materialpaarung.

## 3.2.1 Silber (Ag)

Zur Probenherstellung wurde Silberpulver der Fa. Ventron, Karlsruhe (Art.Nr. 00690) eingesetzt.

### a) Chemische Zusammensetzung

Die chemische Reinheit wird vom Hersteller mit m3N5 angegeben, d.h. die metallische Reinheit beträgt 99,95 %.

## b) Röntgenfeinstruktur





# <u>c) Partikelgestalt</u>



Abb. 3.6: Partikelgestalt des Silberpulvers (Rasterelektronenmikroskop, 200-fache Vergrößerung).



Abb. 3.7: Partikelgestalt des Silberpulvers (Rasterelektronenmikroskop, 500-fache Vergrößerung).





Abb. 3.8: Teilchengrößenverteilung des Silberpulvers.

<u>e) Dichte</u> Die Dichte von Silber beträgt 10,491 g/cm<sup>3</sup> [31].

# 3.2.2 Titanoxid (TiO<sub>2</sub>)

TiO<sub>2</sub> ist ein Werkstoff, der sich gut biokompatibel verhält [69].

 $TiO_2$  kommt, abhängig von der Temperatur in drei verschiedenen Modifikationen vor. Es handelt sich dabei um Anatase, Brookit und Rutil. Bauer [70] beschreibt das instabile Verhalten von Anatase und Brookit zwischen Raumtemperatur und dem Schmelzpunkt von TiO<sub>2</sub> derart, daß Anatase und Brookit temperatur- und zeitabhängig irreversibel in Rutil umgewandelt werden.

Das Titanoxid-Pulver (Art.Nr. 400286) wurde bei der Fa. Ventron, Karlsruhe beschafft.

a) Chemische Zusammensetzung

Das Ti $O_2$ -Pulver weist eine Reinheit von 99,998 % auf.

### b) Röntgenfeinstruktur

Aus der Röntgenfeinstrukturuntersuchung geht hervor, daß das verwendete Titanoxid in der Modifikation Rutil vorliegt.



Abb. 3.9: Diagramm der Röntgenfeinstrukturanalyse von TiO<sub>2</sub> (Rutil).

#### c) Partikelgestalt

Die bis ca. 200  $\mu$ m großen TiO<sub>2</sub>-Partikel weisen, wie aus den Rasterelektronenmikroskopaufnahmen hervorgeht, eine deutlich erkennbare Porosität auf.



Abb. 3.10: Partikelgestalt des TiO<sub>2</sub>-Pulvers (Rasterelektronenmikroskop, 200-fache Vergrößerung).



Abb. 3.11: Partikelgestalt des TiO<sub>2</sub>-Pulvers (Rasterelektronenmikroskop, 500-fache Vergrößerung).

### d) Partikelgröße

Die Teilchengrößenanalyse ergibt für das TiO<sub>2</sub>-Pulver eine große Streuung. Einzelne Partikel erreichen eine Ausdehnung von über 200 µm.



Abb. 3.12: Teilchengrößenverteilung des Titanoxid-Pulvers.

## <u>e) Dichte</u>

Die Dichte von Ti $O_2$  beträgt 4,26 g/cm<sup>3</sup> (Angabe der Vertriebsfirma Ventron, Karlsruhe).

### 3.2.3 Glas 8250 (Schott)

# a) Chemische Zusammensetzung

Die chemische Analyse ergab folgende Zusammensetzung.

Element	Gew%	Element	Gew%	
Si	$31,34 \pm 0,5$	Li	$0,23 \pm 0,02$	
В	$5,42 \pm 0,03$	Ba	$0,075 \pm 0,004$	
Al	$1,54 \pm 0,03$	Ca	$0,045 \pm 0,001$	
K	$5,82 \pm 0,14$	Fe	$0,044 \pm 0,007$	
Na	$0,90 \pm 0,09$	Zr	$0,032 \pm 0,002$	
Zn	$0,49 \pm 0,01$	Mg	$0,013 \pm 0,001$	

Tab. 3.13: Chemische Zusammensetzung von Glas 8250 (Rest: Sauerstoff).

b) Röntgenfeinstruktur

Wie erwartet zeigt das Glaspulver 8250 keinerlei Beugungserscheinungen (amorphe Feinstruktur). Im untenstehenden Diagramm ist lediglich das verstärkte Untergrundrauschen zu erkennen.



Abb. 3.14: Diagramm der Röntgenfeinstrukturanalyse des Glases 8250.



<u>c) Partikelgestalt</u>

Abb. 3.15: Partikelgestalt des Glaspulvers 8250 (Rasterelektronenmikroskop, 1000-fache Vergrößerung).



- Abb. 3.16: Partikelgestalt des Glaspulvers 8250 (Rasterelektronenmikroskop, 5000-fache Vergrößerung).
- d) Partikelgröße



Abb. 3.17: Teilchengrößenverteilung des Glaspulvers 8250.

#### e) Dichte

Die Dichte von Glas 8250 wird von der Fa. Schott mit 2,28 g/cm<sup>3</sup> angegeben.

### 3.2.3 Glas 8474 (Schott)

# a) Chemische Zusammensetzung

Die chemische Analyse ergab folgende Zusammensetzung.

Element	Gew%	Element	Gew%
Р	$26,62 \pm 0,92$	Fe	$0,017 \pm 0,002$
Na	$12,33 \pm 0,33$	Zn	$0,012 \pm 0,001$
K	8,84 ± 0,62	Ca	$0,012 \pm 0,002$
Al	$2,05 \pm 0,18$	Ba	$0,010 \pm 0,002$
В	$1,62 \pm 0,11$	Mg	$0,008 \pm 0,001$

Tab. 3.18: Chemische Zusammensetzung von Glas 8474 (Rest: Sauerstoff).

### b) Röntgenfeinstruktur

Auch das Glaspulver 8474 zeigt keine Beugungserscheinungen (amorphe Feinstruktur). Das Diagramm gibt lediglich das verstärkte Untergrundrauschen wieder.



Abb. 3.19: Diagramm der Röntgenfeinstrukturanalyse des Glases 8474.

## c) Partikelgestalt



Abb. 3.20: Partikelgestalt des Glaspulvers 8474 (Rasterelektronenmikroskop, 1000-fache Vergrößerung).



Abb. 3.21: Partikelgestalt des Glaspulvers 8474 (Rasterelektronenmikroskop, 5000-fache Vergrößerung).

## d) Partikelgröße



Abb. 3.22: Teilchengrößenverteilung des Glaspulvers 8474.

# <u>e) Dichte</u>

Die Dichte des Glases 8474 beträgt 2,56 g/cm<sup>3</sup> (Angabe der Fa. Schott, Landshut).

# 3.3 Probenherstellung

Die Verbundwerkstoffproben für die Zug- und Dilatometerversuche wurden sintertechnologisch hergestellt, da schmelztechnologische Verfahren gravierende Nachteile aufweisen [71,72].

Die großen Dichteunterschiede zwischen Glas und Titanoxid auf der einen (2,28 - 4,2 g/cm<sup>3</sup>) und Silber (10,5 g/cm<sup>3</sup>) auf der anderen Seite begünstigen im Schmelzprozeß die Entmischung der Phasen.

Unterschiedliche Erweichungs- und Schmelzpunkte zwischen Glas und Silber bedingen hohe Verdampfungsverluste des Glases.

Die Verdichtung und die Formgebung der Zug- und Dilatometerproben erfolgte in einem Arbeitsgang.

## 3.3.1 Herstellung der Zugproben

Ihrem Mischungsverhältnis gemäß wurden die Pulvermengen für die Verbundwerkstoffproben in einem Taumelmischer homogen vermischt. Das Pressen der Zugproben erfolgte mit einer Pulverpresse der Fa. Komage, Typ S30.

Die Geometrie des Preßwerkzeuges ist in Abb. 3.23 dargestellt.



Abb. 3.23: Geometrie des Zugstab-Preßwerkzeuges [73].

In Anbetracht der hohen Materialkosten wurde diese kleine Prüfstabgeometrie gewählt. Das Preßwerkzeug, das am Institut für Werkstoffkunde II der Universität Karlsruhe in Anlehnung an ISO 2740 (MPA-Prüfstäbe) entwickelt wurde, erlaubt Vergleiche der Zugversuchergebnisse mit Messungen, die an MPA-Proben genommen wurden.

Von jeder Pulvermischung wurden jeweils 7 Zugstäbe hergestellt. Im Rahmen des Variationsbereiches des Preßdruckes von Presse und Werkzeug erfolgte die Verdichtung der Proben derart, daß die Grünlinge annähernd gleiche Porositäten aufwiesen. Für die reinen Silberproben wurde der Preßdruck variiert, um Proben unterschiedlicher Porosität zu erhalten.

Werkstoff: Preßdruck [Mpa]:	Ag 160, 240, 260, 290, 440, 500, 580					
Konzentration [Vol-%]:	95/5	90/10	85/15	80/20	75/25	70/30
Werkstoff: Preßdruck [Mpa]:	Ag/T 290	iO2 340	340	310	340	310
Werkstoff: Preßdruck [Mpa]:	Ag/82 260	250 310	340	390	420	460
Werkstoff: Preßdruck [Mpa]:	Ag/84 310	474 330	350	380	400	450

Die Preßparameter sind in Tabelle 3.1 wiedergegeben.

**Tab. 3.1:**Preßparameter für die Herstellung der Zugproben.

Der abschließende, drucklose Sinterprozeß erfolgte im Sintermetallwerk Krebsöge. Die Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeit betrug jeweils ca. 80 K/h. Die Haltezeit bei der Sintertemperatur von 800 °C betrug 3 Stunden. Die Sinteratmosphäre bestand aus 70 % Stickstoff und 30 % Wasserstoff (Formiergas).

Bei den Probekörpern des Systems Silber/Glas 8474 zeigten sich ab einem Glasanteil von 15 Vol.-% Glasperlen an der Probenoberfläche (Abb. 3.24, vgl. auch Kap. 3.4.1).



Abb. 3.24: Gesinterte Zugstäbe von Silber/Glas 8474-Verbundwerkstoffen.

# 3.3.2 Herstellung der Dilatometerproben

Zur Herstellung der verschiedenen Pulvermischungen wurde wie in Kap. 3.3.1 beschrieben verfahren.

Die zylindrischen Dilatometerproben wurden mit einer Matrize (Stempeldurchmesser 6,0 mm) in einer hydraulischen Presse (Fa. Weber) hergestellt.

Um fehlerfreie Proben zu erhalten, wurden die Matrizenwände mit dem Gleitmittel Stearin behandelt.

Im Anschluß an das Sintern der Proben (vgl. Kap. 3.3.1) wurden die Zylinder planparallel auf 9,0 mm Endlänge geschliffen. Dieses Maß entspricht der Länge des Vergleichsstandards wie er im Differenzdilatometer Verwendung findet.

Die Preßparameter, die die Herstellung fehlerfreier Proben erlaubten, sind in Tabelle 3.2 dargestellt.

	Konzentration [Vol%]						
Werkstoff	100/0	95/5	90/10	85/15	80/20	75/25	70/30
	Preßdruck [MPa]						
Ag	550						
Ag/TiO <sub>2</sub>		400	500	550	600	650	700
Ag/8250		400	450	500	550	600	650
Ag/8474		450	475	500	550	600	650

Tabelle 3.2: Preßparameter für die Herstellung der Dilatometerproben.

Die Auswertung der Dilatometerproben nach dem Grenzwertkonzept bedingt die Kenntnis des thermischen Ausdehnungsverhaltens der reinen Komponenten.

Titandioxoid wurde bei 1326 °C und einem Druck von 20 MPa einaxial heißgepreßt. Entsprechende Proben der Gläser 8250 und 8474 wurden schmelztechnologisch hergestellt. Durch spitzenloses Rundschleifen konnten die oben genannten Maße (Länge 9,0 mm,  $\emptyset$  6,0 mm) eingestellt werden.

# 3.4 Probencharakterisierung

## 3.4.1 Qualitative Gefügeanalyse

Von allen hergestellten Stoffsystemen wurden pro Dispergentenkonzentration zwei Proben gefügeanalytisch präpariert und analysiert. Den Zugproben wurden drei, jeweils senkrecht zueinander stehende Schliffe entnommen (Abb. 3.25).



Abb. 3.25: Probenentnahme aus den Zugstäben (schematisch).

Bei den zylindrischen Dilatometerproben wurden jeweils ein Querschliff (senkrecht zur Belastungsrichtung) und ein Längsschliff (parallel zur Belastungsrichtung) angefertigt. Bis auf die Dilatometerproben des Systems Ag/8250 mit 30 Vol.-% Glasphase weisen alle Verbundwerkstoffsysteme Einlagerungsgefüge auf, d.h. die Einlagerungen liegen diskontinuierlich im Matrixmaterial vor. Die folgenden Abbildungen zeigen die Schliffbilder der verschiedenen Stoffsysteme und Konzentrationsverhältnisse. Um eine gute Vergleichbarkeit zu gewährleisten sind alle Schliffe mit gleicher Vergrößerung (200-fach) dargestellt.

Die Abbildungen 3.26 bis 3.47 zeigen die Gefüge der Dilatometerproben, die Abbildungen 3.48 bis 3.76 beziehen sich auf die Gefüge der Zugproben.

Die Probenpräparation erwies sich als äußerst problematisch. Das weiche Matrixmaterial Silber schmiert beim Schleifen und Polieren sehr leicht in die Porenräume. Aus diesem Grund wurden die Proben aus reinem Silber mit einer Ultrafräse (Fabr. Reichert-Jung) präpariert, um korrekte Porositätswerte ermitteln zu können. Das hygroskopische Verhalten des Glases 8474 bedingte das Arbeiten mit wasserfreien Polierzusätzen. Es kam deshalb wasserfreies Ethanol als Schmier- und Kühlmittel zum Einsatz. Poliert wurde mit in Ethanol suspensierter Tonerde. Trotz dieser Maßnahmen konnte ein Aufquellen des Glases 8474 nicht vollständig verhindert werden.

Die großen Härteunterschiede von Matrix- und Einlagerungswerkstoff (v.a. im System Ag/TiO<sub>2</sub>) führen leicht zu Reliefstrukturen bei der Präparation, falls zu lange poliert wird.

Ausbrechende Partikel der Dispersionswerkstoffe verursachen im weichen Matrixwerkstoff Riefen beim Bearbeiten auf rotierenden Scheiben.

Die Darstellung der Verbundwerkstoffsysteme erfolgt jeweils in Abstufungen von 10 Vol.-% der Einlagerungsnominalkonzentration.

Die Gefügeaufnahmen 3.26 und 3.27 zeigen Silber-Dilatometerproben. Die Porenverteilung kann nach Beurteilung der gesamten Schliffflächen als homogen betrachtet werden.

Die Abbildungen 3.28 und 3.29 zeigen Titandioxid-Dilatometerproben (heißgepreßt).

In den Aufnahmen 3.30 bis 3.35 sind die Dilatometerproben des Systems Ag/TiO<sub>2</sub> in verschiedenen Konzentrationen abgebildet.

Die Abbildungen 3.36 bis 3.41 zeigen Schliffe des Systems Ag/Glas 8250 (Dilatometerproben mit unterschiedlicher Glaskonzentration). Bei dem Konzentrationsverhältnis von 70 Vol.-% Ag, 30 Vol.-% Glas 8250 kann der Übergang vom Einlagerungs- zum Durchdringungsgefüge festgestellt werden (Kontaktstellenuntersuchung).

Die Gefügeaufnahmen 3.42 bis 3.47 stellen die Gefüge des Systems Ag/Glas 8474 dar.

Ab einer Konzentration von 20 Vol.-% Glas 8474 (nominell) zeigen sich Inhomogenitäten im System. Es sind zusammenhängende Glasstrukturen (Kanäle) erkennbar, die mit dem Austreten des Glases an der Probenoberfläche in Zusammenhang stehen (vgl. Kap. 3.3.1).



Abb. 3.26: Gefügeaufnahme von porösem Silber, Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.



Abb. 3.27: Gefügeaufnahme von porösem Silber, Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.



Abb. 3.28: Gefügeaufnahme von TiO<sub>2</sub>, Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.



Abb. 3.29: Gefügeaufnahme von TiO<sub>2</sub>, Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.

Abb. 3.30: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (90/10), Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.



Abb. 3.31: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (90/10, Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.



Abb. 3.32: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (80/20), Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.



Abb. 3.33: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (80/20), Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.



Abb. 3.34: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (70/30), Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.



Abb. 3.35: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (70/30), Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.



Abb. 3.36: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (90/10), Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.



Abb. 3.37: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (90/10), Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.



Abb. 3.38: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (80/20), Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.



Abb. 3.39: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (80/20), Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.



Abb. 3.40: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (70/30), Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.



Abb. 3.41: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (70/30), Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.

Abb. 3.42: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (90/10), Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.

Abb. 3.43: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (90/10), Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.



Abb. 3.44: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (80/20), Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.

Abb. 3.45: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (80/20), Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.

Abb. 3.46: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (70/30), Dilatometerprobe, Längsschliff, V = 200x.



Abb. 3.47: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (70/30), Dilatometerprobe, Querschliff, V = 200x.

Die Aufnahmen 3.48 und 3.49 zeigen Gefügebilder von reinem Silber aus Zugproben, bearbeitet mit der Ultrafräse (Fabr. Reichert-Jung). Die Präparation mit der Ultrafräse erwies sich bei Silber als vorteilhaft, da bei diesem Verfahren das Zuschmieren der Poren während der Bearbeitung weitestgehend vermieden wird. Das Gefüge zeigt eine homogene Verteilung der Poren.



Abb. 3.48: Gefügeaufnahme von porösem Silber, Zugprobe, Längsschliff, V = 200x, Oberflächenbearbeitung mit Ultrafräse.

Abb. 3.49: Gefügeaufnahme von porösem Silber, Zugprobe, Querschliff, V = 200x, Oberflächenbearbeitung mit Ultrafräse. Die Gefügebilder 3.50 bis 3.58 zeigen das System  $Ag/TiO_2$  der entsprechenden Zugstäbe. Deutlich zu erkennen ist die innere Porosität der  $TiO_2$ -Partikel. In allen Konzentrationsbereichen liegt Einlagerungsgefüge vor. Die Verteilung der TiO<sub>2</sub>-Teilchen und die Porenverteilung kann nach Beurteilung der gesamten Schliffflächen als homogen betrachtet werden.

Die Abbildungen 3.59 bis 3.67 stellen die Gefüge der Systeme Ag/Glas 8250 dar. Es liegt in allen Konzentrationsbereichen eine homogene Verteilung der Einlagerungen vor.

Das System Ag/Glas 8474 ist in den Abbildungen 3.68 bis 3.76 wiedergegeben. Auffallend bei diesem System sind die bereits beschriebenen Präparationsprobleme, das hygroskopische Verhalten des Alkaliphosphatglases 8474 und das Austreten des Glases an die Probenoberfläche beim Sinterprozeß und selbst bei der Lagerung der Proben im Exsikator. Hierdurch ist der deutliche Abfall der tatsächlichen Glaskonzentration gegenüber der Nominalkonzentration zu erklären.

Chemische Analysen der Zugstäbe des Systems Silber/Glas 8474 und der entsprechenden Pulvermischungen bestätigen den signifikanten Verlust des Glases 8474 bei den Sinterproben gegenüber dem Ausgangszustand (Differenz zwischen 4 und 14 Vol.-% Glas).



Abb. 3.50: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (90/10), Zugprobe, Schliffebene 1 (quer), V =200x.



Abb. 3.51: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (90/10), Zugprobe, Schliffebene 2 (längs), V =200x.



Abb. 3.52: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (90/10), Zugprobe, Schliffebene 3 (längs), V =200x.



Abb. 3.53: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (80/20), Zugprobe, Schliffebene 1 (quer), V =200x.



Abb. 3.54: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (80/20), Zugprobe, Schliffebene 2 (längs), V =200x.

Abb. 3.55: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (80/20), Zugprobe, Schliffebene 3 (längs), V =200x.



Abb. 3.56: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (70/30), Zugprobe, Schliffebene 1 (quer), V =200x.



Abb. 3.57: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (70/30), Zugprobe, Schliffebene 2 (längs), V =200x.



Abb. 3.58: Gefügeaufnahme von Ag/TiO<sub>2</sub> (70/30), Zugprobe, Schliffebene 3 (längs), V =200x.



Abb. 3.59: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (90/10), Zugprobe, Schliffebene 1 (quer), V = 200x.

Abb. 3.60: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (90/10), Zugprobe, Schliffebene 2 (längs), V = 200x.

Abb. 3.61: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (90/10), Zugprobe, Schliffebene 3 (längs), V = 200x.



Abb. 3.62: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (80/20), Zugprobe, Schliffebene 1 (quer), V = 200x.



Abb. 3.63: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (80/20), Zugprobe, Schliffebene 2 (längs), V = 200x.



Abb. 3.64: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (80/20), Zugprobe, Schliffebene 3 (längs), V = 200x.



Abb. 3.65: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (70/30), Zugprobe, Schliffebene 1 (quer), V = 200x.



Abb. 3.66: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (70/30), Zugprobe, Schliffebene 2 (längs), V = 200x.



Abb. 3.67: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8250 (70/30), Zugprobe, Schliffebene 3 (längs), V = 200x.


Abb. 3.68: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (90/10), Zugprobe, Schliffebene 1 (quer), V = 200x.



Abb. 3.69: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (90/10), Zugprobe, Schliffebene 2 (längs), V = 200x.



Abb. 3.70: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (90/10), Zugprobe, Schliffebene 3 (längs), V = 200x.



Abb. 3.71: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (80/20), Zugprobe, Schliffebene 1 (quer), V = 200x.



Abb. 3.72: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (80/20), Zugprobe, Schliffebene 2 (längs), V = 200x.



Abb. 3.73: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (80/20), Zugprobe, Schliffebene 3 (längs), V = 200x.



Abb. 3.74: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (70/30), Zugprobe, Schliffebene 1 (quer), V = 200x.



Abb. 3.75: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (70/30), Zugprobe, Schliffebene 2 (längs), V = 200x.



Abb. 3.76: Gefügeaufnahme von Ag/Glas 8474 (70/30), Zugprobe, Schliffebene 3 (längs), V = 200x.

## 3.4.2 Quantitative Gefügeanalyse

Die quantitativ erfaßbaren Gefügefaktoren

- Konzentration
- Orientierung
- Form

wurden mit Hilfe des interaktiven Bildanalysesystems IBAS II (Fabr. Kontron) analysiert.

Pro System wurden jeweils zwei Proben durch zwei Längs- und einen Querschliff (vgl. Abb. 3.25) untersucht, wobei die drei Schliffebenen senkrecht zueinander orientiert sind. Die Schliffe wurden in 16 Teilfeldern (vgl. Abb. 3.77) bei 100-facher Vergrößerung vermessen.



Abb. 3.77: Meßfelder zur quantitativen Gefügeanalyse für jede Schnittebene.

Messungen bei 200- und 500-facher Vergrößerung (außer Ag/TiO<sub>2</sub>-Systeme bedingt durch TiO<sub>2</sub>-Teilchengröße) ergaben keine signifikanten Veränderungen der Daten, so daß ein Einfluß des Vergrößerungsfaktors auf das Meßergebnis ausgeschlossen werden kann.

Die räumlichen Gefügeparameter können aus den ermittelten Daten der Schliffflächen durch die Anwendung von stereologischen Gleichungen ermittelt werden [74]. Die Volumenanteile errechnen sich, ebenso wie der Formfaktor (z/x), aus der Durchschnittsbildung der Gefügedaten der drei Schnittebenen.

Der Orientierungsfaktor cos<sup>2</sup>a bezieht sich jeweils auf den Winkel zwischen der Spannungsrichtung im Zugversuch und die Rotationsachse eines Substitutions-Rotations-Ellipsoiden.

Poros	ität [%]	Formfaktor (mittleres räum-	Orientierungs-		
Archimedisches Prinzip	gefügeanalytisch	liches Achsen- verhältnis z/x)	faktor (cos²α)		
4,2	2,1	0,40	0,45		
9,7	5,2	0,41	0,33		
15,4	8,9	0,35	0,35		
21,3	14,2	0,35	0,29		
25,2	17,6	0,30	0,28		
30,8	21,2	0,29	0,40		

 Tabelle 3.3:
 Quantitative Gefügeanalyse poröser Silber-Sinterwerkstoffe.

Die erheblichen Differenzen bei der Porositätsbestimmung nach dem archimedischen Prinzip und auf gefügeanalytischem Weg liegt darin begründet, daß das Silber bei der Oberflächenbearbeitung stark schmiert und deshalb Porenraum zugesetzt wird (vgl. Kap. 3.4.1).

Anteil Ti	0 <sub>2</sub>  Vol%	Formfaktor (TiO2) (mittlongs röum	Orientierungs-		
nominell	gefügeanalytisch	liches Achsen- verhältnis z/x)	$(\cos^2\alpha)$		
5	5,68	0,29	0,32		
10	10,26	0,30	0,33		
15	14,91	0,32	0,32		
20	21,35	0,29	0,27		
25	25,47	0,28	0,33		
30	32,23	0,28	0,33		

 Tabelle 3.4:
 Quantitative Gefügeanalyse der Silber/TiO2-Verbundwerkstoffe.

 

 Tabelle 3.5:
 Quantitative Gefügeanalyse der Silber/Glas 8250-Verbundwerkstoffe.

Anteil Glas	8250 [Vol%]	Formfaktor (8250) (mittloros röum-	Orientierungs-		
nominell	gefügeanalytisch	liches Achsen- verhältnis z/x)	$(\cos^2 \alpha)$		
5	5,41	0,38	0,35		
10	8,73	0,37	0,36		
15	13,51	0,35	0,29		
20	17,41	0,33	0,30		
25	24,07	0,30	0,33		
30	27,18	0,29	0,33		

~~~				
Anteil Glas	8474 [Vol%]	Formfaktor (8474) (mittleres räum-	Orientierungs-	
nominell gefügeanalytisch		liches Achsen- verhältnis z/x)	(cos <sup>2</sup> a)	
5	2,23	0,42	0,31	
10	10 3,84		0,29	
15	6,12	0,39	0,40	
20	9,83	0,39	0,39	
25	13,04	0,37	0,37	
30	15,28	0,38	0,34	

Tabelle 3.6:Quantitative Gefügeanalyse der Silber/Glas 8474-Verbundwerk-<br/>stoffe.

# 3.5 Versuchsdurchführung und Ergebnisse

## 3.5.1 Mechanische Eigenschaften

## 3.5.1.1 Spannungs-Dehnungs-Diagramme

In Zugversuchen wurden die Spannungs-Dehnungs-Diagramme der untersuchten Verbundwerkstoffe ermittelt (vgl. Kap. 3.1.1). Die Diagramme stellen die elastischen Bereiche sowie die plastischen Verformungen bis zu einer Dehnung von ca. 0,3 % dar. Zusätzlich sind die 0,2 %-Dehngrenzen eingetragen.

Die Abbildung 3.78 zeigt das Spannungs-Dehnungs-Verhalten von porösem Silber. Deutlich erkennbar ist die zunehmende Dehnung bei ansteigendem Porositätsanteil.



Abb. 3.78: Spannungs-Dehnungs-Diagramme von porösen Silberwerkstoffen.

Das Verhalten von Silber/Titanoxid-Verbundwerkstoffen ist in Abbildung 3.79 dargestellt. Mit zunehmendem TiO<sub>2</sub>-Gehalt nimmt die Belastbarkeit des Verbundwerkstoffes signifikant ab. Dies läßt den Schluß zu, daß es zum Versagen der Phasengrenzflächen zwischen Silber und Titanoxid gekommen ist, oder daß die relativ großen TiO<sub>2</sub>-Teilchen versagt haben.

Die Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verbundwerkstoffe aus Silber und Glas 8250 zeigen ein relativ inhomogenes Verhalten (vgl. Abb. 3.80). Aufgrund der nahe beieinander liegenden E-Moduli der beiden Phasen und der guten Haftung ist dieses Ergebnis nicht überraschend.

Die Abbildung 3.81 zeigt das Spannungs-Dehnungs-Verhalten der Silber/Glas 8474-Verbundwerkstoffe. Bei dieser Werkstoffkombination geht die Belastbarkeit mit zunehmendem Glasgehalt stark zurück.



Abb. 3.79: Spannungs-Dehnungs-Diagramme von Silber/TiO<sub>2</sub>-Verbundwerkstoffen.



Abb. 3.80: Spannungs-Dehnungs-Diagramme von Silber/Glas 8250-Verbundwerkstoffen.



Abb. 3.81: Spannungs-Dehnungs-Diagramme von Silber/Glas 8474-Verbundwerkstoffen.

#### 3.5.1.2 Versuchsergebnisse der Elastizitätsmodulmessungen

Durch die Auswertung der elastischen Bereiche der Spannungs-Dehnungs-Diagramme wurden die Elastizitätsmoduli der einzelnen Verbundwerkstoffe ermittelt.

Bei den porösen Silber-Sinterwerkstoffen nimmt - erwartungsgemäß - der Elastizitätsmodul mit zunehmender Porosität ab (vgl. Abb. 3.82).



Abb. 3.82: Elastizitätsmoduli von porösen Silber-Sinterwerkstoffen.

Für die Gruppe der Silber/Titandioxid-Verbundwerkstoffe ergeben sich abfallende Elastizitätsmodulwerte mit zunehmender Oxidkonzentration.

Dies kann zum einen auf die mangelnde Haftung und zum anderen auf die in den relativ großen TiO<sub>2</sub>-Einlagerungen festgestellte Riß- und Porenbildung zurückgeführt werden (vgl. Kap. 3.4.1 und Kap. 3.2.2).



Abb. 3.83: Elastizitätsmoduli von Silber/TiO2-Verbundwerkstoffen.

Eingelagertes Glas des Typs 8250 führt tendenziell zu einer, relativ geringen, Steigerung des effektiven Elastizitätsmoduls. Der etwas größere E-Modul des Glases gegenüber dem des porösen Silbers wirkt sich, aufgrund der guten Haftung, aus.



Abb. 3.84: Elastizitätsmoduli von Silber/Glas 8250-Verbundwerkstoffen.

Die Verbundwerkstoffe des Systems Silber/Glas 8474 zeigen mit zunehmender Glaskonzentration gleichmäßig abfallende Werte für den Elastizitätsmodul.



Abb. 3.85: Elastizitätsmoduli von Silber/Glas 8474-Verbundwerkstoffen.

#### 3.5.1.3 Versuchsergebnisse der Poissonzahlbestimmung

Die Abbildungen 3.86 bis 3.89 zeigen die Ergebnisse der Poissonzahlbestimmung. Bei den porösen Silberwerkstoffen (vgl. Abb. 3.86) nimmt die Poissonzahl mit zunehmender Porenkonzentration tendenziell ab.



Abb. 3.86: Poissonzahlen von porösen Silbersinterwerkstoffen.

Die Werkstoffe der Gruppe Silber/Ti $O_2$  zeigen mit zunehmender Ti $O_2$ -Konzentration eine deutliche Verringerung der Querkontraktion (vgl. Abb. 3.87).



Abb. 3.87: Poissonzahlen von Silber/TiO2-Verbundwerkstoffen.

Ein ähnliches Verhalten weisen die Silber/Glas 8250-Werkstoffe auf. Allerdings nehmen die Werte bei Glaskonzentrationen ab 25 Vol.-% nur noch leicht ab (vgl. Abb. 3.88).

Die Werkstoffe der Gruppe Silber/Glas 8474 zeigen ein inhomogenes Bild bezüglich der Abhängigkeit der Poissonzahl von der Glaskonzentration. Das Glas 8474 weist zwar von den verwendeten Einlagerungswerkstoffen mit 0,26 die größte Poissonzahl auf, trotzdem müßte die effektive Poissonzahl des Verbundes mit zu-



Abb. 3.88: Poissonzahlen von Silber/Glas 8250-Verbundwerkstoffen.

nehmender Glaskonzentration niedrigere Werte annehmen. Wahrscheinlich ist das stark hygroskopische Verhalten des Glases 8474 für dieses Verhalten verantwortlich.



Abb. 3.89: Poissonzahlen von Silber/Glas 8474-Verbundwerkstoffen.

#### 3.5.1.4 Ergebnisse weiterer mechanischer Eigenschaften

Neben den bislang dargestellten Messungen des Elastizitätsmoduls und der Poissonzahl, wurden auch die 0,2 %-Dehngrenzen, die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung der einzelnen Verbundwerkstoffe im Zugversuch ermittelt.

#### 3.5.1.4.1 <u>0,2 %-Dehngrenze</u>

Bei reinem Silber steigt die 0,2 %-Dehngrenze mit abnehmender Porosität (vgl. Abb. 3.90).



Abb. 3.90: 0,2 %-Dehngrenzen von porösen Silber/-Sinterwerkstoffen.

Abnehmende Werte für die Dehngrenze mit zunehmender Einlagerungskonzentration ist für die Systeme Silber /TiO<sub>2</sub> und Silber/Glas 8474 festzustellen, wobei die Werte für Silber/Glas 8474 bei geringen Glaskonzentrationen deutlich höher sind als im System Silber/TiO<sub>2</sub>. Auch hier drückt sich die mangelnde Haftung zwischen Silber und TiO<sub>2</sub> aus (vgl. Abb. 3.91).

Die Werte der 0,2 %-Dehngrenze für das System Silber/Glas 8250 bleiben über dem Konzentrationsbereich auf etwa demselben Niveau (vgl. Abb. 3.91).



Abb. 3.91: 0,2 %-Dehngrenzen der Silber-Verbundwerkstoffe.

#### 3.5.1.4.2 Zugfestigkeit

Poröses Silber weist mit zunehmender Dichte eine Zunahme der Zugfestigkeit auf (vgl. Abb. 3.92). Die Verbundwerkstoffe zeigen mit zunehmender Einlagerungskonzentration abfallende Zugfestigkeiten. Lediglich beim System Silber/Glas 8250 bleiben die Werte für die Zugfestigkeit ab 20 Vol.-% Glasgehalt nahezu konstant (vgl. Abb. 3.93).



Abb. 3.92: Zugfestigkeit von porösem Silber.



Abb. 3.93: Zugfestigkeit der Silber-Verbundwerkstoffe.

### 3.5.1.4.3 Bruchdehnung

Die Bruchdehnung von porösem Silber bewegt sich zwischen 5 und 6 %, wobei die höchsten Werte bei den größten Dichten erreicht werden. (vgl. Abb. 3.94).

Die drei untersuchten Verbundwerkstofftypen weisen mit zunehmender Konzentration der Einlagerungsphase jeweils abnehmende Bruchdehnungswerte auf, wobei mit dem System Silber/Glas 8474 die deutlich höchsten Werte erzielt wurden. (vgl. Abb. 3.95). 7



Abb. 3.94: Bruchdehnung von porösem Silber.



Abb. 3.95: Bruchdehnung der Silber-Verbundwerkstoffe.

# 3.5.2 Versuchsergebnisse der Messungen des linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten

Zunächst wurden die linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der reinen Phasen ermittelt. Der Wert von Silber stimmt sehr gut mit Angaben aus der Literatur [75, Touloukian] überein.

Etwas größere Abweichungen von Literaturangaben [76, Touloukian] ergaben sich bei den Untersuchungen von Titandioxid.

and an	<sup>a</sup> th (27-300 °C) [1/K]				
Werkstoff	experimentelle Werte	Literatur- angaben			
Ag	21,06	20,75*			
$TiO_2$	7,17	8,15*			
Glas 8250	4,57	5,00**			

Tabelle 3.7: Ausdehnungskoeffizienten der reinen Phasen im Vergleich mit Literaturangaben (Ag, TiO<sub>2</sub>, Glas 8250).

\* Touloukian [75,76]

\*\* Fa. Schott, Landshut [77]

Tabelle 3.8: Ausdehnungskoeffizienten der reinen Phasen im Vergleich mit Literaturangaben (Ag, Glas 8474).

n an tha air an tha ann an thirth ann an tha an tha air an tha air air an tha air air an tha air ann an tha air	ath (27-160 °C) [1/K]				
Werkstoff	experimentelle Werte	Literatur- angaben			
Ag	-	20,58* (interpol.)			
Glas 8474	23,39	19,00**			

\* Touloukian [75]

\*\* Fa. Schott, Landshut [77]

.

Werkstoff	<sup>a</sup> th (27-300 °C)   1/K	ath (27-300 °C) [1/K] Standard- abweichung [%]		
Ag	21,06		20,75*	
$TiO_2$	7,17		8,148*	
Glas 8250	4,566		5,00**	
Ag/TiO <sub>2</sub> (90/10)	20,18	0,71		
Ag/TiO <sub>2</sub> (80/20)	18,57	1,86		
$Ag/TiO_{2}(70/30)$	17,07	2,27		
Ag/8250 (90/10)	19,54	2,59		
Ag/8250/80/20)	17,45	1,50		
Ag/8250 (70/30)	11,51	3,39		
	<sup>a</sup> th (27-160 °C) [1/K]			
Ag	20,576		20,58*	
Glas 8474	23,39		19,00**	
Ag/8474 (90/10)	21,85			
Ag/8474 (80/20)	23,03			
Ag/8474 (70/30)	24,33			

Tabelle 3.9: Ausdehnungskoeffizienten der Verbundwerkstoffe.

# 4. Auswertung der experimentellen Ergebnisse

Die experimentell ermittelten Eigenschaftswerte der einzelnen Verbundwerkstoffe werden hinsichtlich ihrer Übereinstimmung mit den beschriebenen Grenzwertkonzepten (Kap. 2) ausgewertet. Während die Eigenschaftswerte der Matrixphase Silber aus Zugversuchen abgeleitet werden konnten, mußten die Elastizitätsmoduli und die Poissonzahlen der spröden Einlagerungsphasen mittels des Ultraschall- bzw. des Resonanzverfahrens gemessen werden.

Zusätzlich werden für die beiden verwendeten Gläser 8250 und 8474 auch die nach den theoretischen Modellen von Winkelmann und Schott [78], sowie von Mahishima und Mackenzie [79] berechneten Werte [80] angegeben.

Die experimentell ermittelten Werte des Elastizitätsmoduls aus den Ultraschallbzw. den Resonanzversuchen liegen für beide Gläser eng beieinander (die Poissonzahl kann mit dem Resonanzversuch nicht gemessen werden). Die nach den theoretischen Modellen errechneten Werte liegen jeweils etwas über den gemessenen Werten (vgl. Tab. 4.1).

Als Eigenschaftswerte für die Grenzwertbetrachtung wurden daher für die Gläser jeweils der Mittelwert aus Ultraschall- und Resonanzverfahren verwendet.

Aus den Ergebnissen der Zugversuche des Systems Silber/TiO<sub>2</sub> ergibt sich, daß zwischen den beiden Phasen nur eine mangelhafte Haftung besteht oder daß die relativ großen TiO<sub>2</sub>-Partikel beim Preßvorgang beschädigt werden, so daß es im Zugversuch zu Brüchen kommt. Es wurden deshalb TiO<sub>2</sub>-Proben gesintert, mit denselben Herstellungsparametern, wie sie für die Fertigung der Verbundwerkstoffproben gewählt wurden (Preßdruck, Sintertemperatur- und -dauer), und mit der Ultraschallmethode geprüft. Dabei ergab sich für den Elastizitätsmodul ein Wert von 2700 MPa [80].

	Bestimmung	E-Modul [MPa]	Poissonzahl
Glas 8474	Herstellerangabe		
	Winkelm./Schott	63865	0,2664
	Makishima/Mack.	0,2646	
	Ultraschall 49335		0,2590
	Eigenschwingung	48902	_
Glas 8250	Herstellerangabe	64000	0,2100
	Winkelm./Schott	68497	0,1925
	Makishima/Mack.	71947	0,2462
	Ultraschall	60814	0,2066
	Eigenschwingung	60732	

Tabelle 4.1: Elastizitätsmodul und Poissonzahl der Gläser 8250 und 8474.

# 4.1 Elastizitätsmodul

Die experimentell ermittelten Eigenschaftskenngrößen, gemessen in Abhängigkeit von der Konzentration der Dispergenten, werden mit den entsprechenden Grenzkurven 1. und 2. Ordnung verglichen.

Abb. 4.1 zeigt das Verhalten des Systems Silber/TiO<sub>2</sub>. Die experimentell gemessenen Werte und der Vergleich mit dem Grenzwertkonzept zeigen deutlich, daß sich zwischen den beiden Phasen nur eine geringe Haftung einstellt.

Die E-Modul-Werte der reinen Phasen des Systems Ag/Glas 8250 liegen sehr eng beieinander, so daß sich ein relativ kleiner Variationsbereich zwischen den oberen und unteren Grenzkurven ergibt (vgl. Abb. 4.2).

Abb. 4.3 stellt die Grenzkurven und die gemessenen Werte für das System Ag/Glas 8474 dar.



Abb. 4.1: Grenzkurven 1. (----) und 2. (----) Ordnung für den Elastizitätsmodul des Systems Ag/TiO<sub>2</sub> mit den experimentell ermittelten Werten.



Abb. 4.2: Grenzkurven 1. (----) und 2. (----) Ordnung für den Elastizitätsmodul des Systems Ag/Glas 8250 mit den experimentell ermittelten Werten.



Abb. 4.3: Grenzkurven 1. (----) und 2. (----) Ordnung für den Elastizitätsmodul des Systems Ag/Glas 8474 mit den experimentell ermittelten Werten.

# 4.2 Poissonzahl

Die Abb. 4.4 bis 4.6 stellen die Grenzkurven und die experimentell ermittelten Werte für die Querkontraktionszahl der einzelnen Verbundwerkstoffsysteme dar.

Auffallend sind die relativ großen Meßwertschwankungen im System Ag/Glas 8474, die auf das instabile bzw. hygroskopische Verhalten des Alkaliphosphatglases zurückgeführt werden können.



Abb. 4.4: Grenzkurven 1. (----) und 2. (----) Ordnung für die Poissonzahl des Systems Ag/TiO<sub>2</sub> mit den experimentell ermittelten Werten.



Abb. 4.5: Grenzkurven 1. (----) und 2. (----) Ordnung für die Poissonzahl des Systems Ag/Glas 8250 mit den experimentell ermittelten Werten.



Abb. 4.6: Grenzkurven 1. (----) und 2. (----) Ordnung für die Poissonzahl des Systems Ag/Glas 8474 mit den experimentell ermittelten Werten.

# 4.3 Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient

Das Verhalten der thermischen Dehnung bei den untersuchten Verbundwerkstoffen im Vergleich mit den entsprechenden Grenzkurven zeigen die Abbildungen 4.7 bis 4.9.

Auffallend sind auch hier die Meßdaten des Systems Ag/Glas 8474. Wiederum scheint das instabile Verhalten des Glases dafür verantwortlich.





1

Abb. 1.7: Grenzkurven 1. (----) und 2. (----) Ordnung für linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Systems Ag/TiO2 mit den experimentell ermittelten Werten.

0,2

0,1

0 0



Abb. 4.8: Grenzkurven 1. (----) und 2. (----) Ordnung für linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Systems Ag/Glas 8250 mit den experimentell ermittelten Werten.



Abb. 4.9: Grenzkurven 1. (----) und 2. (----) Ordnung für linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Systems Ag/Glas 8474 mit den experimentell ermittelten Werten.

# 5. Zusammenfassung

Die Ziele der vorliegenden Arbeit lagen in der Weiterentwicklung des Grenzwertkonzeptes. Durch die Elimination der Poissonzahlen aus den Grenzwertgleichungen 2. Ordnung für den Elastizitätsmodul erschließt sich für das Grenzwertkonzept ein breiteres Anwendungsgebiet. Die vereinfachten Gleichungen erlauben die Berechnung der Grenzkurven 2. Ordnung, wobei lediglich die Werte der Elastizitätsmoduli der reinen Phasen bekannt sein müssen.

Die Elimination der Poissonzahlen wurde durch das Einsetzen von Poissonzahl-Wertepaaren, die die oberen Grenzkurven maximieren und die unteren Grenzkurven minimieren, erreicht.

Der Vorteil, ohne die Poissonzahlen der reinen Phasen auskommen zu können, wird erkauft durch eine Ausweitung des Variationsbereiches, der von den oberen und unteren Grenzkurven eingeschlossen wird.

Die einfachere formale Gestalt der Grenzkurven 2. Ordnung kann ebenfalls die breitere Anwendung des Konzeptes unterstützen.

Durch die Verwendung von Extremalkombinationen für die Poissonzahlen können Teilbereiche der neuen Grenzkurven 2. Ordnung bei bestimmten Phasenkonzentrationen oder auch über dem gesamten Konzentrationsbereich über der üblicherweise verwendeten oberen Grenzkurve 1. Ordnung liegen. Der Grund liegt darin, daß in die obere Grenzkurve 1. Ordnung die Vereinfachung  $v_M = v_D$  (die Poissonzahlen der reinen Phasen werden als identisch vorausgesetzt) eingeht. Verwendet man zur Berechnung der oberen Grenzkurve 1. Ordnung dieselben Poissonzahlen, wie sie für die Grenzkurven 2. Ordnung ermittelt wurden, dann stellen die Grenzkurven 1. Ordnung den größten Variationsbereich dar und schließen die Grenzkurven 2. Ordnung über den gesamten Konzentrationsbereich ein.

Neben dem Elastizitätsmodul wurde das Grenzwertkonzept auch auf die Eigenschaften der Querkontraktion und der thermischen Dehnung angewandt.

Wie beim Elastizitätsmodul wurden experimentelle Werte aus der Literatur mit dem Grenzwertkonzept verglichen. Eigene experimentelle Untersuchungen an verschiedenen Verbundwerkstoffsystemen lieferten zusätzliches Vergleichsmaterial. Die berechneten Eigenschaftsbereiche und die experimentell ermittelten Eigenschaftsgrößen zeigen eine gute Übereinstimmung. Für eine ingenieurmäßige Abschätzung der Verbundwerkstoffeigenschaften liefert das Grenzwertkonzept wichtige Daten.

Falls nähere Informationen zur Gefügestruktur vorliegen, d.h. sind neben der Konzentration auch die Form und die Orientierung der durch Rotationsellipsoide angenäherten Einlagerungspartikel bekannt, dann liefert das sogenannte Modellkonzept [25] eine singuläre Kurve für die jeweilige Werkstoffeigenschaft.

In weiteren Arbeiten auf dem Gebiet der Grenzwertgleichungen sollte die Möglichkeit der Vereinfachung der Gleichungen für den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten untersucht werden [84], um die Akzeptanz und die Anwenderfreundlichkeit dieses Instrumentes zu erhöhen.

# 6. Literatur

- [1] W. Voigt Lehrbuch der Kristallphysik, Teubner Verlag, Berlin 1910
- [2] A. Reuss
   Z. angewandte Mathematik und Mechanik 9 (1929) 49
- [3] B. Paul Transactions of the ASME 218 (1960) 36
- Z. Hashin, S. Shtrikman
   Office of Naval Research, Contr. Nr. 551 (42), Technical Report Nr. 1, University of Pennsylvania, Philadelphia, 1961
- [5] Z. Hashin, S. Shtrikman
   J. Mech. Phys. Solids 10 (1962) 355
   J. Mech. Phys. Solids 11 (1963) 127
- [6] Z. Hashin J. Appl. Mech. 50 (1983) 481
- [7] G. Ondracek Z. Werkstofftechnik 9(1978) 31
- [8] R. Hill
   J. Mech. Phys. Solids 11 (1963) 357
- [9] L.J. Walpole
   J. Mech. Phys. Solids 14 (1966) 151
- [10] Tai Te Wu Int. J. Solids Structures 2 (1966) 1
- [11] L.J. Walpole J. Mech. Phys. Solids 17 (1969) 235
- B. Budiansky
   J. Mech. Phys. Solids 13 (1965) 223
- [13] R. Hill
   J. Mech. Phys. Solids 12 (1964) 199
- [14] R. Hill J. Mech. Phys. Solids 13 (1965) 213
- [15] M. Schmidt Studienarbeit, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Univ. Karlsruhe, 1988
- [16] R. Beran, J. Molyneux Quarterly of Applied Mathematics 24 (1966) 107
- [17] J.J. McCoy Recent advantages in engineering sciences 5 (1970), Gordon and Breach, New York

- [18] G.W. Milton, N. Phan-Thien Proc. R. Soc. Lond. A 380 (1982) 305
- [19] G.W. Milton Phys. Rev. Letters 46 (1981) 542
- [20] G.W. Milton, R.C. McPhedran Proc. Conf. on the macroscopic properties of disordered media, Courant Institute, New York University
- [21] P.H. Dederichs, R. Zeller Z. Physik 259 (1973) 103
- [22] E. Kröner J. Mech. Phys. Solids 25 (1977) 137
- [23] F. Lado, S. Torquato Phys. Rev. B 33 (1986) 6428
- [24] G. Ondracek Reviews on Powder Metallurgy and Physical Ceramics 3 (1986) 3-4, 205
- [25] U. Naumann KfK-Bericht-Nr. 4301, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Karlsruhe, 1986
- [26] G. Ondracek Z. Werkstofftech. 9 (1978) 96
- [27] S. Kreuzberger Elastizitätsmoduli von Oxid-Cermets, Studienarbeit, KfK, Karlsruhe, 1985
- [28] A. Jesse KfK-Bericht-Nr. 1598, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Karlsruhe, 1972
- [29] J.M. Whitney, M.B. Riley AIAA Journal 4 (1966) 1537
- [30] Landolt-Börnstein Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaft und Technik, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York
- [31] Ohne Autor Alfa Katalog, Firmenschrift Morton-Thiokol Inc., 1986
- [32] K.-H. Schramm Z. Metallkunde 53 (1962) 729
- [33] G. Artusio et al. Powder Met. 9 (1966) 89
- [34] H. Doi et al. Metallurgical Transactions 1 (1970) 1417
- [35] S.D. Sjoerdsma et al. Polymer 22 (1981) 619

- [36] C. Nishimatsu, J. Gurland Transactions of the American Society for Metals 52 (1960) 469
- [37] F.F. Voronov, D.B. Belashov Phys. Metals Metallog. 2 (1960) 127
- [38] R.H. Krock Am. Soc. for Testing and Materials 63 (1963) 605
- [39] B. Bridge, K.H. Cheng
   J. Mat. Science 22 (1987) 3118
- [40] T.G. Richard J. Composite Materials 9 (1975) 108
- [41] R.J. Young et al. J. Mat. Science 21 (1986) 1, 380
- [42] T. Sato et al. Journal de Physique (1986) 733
- [43] T. Sato et al. J. Mat. Science 22 (1987) 882
- [44] Y. Naerheim Powder Metallurgy International 18 (1986) 158
- [45] J.C. Frappier
   Contribution à l'étude du compertement élastique et élastoplastique des materiaux poreux,
   Université de Technologie de Compiegne, 1979
- [46] M. Eudier Powder Metallurgy (1962) 9, 29
- [47] T.J. Griffiths, A. Ghanizadeh Powder Metallurgy 29 (1986) 2, 129
- [48] P. Boch, J.C. Glandus J. Mat. Sci. 14 (1979) 379
- [49] H. Leipholz Einführung in die Elastizitätstheorie, G. Braun Verlag, Karlsruhe, 1968
- [50] E. Lardner J. Inst. Metals 80 (1951) 369
- [51] D. Heikens et al.
   Correlation between Poisson constant and adhesion in two phase polymerpolymer systems and the controlling of the deformation mechanism by copolymer addition, Preprints of short communications, IUPAC MAKRO MAINZ 3 (1979) 1389
- [52] S.D. Sjoerdsma et al. Polymer 22 (1981) 619

- [53] S. Nazaré, G. Ondracek Z. Werkstofftech. 9 (1978) 140
- [54] J.L. Cribb Nature 220 (1968) 576
- [55] H. Hofmann, H. Stroppe
   Wiss. Z. der Technische Hochschule Otto von Guericke Magdeburg 14 (1970) 85
- [56] O. Hunter, W.E. Brownell J. Am. Cer. Soc. 50 (1967) 19
- [57] M. de Almeida et al. J. Mat. Sci. 14 (1979) 2191
- [58] E. Gebhardt et al. J. Nuclear Materials 13 (1964) 229
- [59] G. Arthur, J.A. Coulson J. Nuclear Materials 13 (1964) 242
- [60] K. Wakashima et al. J. Composite Materials 8 (1974) 391
- [61] W. Rafaniello et al. J. Mat. Sci. 16 (1981) 3479
- [62] N. Claussen Ber. Deutsche Keram. Ges. 44 (1967) 267
- [63] M. Blumhofer, H. Zimmermann Mechanische Eigenschaften keramischer Struktur- und Isolatormaterialienelastische Eigenschaften und Thermoschockverhalten, Unveröffentlichter Bericht, Institut für Material- und Festkörperforschung, Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1986
- [64] H.W. Rennicke et al. Ber. Deutsche Keram. Ges. 59 (1982) 227
- [65] E. Macherauch Prkatikum in Werkstoffkunde, Vieweg Verlag, Braunschweig, 1987
- [66] N. Brugger Zum Verhalten von Rissen in keramischen Werkstoffen unter statischer, langsam ansteigender und schwingender Belastung, Dissertation, Univ. Karlsruhe, 1986
- [67] A. Schmidt Elektronikpraxis 8 (1989) 120
- [68] W. Vogel, W. Höland Angewandte Chemie 99 (1987) 6, 541
- [69] F. Sütterlein Auswahl geeigneter Hilfswerkstoffe zur Bestimmung der Oberflächenenergie von Dentalwerkstoffen nach der Mehr-Phasen-Gleichgewichtsmethode und Ermittlung von Benetzungswinkel und Oberflächenenergie des flüssi-

und Ermittlung von Benetzungswinkel und Oberflächenenergie des flüssigen Hilfswerkstoffes in Abhängigkeit von der Temperatur Diplomarbeit, Univ. Karlsruhe, 1988

- [70] C. Bauer Ein mögliches Endlagerprodukt für hochradioaktiven Abfall aus Wiederaufarbeitungsanlagen auf der Grundlage eines Überblicks über die Verfestigung und Endlagerung von hochradioaktivem Abfall, Dissertation, Univ. Karlsruhe, 1987
- [71] G. Ondracek Werkstoffkunde: Leitfaden für Studium und Praxis, expert-Verlag, Berlin, 1979
- [72] S. Nazaré, G. Ondracek, F. Thümmler High Temp. High Press. 3 (1971) 615
- [73] R. Oberacker Untersuchungen zum Einsatz der Mikrolegierungstechnik bei der Herstellung von Sinterstahl-Formteilen, Dissertation, Univ. Karlsruhe, KfK-Bericht-Nr. 4481, 1988
- [74] A. Repp Studienarbeit, Universität Karlsruhe, 1984
- [75] Y.S. Touloukian et al. Thermal Expansion of Metallic Elements and Alloys, Thermopyhsical Properties of Matter 12 (1975) 298
- [76] Y.S. Touloukian et al. Thermal Expansion of Nonmetallic Solids, Thermopyhsical Properties of Matter 113 (1977) 392
- [77] ohne Autor Fa. Schott, Technische Gläser, Firmenschrift
- [78] H. Scholze Glas: Natur, Struktur und Eigenschaften Springer Verlag, Berlin, 1988
- [79] A. Makishima, J.D. Mackenzie J. Non-Crystalline Solids 12 (1973) 35
- [80] C. Pfunder Diplomarbeit, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Univ. Karlsruhe, 1989
- [81] A.J. Moses The Practicing Scientists's handbook, Van Nostrand Reinhold Comp., New York, 1978
- [82] Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie, Verlag Chemie GmbH, Weinheim/Bergstr. 8. Aufl., 1970

Zum Zusammenhang zwischen Eigenschaften und Gefügestruktur mehr-phasiger Werkstoffe KfK-Bericht-Nr. 2688, 1975

[84] J. Bossert Zur Haftung von Verbundwerkstoffphasen im festen Aggregatzustand Dissertation, RWTH Aachen, 1993

Werks	toff	Dichte	Standard-	Standard-	TD	E-Modul	Standard-	Standard-	Poissonzahl	Standard-	Standard-
		$\left[\frac{g}{-g}\right]$	abw.	abw.		[Mpa]	abweichung	abweichung		abweichung	abweichung
		cm-		[%]	[%]			[%]			[%]
Ag (240 M Ag (260 M Ag (160 M Ag (290 M Ag (290 M Ag (440 M Ag (580 M Ag (500 M	IPa) IPa) IPa) IPa) IPa) IPa) IPa)	8,195 7,835 7,516 7,463 7,242 7,167 7,152	0,1594 0,0448 0,2173 0,2006 0,1138 0,0345 0,0414	1,94 0,57 2,60 2,69 1,57 0,48 0,58	78,11 74,69 71,64 71,14 69,03 68,32 68,17	65133 55658 54695 54967 53736 53714 53655	3658 1655 9227 1596 3455 5118 1488	5,62 2,97 16,87 2,90 6,43 8,61 2,77	0,3665 0,3456 0,3099 0,3044 0,3161 0,2853 0,3141	0,0543 0,0114 0,0161 0,0263 0,0178 0,0018 0,0195	14,81 3,29 5,18 8,64 5,63 0,65 6,21
Ag/TiO <sub>2</sub> Ag/TiO <sub>2</sub> Ag/TiO <sub>2</sub> Ag/TiO <sub>2</sub> Ag/TiO <sub>2</sub> Ag/TiO <sub>2</sub>	(95/05) (90/10) (85/15) (80/20) (75/25) (70/30)	7,763 7,557 7,391 7,174 7,164 6,943	0,2576 0,3077 0,1990 0,5531 0,4676 0,4506	3,32 4,07 2,69 7,71 6,53 6,49	76,26 76,56 77,31 77,64 80,22 80,55	63313 57823 54571 53629 48333 46913	5277 4415 3516 5186 9618 8122	8,34 7,64 6,44 9,67 19,90 17,31	0,3542 0,3325 0,3122 0,2885 0,2714 0,2650	0,0124 0,0139 0,0163 0,0114 0,0115 0,0059	3,52 4,17 5,22 3,97 4,25 2,09
Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250	(95/05) (90/10) (85/15) (80/20) (75/25) (70/30)	8,116 7,900 7,839 7,631 7,362 7,036	0,2173 0,2176 0,0597 0,0650 0,0521 0,0939	2,68 2,75 0,76 0,85 0,71 1,33	80,52 81,70 84,65 86,23 87,23 87,62	58860 67139 70972 67056 71729 72583	2517 4191 7323 5332 11388 10934	4,28 6,24 10,32 7,95 15,88 15,06	0,3280 0,3196 0,3054 0,2891 0,2910 0,2883	0,0100 0,0177 0,0137 0,0164 0,0124 0,0063	3,06 5,53 4,48 5,66 4,25 2,18
Ag/8474 Ag/8474 Ag/8474 Ag/8474 Ag/8474 Ag/8474	(95/05) (90/10) (85/15) (80/20) (75/25) (70/30)	9,025 8,755 8,172 8,059 7,817 7,535	0,1315 0,0760 0,1449 0,1811 0,2156 0,0868	1,46 0,87 1,77 2,25 2,76 1,15	89,44 90,53 87,87 90,55 91,86 92,91	70499 68374 65815 61587 58680 53497	4412 9683 3120 6986 5178 3540	6,26 14,16 4,74 11,34 8,82 6,62	0,3213 0,3551 0,2956 0,3498 0,2968 0,3678	0,0392 0,0120 0,0188 0,0230 0,0136 0,0255	12,19 3,39 6,35 6,56 4,57 6,92

Tab. A 1:Meßergebnisse aus Zugversuchen (1)

Werkstoff		0,2%- Dehngrenze [MPa]	Standard- abweichung	Standard- abweichung [%]	Zugfestig- keit [Mpa]	Standard- abweichung	Standard- abweichung [%]	Bruch- dehnung [%]	Standard- abweichung	Standard- abweichung [%]	
Ag (240 MPa)		38,26	4,16	10,87	71,27	6,42	9,00	4,69	0,68	14,49	
Ag (260 MPa)		42,58	5,08	11,93	84,68	4,86	5,74	6,15	0,76	12,36	
Ag (160 MPa)		37,95	1,64	4,33	76,59	4,72	6,16	6,10	0,91	14,92	
Ag (290 MPa)		33,44	0,85	2,53	67,57	4,20	6,21	5,38	0,16	2,97	
Ag (440 MPa)		30,88	2,30	7,44	64,33	0,50	0,76	5,55	0,23	4,14	
Ag (580 MPa)		30,18	2,49	8,24	63,24	3,00	4,74	5,67	0,54	9,52	
Ag (500 MPa)		30,08	1,13	3,76	60,43	3,44	5,69	4,69	0,07	1,49	
Ag/TiO <sub>2</sub>	(95/05)	40,97	3,50	8,53	58,92	7,00	11,87	2,36	0,26	11,01	
Ag/TiO <sub>2</sub>	(90/10)	40,21	0,74	1,83	49,05	4,95	10,08	1,60	0,17	10,62	
Ag/TiO <sub>2</sub>	(85/15)	39,09	0,93	2,37	41,41	3,45	8,32	1,04	0,10	9,62	
Ag/TiO <sub>2</sub>	(80/20)	34,52	0,04	0,12	36,74	1,65	4,49	0,67	0,05	7,46	
Ag/TiO <sub>2</sub>	(75/25)	32,34	1,41	4,36	30,83	2,17	7,03	0,43	0,03	6,97	
Ag/TiO <sub>2</sub>	(70/30)	24,39	0,62	2,54	24,44	1,60	6,54	0,37	0,06	16,21	
Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250	(95/05) (90/10) (85/15) (80/20) (75/25) (70/30)	45,32 47,02 41,91 37,84 40,08 45,35	3,84 0,86 6,82 3,47 2,06 0,95	8,47 1,83 16,28 9,18 5,14 2,09	75,99 72,69 57,03 45,83 46,39 46,74	3,33 5,99 7,33 3,57 2,03 4,32	4,38 8,24 12,86 7,78 4,37 9,23	4,28 4,48 1,75 1,02 0,48 0,34	0,54 0,53 0,22 0,06 0,06 0,03	12,61 11,83 12,57 5,88 12,50 8,82	
Ag/8474	(95/05)	51,62	1,72	3,33	103,64	6,01	5,80	8,19	0,90	10,99	
Ag/8474	(90/10)	51,23	3,24	6,32	92,14	5,41	5,87	6,11	0,58	9,49	
Ag/8474	(85/15)	40,11	2,94	7,32	74,49	2,73	3,66	5,24	0,33	6,30	
Ag/8474	(80/20)	32,86	0,23	0,69	66,72	5,80	8,69	4,89	0,81	16,56	
Ag/8474	(75/25)	31,44	1,53	4,86	55,02	7,57	13,76	3,79	0,29	7,65	
Ag/8474	(70/30)	29,27	1,34	4,57	36,03	4,65	12,90	1,86	0,25	13,44	
Werkstoff		Dichte	Standard-	Standard-	TD	E-Modul	Standard-	Standard-	Poissonzahl	Standard-	Standard-
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------	------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------
		$\left[\frac{g}{m^3}\right]$	abw.	abw.		[Mpa]	abweichung	abweichung		abweichung	abweichung
		CIIP		[%]	[%]			[%]			[%]
Ag (240 MPa) Ag (260 MPa) Ag (160 MPa) Ag (290 MPa) Ag (440 MPa) Ag (580 MPa) Ag (500 MPa)		8,195 7,835 7,516 7,463 7,242 7,167 7,152	0,1594 0,0448 0,2173 0,2006 0,1138 0,0345 0,0414	1,94 0,57 2,60 2,69 1,57 0,48 0,58	78,11 74,69 71,64 71,14 69,03 68,32 68,17	45487 42887 40662 38047 37212 34647 34200	1500 685 1737 1313 3604 564 296	3,30 1,60 4,27 3,45 9,68 1,63 0,86	0,3153 0,3255 0,3126 0,3034 0,2930 0,2959 0,2919	0,0068 0,0073 0,0145 0,0138 0,0134 0,0077 0,0083	2,16 2,25 4,62 4,55 4,58 2,61 2,85
Ag/TiO <sub>2</sub> Ag/TiO <sub>2</sub> Ag/TiO <sub>2</sub> Ag/TiO <sub>2</sub> Ag/TiO <sub>2</sub> Ag/TiO <sub>2</sub>	(95/05) (90/10) (85/15) (80/20) (75/25) (70/30)	7,763 7,557 7,391 7,174 7,164 6,943	0,2576 0,3077 0,1990 0,5531 0,4676 0,4506	3,32 4,07 2,69 7,71 6,53 6,49	76,26 76,56 77,31 77,64 80,22 80,55	44543 41841 41211 keine keine keine	1725 1984 1205 Meßwerte Meßwerte Meßwerte	3,87 4,74 2,92	0,3095 0,2990 0,2971 keine Me keine Me	0,0130 0,0114 0,0053 Bwerte Bwerte Bwerte	4,19 3,80 1,77
Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250 Ag/8250	(95/05) (90/10) (85/15) (80/20) (75/25) (70/30)	8,116 7,900 7,839 7,631 7,362 7,036	0,2173 0,2176 0,0597 0,0650 0,0521 0,0939	2,68 2,75 0,76 0,85 0,71 1,33	80,52 81,70 84,65 86,23 87,23 87,62	47832 49890 51712 48209 50243 52502	2103 807 3181 3246 2989 1108	4,40 1,62 6,15 6,73 5,95 2,11	0,3273 0,3113 0,2939 0,2707 0,2635 0,2553	0,0049 0,0124 0,0137 0,0239 0,0193 0,0125	1,51 4,00 4,65 8,82 7,32 4,89
Ag/8474 Ag/8474 Ag/8474 Ag/8474 Ag/8474 Ag/8474	(95/05) (90/10) (85/15) (80/20) (75/25) (70/30)	9,025 8,755 8,172 8,059 7,817 7,535	0,1315 0,0760 0,1449 0,1811 0,2156 0,0868	1,46 0,87 1,77 2,25 2,76 1,15	89,44 90,53 87,87 90,55 91,86 92,91	61404 61433 53711 50355 keine keine	2854 1694 2489 3685 Meßwerte Meßwerte	4,65 2,76 4,63 7,32	0,3321 0,3330 0,2980 0,2836 keine Me keine Me	0,0048 0,0063 0,0216 0,0207 Bwerte Bwerte	1,45 1,88 7,26 7,29