



Forschungszentrum Karlsruhe
Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte
FZKA 6078

**Eine Zugprüfvorrichtung
zur Untersuchung
mikrostrukturierter Proben**

A. Ilzhöfer

Institut für Materialforschung
Projekt Mikrosystemtechnik

März 1998

Forschungszentrum Karlsruhe
Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte
FZKA 6078

**Eine Zugprüfvorrichtung zur Untersuchung
mikrostrukturierter Proben**

Achim Ilzhöfer

Institut für Materialforschung
Projekt Mikrosystemtechnik

Von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH) genehmigte Dissertation

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe
1998

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

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe

Mitglied der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft
Deutscher Forschungszentren (HGF)

ISSN 0947-8620

Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit der Entwicklung einer Prüfvorrichtung zur Untersuchung mikrostrukturierter Proben und Bauteile. In eine konventionelle Zugprüfmaschine wird ein neu entwickelter Lastrahmen eingebaut. In diesen Lastrahmen sind ein Kraft- und mehrere Wegmeßsysteme integriert. Mit diesen Komponenten können Festigkeitsuntersuchungen an mikrostrukturierten Proben durchgeführt werden.

Zur Untersuchung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens von unterschiedlichen mikrostrukturierten Materialien wurde ein berührungsloses optisches Wegmeßsystem aufgebaut. Unter Verwendung einer neu entwickelten Mikroprobe, welche an das Wegmeßsystem angepaßt wurde, ist eine Ermittlung der Totaldehnung im Gleichmaßbereich der Mikroprobe möglich.

Mit Hilfe dieser Mikrozugprüfvorrichtung wurden unterschiedliche mikrostrukturierte LIGA-Materialien sowie Stahl-Mikroproben untersucht. Neben monotonen Zugversuchen wurden sowohl Versuche mit Haltezeiten als auch zyklische Versuche durchgeführt.

An mikrostrukturierten LIGA-Nickelproben mit einem quadratischen Probenquerschnitt (Kantenlänge $100 \mu\text{m}$) wurde der Gefügeeinfluß auf das Werkstoffverhalten untersucht. Mit Hilfe von Rekristallisationsuntersuchungen konnte gezeigt werden, daß durch eine gezielte Wärmebehandlung das Verformungsverhalten der Mikrostrukturen deutlich beeinflußt werden kann. Vergleicht man die Werkstoffkennwerte, wie sie an mikrostrukturierten LIGA-Nickelproben gemessen wurden, mit Werten aus der Literatur, so sind enorme Unterschiede festzustellen. Mit diesen Untersuchungen konnte die Notwendigkeit einer Werkstoffprüfung in der Mikrosystemtechnik am Beispiel von galvanisch hergestellten (LIGA)-Nickel-Mikroproben gezeigt werden.

Abstract

A Tensile Testing Device for Microstructured Specimens

A micro tensile equipment has been developed in order to investigate mechanical properties of microstructured tensile samples. This equipment consists of a specially designed load frame which is incorporated into a conventional single spindle tensile machine. The new developed components of the load frame include the internal load cell and the use of special displacement transducers. This allows simple strength measurements of microstructured specimens.

In order to assess material data like the complete stress-strain response under monotonic tensile or cyclic loading, a contactless displacement measurement was improved. In parallel the use of this opto-electronical measurement system required the development and optimization of a special specimen geometry. These analyses were performed by the finite-element method.

To study the influence of material structure on the mechanical response, microstructured Nickel specimens were treated thermally. The results showed a grain-size influence on the deformation behaviour of microstructured materials. Compared to literature, the measured material data for microstructured LIGA-Nickel material showed a non-negligible difference. The experimental results illustrate the necessity of mechanical testing of microstructured materials.

Inhaltsverzeichnis

Notation und Operatoren	V
1 Einleitung	1
2 Grundlagen und Kenntnisstand	3
2.1 Die Mikrostruktur	3
2.1.1 Federstahlfolien als Halbzeuge zur Probenherstellung	3
2.1.2 Mikrostruktur galvanisch abgeschiedener Metalle	4
2.2 Systeme zur Bestimmung von Materialeigenschaften im Zugversuch an mikrostrukturierten Proben	8
2.2.1 Prüfmaschinen zur Untersuchung von mikrostrukturierten Proben	8
2.2.2 Wegmeßsysteme mit hoher Auflösung zur Ermittlung der Dehnung im Gleichmaßbereich einer Mikroprobe	10
3 Die Mikrozugprüfeinrichtung	12
3.1 Der Lastrahmen	14
3.1.1 Einbau des Lastrahmens in die Prüfmaschine	15
3.1.2 Auslegung des Lastrahmens mittels der FEM	18
3.2 Interne Kraftmessung	24
3.2.1 Entwicklung der Kraftmeßdose	24
3.2.2 Kalibration und Optimierung der Kraftmeßdose	25
3.2.3 Ermittlung der Umrechnungsfaktoren	29
3.3 Probeneinspannung	30
3.3.1 Hydraulische Probenspannung	31
3.3.2 Mechanische Probenspannung	32

3.3.3	Einfluß der hydraulischen Probenspannung auf die Kraftmessung	32
3.4	Interne Wegmessung	33
3.4.1	Das induktive Wegmeßsystem	33
3.4.2	Ermittlung der Traversenverschiebung zwischen den Einspannstellen der Mikroprobe	34
3.4.3	Berührungsloses optisches Wegmeßsystem zur Ermittlung der Dehnung der Mikroprobe	35
4	Proben	38
4.1	Probenherstellung	38
4.1.1	Herstellung von LIGA-Mikrozugproben	38
4.1.2	Alternative Herstellung von Mikro- und Makroproben	40
4.2	Mikrozugproben	41
4.2.1	Geometrien von Viersteg-Mikroproben	42
4.2.2	Einstegproben zur Verwendung eines berührungslosen Dehnmeßsystems	43
4.3	Entwicklung und Optimierung einer neuen Probengeometrie	44
4.3.1	Materialmodell	44
4.3.2	Einfluß der Verfestigungs- und Viskositätsparameter	46
4.3.3	Inhomogenitätseinfluß der Markierungen	47
4.3.4	Diskussion der Probengeometrie bei zwei exemplarisch vorgegebenen Materialverhalten	51
4.3.5	Geometrie der entwickelten Einsteg-Mikrozugproben	52
4.4	Geometrie der Makroproben	53
5	Experimentelle Ergebnisse	55
5.1	Überblick über Werkstoffe und Versuchsbedingungen	55
5.2	Festigkeitsuntersuchungen an LIGA-Nickelmikroproben (Vierstegproben)	56
5.3	Festigkeitsuntersuchungen an LIGA-Permalloy-Mikroproben (Vierstegproben)	63
5.4	Festigkeitsuntersuchungen an LIGA-Kupfer-Mikroproben (Vierstegproben)	66
5.5	Experimente an Einsteg-Mikroproben aus Stahl unter Verwendung des optischen Dehnmeßsystems	68
5.5.1	Monotone Zugversuche	68
5.5.2	Versuche mit Haltezeiten	69

5.5.3	Zugversuche mit Entlastungen	71
5.6	Dehnungsgesteuerte Experimente an Stahl-Makroproben unter Verwendung eines Lasermesssystems	74
5.6.1	Versuchsaufbau	74
5.6.2	Monotone Zugversuche an Stahl(1.4310)-Makroproben	75
5.6.3	Vergleich zwischen Mikro- und Makroversuchen an einem CrNi-Stahl	77
5.7	Experimente an Einsteg-Mikroproben aus Nickel (LIGA) unter Verwendung des optischen Dehnmesssystems	78
5.7.1	Zugversuche an LIGA-Nickelmikroproben (Einstegproben)	79
5.7.2	Zugversuche mit Entlastungen an LIGA-Nickelmikroproben (Einstegproben)	83
5.8	Experimente an LIGA-Nickel-Makroproben	85
5.8.1	Vergleich zwischen Nickel-Mikro- und Makroversuchen	86
6	Bewertung der Ergebnisse	89
6.1	Probenform	89
6.2	Wegmessung	90
6.3	Belastungsmöglichkeiten	90
6.4	Werkstoffe der LIGA-Technik	90
6.5	Abschließende Bemerkungen zum Werkstoffverhalten	92
7	Zusammenfassung	93
A	Schliffebenen	100
B	Materialdaten	101
B.1	Galvanisch abgeschiedenes Nickel (Viersteg-Proben)	101
B.2	Galvanisch abgeschiedenes Permalloy	103
B.3	Galvanisch abgeschiedenes Kupfer	104
B.4	Chrom-Nickel-Stahl 1.4310	105
B.4.1	Chemische Analyse	105
B.4.2	An Mikroproben gemessene Materialdaten	106
B.4.3	An Makroproben gemessene Materialdaten	106

B.5	Galvanisch abgeschiedenes Nickel (Einsteg-Proben)	107
B.5.1	Nickel-Mikroproben (Wafer7023)	107
B.5.2	Nickel-Makroproben	108
C	Mikrostrukturanalysen	109
C.1	Galvanisch abgeschiedenes Nickel	109
C.1.1	Rekristallisationsverhalten	109
C.1.2	Bruchphänomene von Nickel Viersteg-Mikroproben	113
C.2	Galvanisch abgeschiedenes Permalloy	114
C.2.1	Bruchphänomene von Permalloy Viersteg-Mikroproben	115
C.3	Metallographische Untersuchungen an Stahl-Mikro- und Makroproben	116
C.3.1	Bruchphänomene von Einsteg-Mikro- und Makroproben aus wärmebe- handelten Stahlblechen	118
C.4	Metallographische Untersuchungen an LIGA-Nickel-Einstegproben (Wafer W7023)	119
C.4.1	Bruchphänomen einer Einsteg-Mikroprobe aus wärmebehandeltem Nickel	120
C.5	Bruchbild einer galvanisch abgeschiedenen Nickel-Makroprobe	121

Notation und Operatoren

Tensoren erster und zweiter Stufe werden in Fettdruck dargestellt, Tensoren vierter Stufe werden zusätzlich durch kalligrafische Buchstaben gekennzeichnet. Alle Komponentendarstellungen tensorieller Größen beziehen sich auf ein kartesisches Koordinatensystem mit den Basisvektoren e_i ($i = 1, 2, 3$) und unterliegen der Einsteinschen Summationskonvention.

Notation

Lateinische Buchstaben

D	symmetrischer Anteil des räumlichen Geschwindigkeitsgradienten (Verzerrungsgeschwindigkeitstensor)
D_e	elastischer Anteil des Verzerrungsgeschwindigkeitstensors
D_p	inelastischer Anteil des Verzerrungsgeschwindigkeitstensors
E	Elastizitätsmodul
F	Fließfunktion
F	Deformationsgradient
k	innere Variable vom Spannungstyp zur Beschreibung der isotropen Verfestigung
L	räumlicher Geschwindigkeitsgradient
N	Normale an die Fließfläche
R_{p0,2}	0,2% Dehngrenze
R_m	Zugfestigkeit
s	plastische Bogenlänge
S	gewichteter Cauchy'scher Spannungstensor
Z	innere Variable vom Spannungstyp zur Beschreibung der kinematischen Verfestigung (bei finiten Deformationen)

Griechische Buchstaben

δ	Bruchdehnung
δ_{gl}	Gleichmaßdehnung
δ_{ij}	Kronecker-Symbol
ε	Totaldehnung
ε_T	Traversendehnung
μ, λ	Lamé'sche Konstanten
ν	Querkontraktionszahl
σ_N	Nennspannung

Kalligrafische Buchstaben

\mathcal{E}	Einheitstensor vierter Stufe ($\mathcal{E} = \delta_{ij} \delta_{mn} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_m \otimes \mathbf{e}_j \otimes \mathbf{e}_n$)
\mathcal{C}	Elastizitätstensor vierter Stufe
$\mathbf{1}$	Einheitstensor zweiter Stufe ($\mathbf{1} = \delta_{ij} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j$)

Es seien \mathbf{A}, \mathbf{B} Tensoren zweiter und \mathcal{D} ein Tensor vierter Stufe. Dann gelten folgende Rechenregeln.

Operatoren

SpA	Spur von \mathbf{A}
\mathbf{A}^D	deviatorischer Anteil von \mathbf{A} ($\mathbf{A}^D = \mathbf{A} - 1/3 (\text{SpA}) \mathbf{1}$)
$\ \mathbf{A}\ $	euklidische Norm von \mathbf{A} ($\ \mathbf{A}\ = \sqrt{\mathbf{A} \cdot \mathbf{A}}$)
$\ \mathbf{A}\ _D$	deviatorische Norm von \mathbf{A} ($\ \mathbf{A}\ _D = \sqrt{\frac{2}{3} \mathbf{A} \cdot \mathbf{A}}$)
$\langle \cdot \rangle$	Mc Auley Klammer
$(\cdot)^{-1}$	Inverse von (\cdot)
$(\cdot)^T$	Transponierte von (\cdot)
$(\cdot)^{\cdot}$	materielle Zeitableitung von (\cdot)
$\overset{\nabla}{\mathbf{A}}$	obere Oldroyd Ableitung von \mathbf{A} ($\overset{\nabla}{\mathbf{A}} = \dot{\mathbf{A}} - \mathbf{L} \mathbf{A} - \mathbf{A} \mathbf{L}^T$)
$\mathbf{A} \otimes \mathbf{B}$	dyadisches Produkt von \mathbf{A} und \mathbf{B} ($\mathbf{A} \otimes \mathbf{B} = A_{ij} B_{mn} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j \otimes \mathbf{e}_m \otimes \mathbf{e}_n$)
$\mathbf{A} \mathbf{B}$	Tensorprodukt von \mathbf{A} und \mathbf{B} ($\mathbf{A} \mathbf{B} = A_{ij} B_{jm} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_m$)
$\mathbf{A} \cdot \mathbf{B}$	Skalarprodukt von \mathbf{A} und \mathbf{B} ($\mathbf{A} \cdot \mathbf{B} = \text{Sp}(\mathbf{A} \mathbf{B}^T)$)
$\mathcal{D}[\mathbf{A}]$	Anwendung von \mathcal{D} auf \mathbf{A} ($\mathcal{D}[\mathbf{A}] = D_{ijkl} A_{kl} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j$)

1 Einleitung

Die Anforderung immer kleinerer und leichter Systeme in den Bereichen der Luft und Raumfahrt, der Medizintechnik und der Fahrzeugtechnik verlangt auch von der Werkstoffentwicklung einen Schritt in neue Entwicklungs-, Herstellungs-, Verarbeitungs- und Prüfungsmethoden. Die unter anderem aus diesen Anforderungen entwickelte Mikrostrukturtechnik besitzt ihre Wurzeln in der Mikroelektronik. Der technologische Schritt von elektronischen Einzelbauteilen hin zu monolithischen integrierten Schaltkreisen wiederholt sich heute auf dem mechanischen, optischen und fluidischen Gebiet [40]. Durch Übertragung und Weiterentwicklung der Photolithographie zur Mikroelektronik auf die Mikrostrukturtechnik konnte mit der LIGA¹-Technik [41] im Forschungszentrum Karlsruhe eine neue Herstellungsmethode von Mikrostrukturen und Mikrosystemen vorgestellt werden.

Wie auch in der Mikroelektronik tritt an die Stelle von unzähligen Experimenten die Simulation mit Hilfe des Computers, aus der unmittelbar der Entwurf und die Optimierung einer mikrostrukturierten Komponente hervorgeht. Ein Beispiel eines solchen Entwurfes und dessen Optimierung mit Hilfe der FEM² wird in [25] gezeigt. Zu diesen Berechnungen wurden Materialdaten für die Mikrostrukturkomponenten verwendet, wie sie aus der Literatur entnommen werden können [5]. Diese Materialdaten wurden mittels herkömmlicher makroskopischer Zugversuche ermittelt. Aufgrund der Herstellungsverfahren und der Bauteilabmessungen verhalten sich Mikrostrukturen nicht unbedingt wie ein makroskopisches Bauteil mit homogenem isotropen Materialverhalten. Dieser Umstand und die Diskrepanz zwischen der Berechnung und dem realen Bauteilverhalten bestärken das Verlangen nach der Ermittlung der Stoffeigenschaften der in den Mikrosystemen verbauten Materialien.

Das wesentliche Ziel dieser Arbeit ist es, eine Zugprüfvorrichtung so zu entwickeln, daß eine Werkstoffprüfung wie man sie im herkömmlichen Sinne kennt, an mikrostrukturierten Proben möglich wird. Für den Leser mag diese Aufgabenstellung auf den ersten Blick trivial erscheinen. Betrachtet man jedoch die Probenquerschnittsflächen, welche in der Größenordnung von 0.0025 bis 0.04 mm² liegen, so entstehen Fragen von der Probeneinspannung bis hin zur Dehnungsmessung, die im Laufe dieser Arbeit beantwortet werden sollen. Mit dem Aufbau eines berührungslosen Meßsystem zur Erfassung der Dehnung im Gleichmaßbereich einer mikrostrukturierten Probe wurde die Entwicklung einer neuen Probengeometrie, angepaßt an das Meßsystem, zu einem weiteren Schwerpunkt dieser Arbeit. Mit Hilfe von FE-Simulationen wird gezeigt, daß diese neu entwickelte Probengeometrie zur Dehnungsmessung geeignet ist. Die Prüfeinrichtung, mit einem Lastrahmen [36],[50] als Grundeinheit, wurde so konzipiert,

¹LithographieGalvanoformungAbformtechnik.

²Finite Elemente Methode.

daß sie als optionales Prüfgerät in jede herkömmliche kommerzielle Einspindel-Zugprüfmaschine eingebaut werden kann.

Die Prüfeinrichtung kann ohne das in dieser Arbeit vorgestellte Dehnmeßsystem zu Festigkeitsuntersuchungen an mikrostrukturierten Bauteilen verwendet werden. Mit dem optischen Dehnmeßsystem in Kombination mit der neu entwickelten Probengeometrie können Materialuntersuchungen wie z.B. Zugversuche mit monotoner Belastungen bei unterschiedlichen Geschwindigkeiten oder zyklischen Belastungen an mikrostrukturierten Proben durchgeführt werden. Neben der Entwicklung der Prüfvorrichtung wurden werkstoffkundliche Untersuchungen an unterschiedlichen Materialien durchgeführt. Es wird der Einfluß der Gefügestrukturen der Mikroproben auf das mechanische Verhalten für verschiedene Materialien gezeigt und auf einige Bruchphänomene hingewiesen.

2 Grundlagen und Kenntnisstand

Mit der Miniaturisierung von mechanischen Komponenten und der Herstellung von Mikrosystemen sind auch neue Herstellungsmethoden entwickelt worden. Diese Herstellungsmethoden besitzen einen starken Einfluß auf die Materialbeschaffenheit und somit auf das Materialverhalten.

Primär sind für den Konstrukteur von mikrostrukturierten Bauteilen, wie auch im makroskopischen Ingenieurwesen, Werte wie Elastizitätsmodul, Streck- und Festigkeitsgrenze die interessierenden Größen. Für die Materialforschung hingegen und insbesondere für die Materialtheorie sind diese Eckdaten zur Beschreibung des Materialverhaltens nicht ausreichend. Eine Untersuchung im monoton einachsigen Zugversuch gibt Aufschluß über die genannten Eckdaten und ermöglicht einen Vergleich zwischen mikro- und makrostrukturierten Proben für diese Daten. Zur genauen Beschreibung des Materialverhaltens im Sinne der Materialtheorie und einer Identifikation der Materialparameter genügt jedoch ein einachsiger monotoner Zugversuch nicht mehr. Vielmehr sind kompliziertere Experimente mit zyklischen Belastungen notwendig, wie sie mit Hilfe der in den folgenden Kapiteln beschriebenen Mikrozugprüfvorrichtung durchgeführt werden sollen.

2.1 Die Mikrostruktur

Die Herstellung dünner Metallschichten kann mit Hilfe unterschiedlicher Methoden erfolgen, wobei einige Verfahren mehr oder weniger gut zur Herstellung von Mikrostrukturen geeignet sind. Man unterscheidet zwischen einer direkten Herstellung von metallischen Mikrokomponenten über das Abscheiden in eine mikrostrukturierte Form und einer indirekten Herstellung über eine dünne Folie als Halbzeug zur mechanischen Weiterverarbeitung. Wie bei makroskopischen Bauteilen hängt auch in der Mikrowelt die Mikrostruktur eines Werkstoffes stark von der Herstellungsmethode ab. Die im Laufe dieser Arbeit verwendeten Materialien und deren Herstellungsmethoden sollen im folgenden erörtert werden.

2.1.1 Federstahlfolien als Halbzeuge zur Probenherstellung

Metallstrukturen bestehen im allgemeinen aus einer Vielzahl von Kristallen, welche auch als Kristallite oder Körner bezeichnet werden. Gefügemerkmale wie Korngröße und Kornform, sowie deren Orientierung haben in Metallen einen starken Einfluß auf das Verformungs- und Verfestigungsverhalten [2], [35], [23]. Erkennbar ist dieser Einfluß auch bei kaltverformten

und gewalzten Blechen. Betrachtet man metallische Folien der Dicke von $100\ \mu\text{m}$, so ist ein stark verformtes Gefüge im Schlibbild erkennbar. Das in Bild 2.1 gezeigte Schlibbild¹ eines gewalzten Federstahlbleches (Werkstoffnummer 1.4310), zeigt eine ausgeprägte Walztextur. Diese Texturen bewirken eine Anisotropie der Eigenschaften. Verwendet wurde dieses Material zur Herstellung von lasergeschnittenen Mikroproben. Diese lasergeschnittenen Mikroproben wurden zum Testen der entwickelten Prüfeinrichtung verwendet. Eine genauere Beschreibung des Materials kann Kap. C.3 entnommen werden.

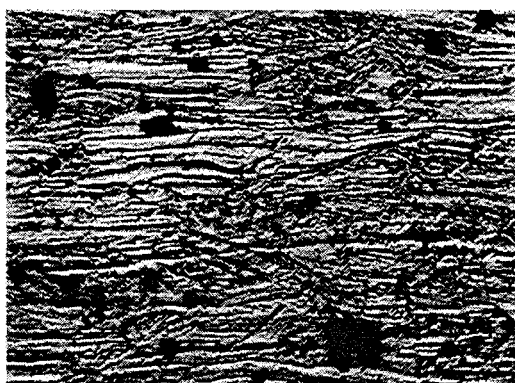


Abb. 2.1: Schlibbild eines Rost- und Säurebeständigen Stahls (1.4310) nach Anlieferung. Zu sehen sind die durch das Walzen entstandenen Kornlängen.

2.1.2 Mikrostruktur galvanisch abgeschiedener Metalle

Bei galvanisch abgeschiedenen Metallen liegt im Gegensatz zur verformungsbedingten Walztextur von gewalzten Blechen eine Anisotropie des Gefüges aufgrund der Abscheidung vor. Die elektrolytische Abscheidung (siehe auch Abschnitt 4.1.1) erfolgt auf einer Titanoxidschicht (Kathode) in einem elektrolytischen Bad. Entscheidend für die Struktur der abgeschiedenen Metallschicht ist die Zusammensetzung und die Temperatur des Elektrolytbades, sowie die Kathodenstromdichte. Die Zusammensetzung der Bäder bestehend aus dem Elektrolyten, Netzmitteln und Tensiden wird verschlüsselt in den Waferbezeichnungen angegeben und ist aus Geheimhaltungsgründen nur dem Hersteller (IMT²) bekannt. Betrachtet man eine galvanisch hergestellte Nickelstruktur im Schnitt (siehe Abb. 2.2) so erkennt man eindeutig die Abscheiderichtung (von unten nach oben). Es haben sich Stengelkristallite ausgebildet, welche eine leicht dendritische Skelettstruktur aufweisen. Im Gegensatz zu Dendriten, wie sie bei der Erstarrung von Schmelzen aufgrund der Instabilität planarer Erstarrungsfronten auftreten, ist die dendritische Struktur in elektrolytisch abgeschiedenen Metallen stark abhängig von den Abscheidungsbedingungen im Elektrolytbad [48], [47], [20]. Ein REM-Bild der Ni-Stengel in der Draufsicht (orthogonal zur Aufwachsrichtung) ist in Abb. 2.3 mit 3000-facher Vergrößerung zu sehen. Im Gegensatz zum Nickel zeigten die abgeschiedenen Kupfer- und Permalloy-Strukturen

¹Alle metallographischen Untersuchungen wurden am Institut für Materialforschung I des Forschungszentrums Karlsruhe durchgeführt.

²Institut für Mikrostruktur-Technik des Forschungszentrums Karlsruhe.

keinerlei gerichtete stengelförmige Kristallite. Es wurden in allen Schliffebenen Gefüge sichtbar, wie es die Draufsicht auf die Ni-Struktur in Abb. 2.3 zeigt. Eine kristallographisch eindeutige Korngrößenbestimmung konnte in keinen der Fälle durchgeführt werden. Schneider und Handreg [51], [22] sind jedoch bei Ihren Untersuchungen der Oberflächen galvanischer Kupferschichten mit der Atomkraft- und Rastertunnelmikroskopie auf eine Morphologie gestoßen, welche aus einer Vielzahl von Inseln bestehen. Diese Inseln sind im Zuge des Kristallisationsprozesses aneinandergestoßen und somit in ihrem lateralen Wachstum begrenzt worden. Die genauere Auswertung der einzelnen Inseln mit Hilfe einer Bildverarbeitung ergab eine Objektgröße von etwa 150 bis 260 nm. Die Frage, ob es sich bei diesen Inseln um einkristalline Bereiche oder um Polykristalle mit nanokristallinem Gefüge handelt, bleibt aber weiterhin offen.

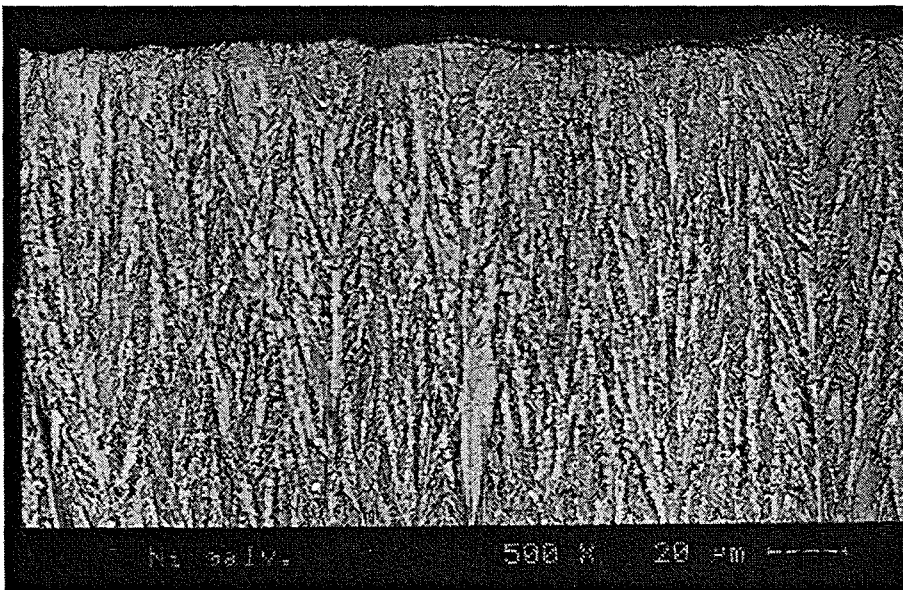


Abb. 2.2: Seitenansicht einer galvanisch abgeschiedenen Nickelstruktur in 500-facher Vergrößerung.

Zur Bestimmung der durch die galvanische Abscheidung auftretenden kristallographischen Vorzugsrichtungen wurden an den Nickelstrukturen Texturuntersuchungen³ durchgeführt. Die Texturmessung wurde an der Oberfläche und nach elektrochemischem Abtrag in einer 10 μm tieferen Lage der Nickelstruktur durchgeführt.

Abb. 2.4 zeigt die auf die $\{200\}$ Gitterebene zurückgerechnete Polfigur der Oberflächenmessung. Das Intensitätsmaximum im Zentrum der Polfigur weist auf eine $\langle 100 \rangle$ Wachstumsorientierung der Kristallite hin. Die Texturmessung in einer tieferen Lage der Nickelstruktur nach 10 μm Materialabtrag zeigt zusätzlich zu der schon an der Oberflächemessung erkennbaren $\langle 100 \rangle$ Wachstumsorientierung eine weitere überlagerte Wachstumsorientierung in der

³Alle Texturuntersuchungen wurden von Herrn Dr. B. Eigenmann am Institut für Werkstoffkunde I der Universität Karlsruhe angefertigt.

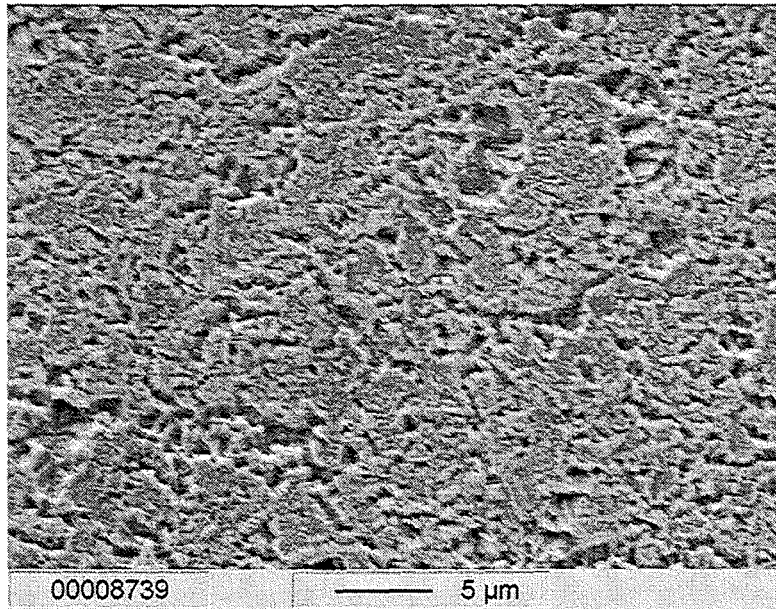


Abb. 2.3: REM-Aufnahme der Draufsicht einer galvanisch abgeschiedenen Nickelstruktur (3000-fache Vergrößerung).

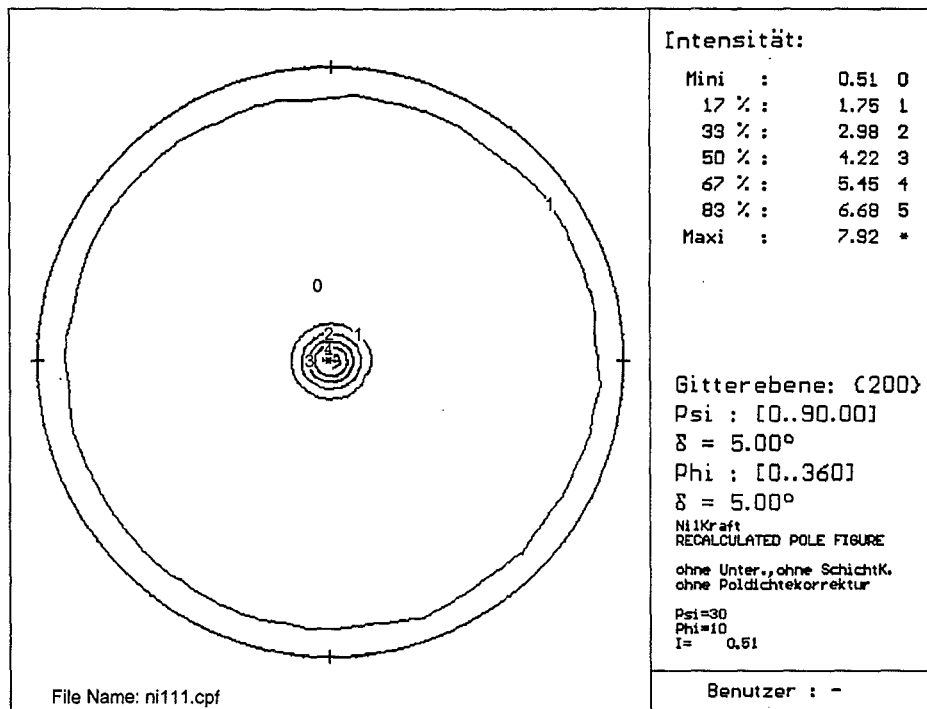


Abb. 2.4: Stereographische Projektion der reflektierten Primärstrahlintensitäten gemessen an der Oberfläche einer galvanisch abgeschiedenen Nickelstruktur.

$\langle 110 \rangle$ -Richtung. Zu erkennen ist dies an den Maxima der reflektierten Primärstrahlintensitäten bei $\psi = 0^\circ$ und 90° für die $\langle 100 \rangle$ Wachstumsorientierung und bei $\psi = 45^\circ$ und

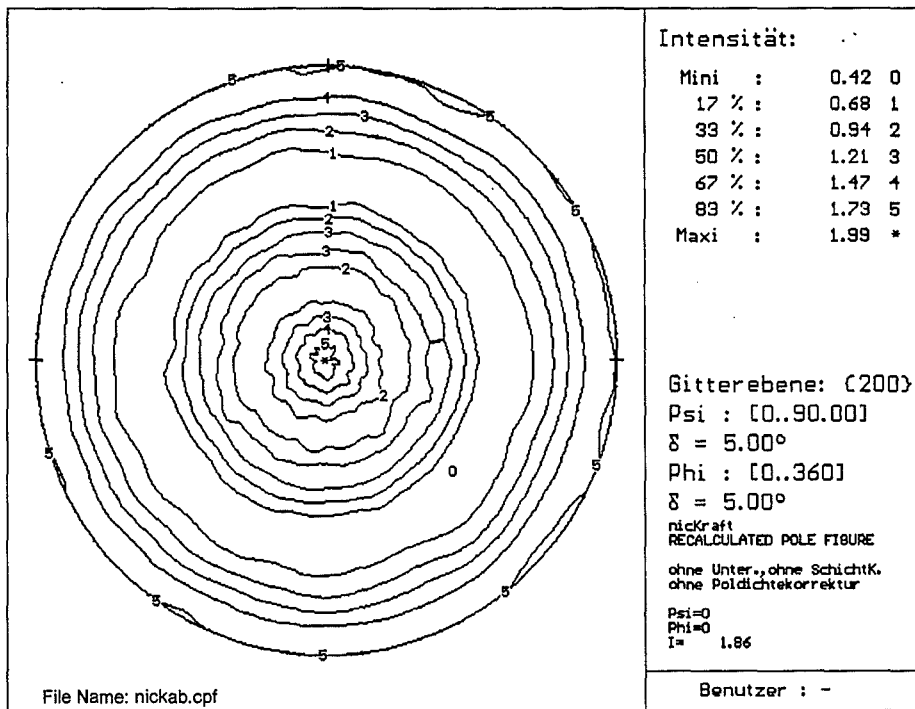


Abb. 2.5: Stereographische Projektion der reflektierten Primärstrahlintensitäten gemessen in einer $10\mu\text{m}$ tiefer liegenden Schicht der Nickelstruktur.

90° für die $\langle 110 \rangle$ Wachstumsorientierung (siehe dazu die zurückgerechnete Polfigur auf die {200}-Gitterebene in Abb. 2.5).

2.2 Systeme zur Bestimmung von Materialeigenschaften im Zugversuch an mikrostrukturierten Proben

2.2.1 Prüfmaschinen zur Untersuchung von mikrostrukturierten Proben

Neben der Eigenentwicklung einer Prüfeinrichtung für Mikrostrukturen wurde sondiert, welche Maschinen zur Prüfung von Mikrostrukturen auf dem Markt zu erwerben sind, in welcher finanziellen Größenordnung sich diese Maschinen bewegen und wozu sie fähig sind. In Tab. 1.1 sind diese Prüfsysteme aufgelistet und näher beschrieben. Wie aus dieser Tabelle hervorgeht, sind die meisten Geräte zur Untersuchung von mikrostrukturierten Materialien als Zubehör zum REM⁴ entwickelt worden. Eine Prüfmaschine zum Zwecke der Materialprüfung wie sie aus dem makroskopischen Bereich bekannt ist, wird von keinem namhaften Prüfmaschinenherstellern auf dem Markt angeboten. Eine Abänderung der kommerziell erwerbbaaren Prüfsysteme für mikrostrukturierte Proben der Abmessungen von 50 bis 200 μm wäre möglich aber kostspielig. Weiter muß erwähnt werden, daß alle in Tab. 1.1 aufgelisteten Geräte (außer dem Gerät zu Einzelfaseruntersuchung der Fa. Kammrath & Weiss) in einem Prototypenstadium vorliegen und somit kommerziell noch nicht zu erwerben sind.

Bei der Eigenentwicklung wurde eine Prüfvorrichtung als Modul konzipiert, das eingebaut in eine herkömmliche Zugprüfmaschine zur experimentellen Untersuchung von mikrostrukturierten Proben geeignet ist (siehe Kap. 3). Im Gegensatz zu den in Tab. 1.1 gezeigten Prüfsystemen kann unter Verwendung des in Kap. 3.4.3 gezeigten Dehnmeßsystems eine Echtzeit-Dehnungsmessung erfolgen.

⁴Raster Elektronen Mikroskop.

	OGAWA et al. Dep. of Adv. Mach. Tsukuba, Ibaraki, JAPAN [44],[43]	DUAL et al. [38],[39] Institut für Mechanik ETH CH-Zürich	Einzelfaseruntersuchung der Fa. Kammrath & Weiss [33],[32], [46]	OXFORD Instruments [28] SEM Tensile Stages (B155C)
Proben	Titanfolien mit $0.46 \mu\text{m}$ Probendicke und $200 \mu\text{m}$ Probenbreite, bei 1mm Meßlänge	Einkristallines Silizi- um, LIGA-Proben aus Ni-Fe-Legierungen mit $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ Quer- schnittsfläche	HM 35 Kohlenstoff- und Silica-Fasern mit Durchmesser von $2.7 \mu\text{m}$ bis mehrere mm	Fasern mit max. $20(\text{L}) \times 12(\text{B}) \times 1(\text{H})$ mm^3
Kraftmessung/ Genauigkeit	Kraftmeßdose (DMS) / keine Angaben	Präzisions-Waage / bis 10^{-5}N	oszillierender Metall- faden von $0 \dots 2\text{N}$ bis $0 \dots 1\text{kN}$ / bis 10^{-5}N [32]	Kraftmeßdose (DMS), $0 \dots 30\text{N}$ / $\pm 0.4\text{N}$
Wegmessung (Traverse)/ Auflösung	2 optische Wegsensoren / keine Angaben	Mikroskop mit CCD- Kamera, Videorecorder und Bildanalysesoftware / 60nm	induktives Wegmeßsy- stem / keine Angaben	über den Antrieb (DC- Motor + Getriebe) / keine Angaben
Wegmessung im Gleichmaßbereich (Dehnungsbe- rechnung)	mittels Zwei-Feld Mikroskop und 2 CCD- Kameras (Aufnahme von Vergleichsmarkie- rungen)	Mikroskop mit CCD- Kamera, Videorecorder und Bildanalysesoftware	Traversenmessung: Fa- serlänge zwischen der Einspannung	nicht vorgesehen
Dehnungs- steuerung	nicht möglich (keine Echtzeitauswer- tung der Dehnung)	nicht möglich (keine Echtzeitauswer- tung der Dehnung)	-	-
Kosten	keine Angaben	$> 20\,000 \text{ DM}$	$> 40\,000 \text{ DM}$	keine Angaben

Tabelle 1.1 Prüfsysteme zur Untersuchung mikrostrukturierter Zugproben.

2.2.2 Wegmeßsysteme mit hoher Auflösung zur Ermittlung der Dehnung im Gleichmaßbereich einer Mikroprobe

Wie in Kapitel 3.4.3 näher erläutert, wird zur Berechnung der Probendehnung, wie man sie im makroskopischen Zugversuch kennt, der Wert der Probenverlängerung im Gleichmaßbereich herangezogen. Bei einer makroskopischen Probe wird dieser Wert mittels eines Extensiometers oder eines Dehnungsmeißstreifens gemessen, welcher innerhalb der Meßlänge L_0 (siehe [1]) angebracht wird. Bei einer Mikroprobe ist diese Applikation vorhandener Mittel aufgrund der geringen Stabilität der Probe und der geometrischen Abmessungen (siehe Kapitel 3.4.3) nicht möglich. Es ist zwar prinzipiell denkbar, Mikroextensiometer oder Mikrodehnungsmeißstreifen zu entwickeln, doch wäre zu einer solchen Entwicklung ein enormer finanzieller Aufwand notwendig. Es mußte somit eine berührungslose Meßeinrichtung zur Messung der Probenverlängerung an das Prüfsystem angebaut werden. Dazu wurde im Vorfeld der Entwicklung geprüft, welche Meßeinrichtungen für die Aufgabenstellung in Frage kommen. Eine tabellarische Auflistung einiger in Betracht kommender Weg- und Dehnungsmeißsysteme mit ihren Vor- und Nachteilen wurde in der Tab. 1.2 aufgelistet. Erworben wurde schließlich das optische Wegmeßsystem UDM5000 der Fa. Zimmer GmbH. Der Meßaufbau wird in Kapitel 3.4.3 näher erläutert.

¹ Bem.: Dieses System war eine freundliche Leihgabe der Fa. Keyence.
² lt. Hersteller.

	Sherographie [54]	Bildanalyzesystem [60]	Wegmeßsystem der Fa. Keyence ¹ [30]	Wegmeßsystem der Fa. Zimmer [61]
Physik. Prinzip	opt. Verfahren unter Ausnutzung der Kohärenzeigenschaft des Laserlichts	opt. Verfahren unter Verwendung einer CCD-Kamera, geeignetem Frame Grabber und Software	opt. Verfahren mittels Laserabtastung	Schattenoptik zur Kantendetektion im Lichtfeld
Auflösung	keine Angaben	bei 640×500 Pixeln: 12 μm (höhere Auflösung entsprechend der CCD-Kamera möglich)	2 μm	0.5 μm
Probenform	beliebig	Probe mit kontrastierenden Merkmalen im Meßbereich	zwei parallel angeordnete Markierungen in der Abtastlinie des Lasers	zwei parallel angeordnete Markierungen im Lichtfeld (senkrecht zum Liniensensor)
Meßgröße	In-Plane Dehnungsanteile (Auswertung von Digital-Shearogrammen)	Graustufen in Bildsequenzen, denen nach digitaler Verarbeitung eine Probenverlängerung zugeordnet wird	analoger Spannungswert ($\hat{=}$ Abstand von zwei beliebigen Kanten im Lichtfeld)	analoge Differenzspannung ($\hat{=}$ Abstand von zwei Kanten im Lichtfeld)
Dehnungssteuerung mittels Meßsignals	nicht möglich	nicht möglich	möglich ²	möglich ²
Kosten [DM]	>30.000	25.000	20.000	15.000

Tabelle 1.2 Berührungslose Wegmeßsysteme.

3 Die Mikrozugprüfeinrichtung

Die Prüfeinrichtung zur Untersuchung mikrostrukturierter Proben im einachsigen Zugversuch besteht aus mehreren Komponenten. Die Grundeinheit bildet eine handelsübliche Zugprüfmaschine mit elektromechanischem Zentralspindeltrieb und einer digitalen Steuerung (Abb. 3.1) [27].

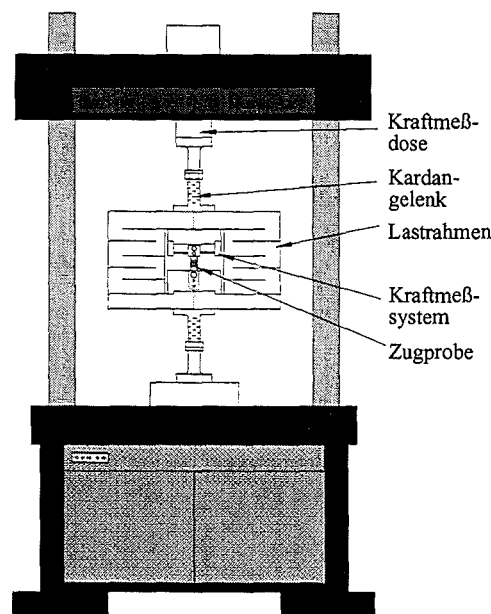


Abb. 3.1: In eine Zugprüfmaschine eingebauter Lastrahmen ohne Dehnmeßeinrichtung.

In diese Zugprüfmaschine wird der Lastrahmen [50], [36] eingebaut. Eine Prinzipskizze der Prüfeinrichtung ist in Abb. 3.3 zu sehen. In den Lastrahmen sind ein internes Kraft- und zwei unabhängige Wegmeßsysteme integriert. Eines der Wegmeßsysteme dient zur Aufnahme der Probenverlängerung zwischen den Einspannstellen der Mikroprobe, das zweite zur Ermittlung eventuell auftretender Biegeeinflüsse in die Mikroprobe. Ein drittes optisches Wegmeßsystem wurde außerhalb des Lastrahmens angebracht und dient der Messung der Probenverlängerung im Gleichmaßbereich. Die gemessenen Daten werden mittels eines Datenerfassungsprogramms [10] aufgenommen und verarbeitet. Eine schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Prüfung von mikrostrukturierten Proben zeigt Bild 3.2. Die Maschine wird über einen zweiten Computer gesteuert. Über eine Steuerungssoftware¹ können verschiedene Lastkollektive programmiert und an die digitale Steuerkonsole (INSTRON 8500) mittels einer GPIB-Karte übergeben werden.

¹FLAPS+ der Fa. INSTRON Ltd.

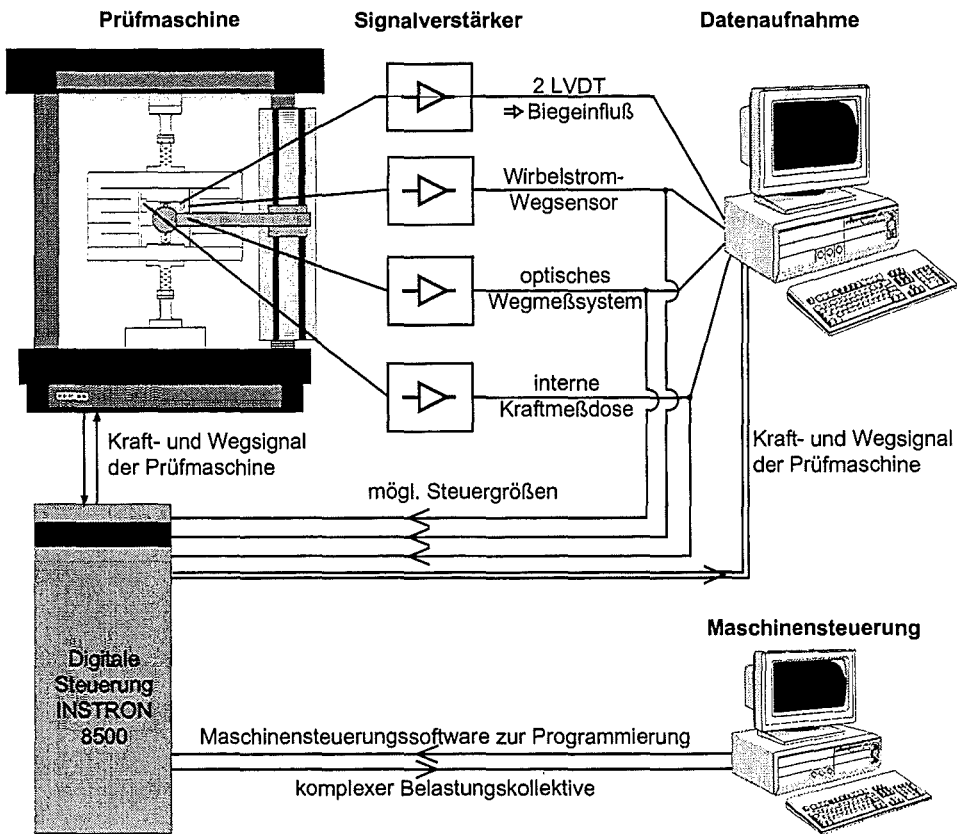


Abb. 3.2: Schematischer Aufbau der Versuchsanlage.

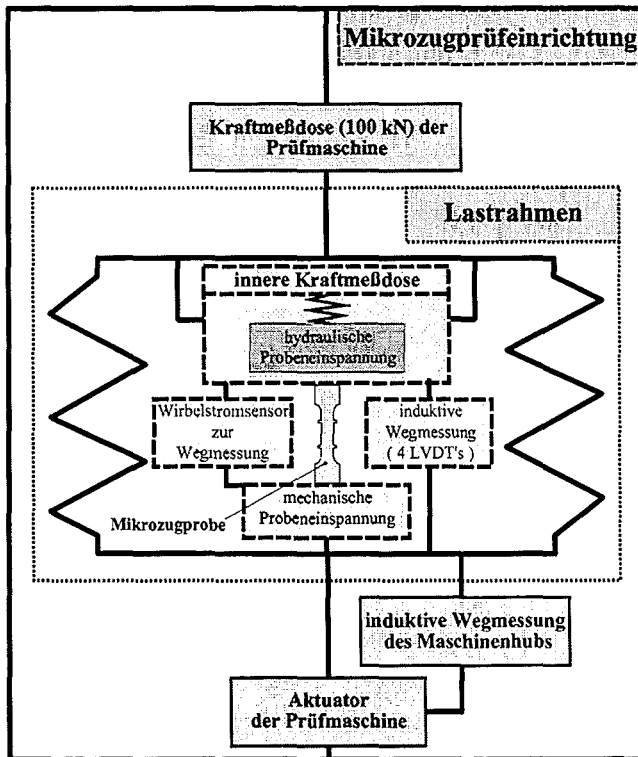


Abb. 3.3: Prinzipskizze der Prüfeinrichtung.

Folgende Steuermöglichkeiten können realisiert werden:

- Vorgabe der Verschiebung der Prüfmaschinentraverse
- Vorgabe der Kraft der Prüfmaschine
- Vorgabe der Kraft (an der Mikroprobe) → Lastkontrolle
- Vorgabe der Verschiebung der Probe zwischen den Einspannstellen → Traversensteuerung

Aufgrund seiner Form verhält sich der Lastrahmen wie ein parallel angeordnetes Federsystem (siehe dazu auch Abschn. 3.1). Nach dem Einbau des Lastrahmens in die Zugprüfmaschine müssen die Regelkreisparameter der Prüfmaschine diesem Federsystem angepaßt werden. Dazu wird der digitalen Steuerung ein Rechtecksignal als Soll-Signal vorgegeben. Das Ist-Signal wird analog an der Meßeinheit der zu steuernden Größe abgegriffen und auf ein Speicheroszilloskop gelegt. Je nach Steuerungsart (interne Kraft- oder Wegsteuerung) werden die Ist-Signale entweder an der internen Kraftmeßdose oder dem Wirbelstromsensor abgegriffen. Durch eine Variation der PID-Anteile des äußeren Regelkreises wird nun das auf dem Speicheroszilloskop sichtbare Ist-Signal dem Soll-Signal angepaßt.

3.1 Der Lastrahmen

Wie in der Einleitung erwähnt, stellt der Lastrahmen das Herzstück der gesamten Prüfeinrichtung dar. Konzipiert wurde der Lastrahmen zur universellen Prüfung von Mikrostrukturen.

Im Gegensatz zu einer starren Form eines Lastrahmens wie sie Markowski [36] verwendet, wurden die Lastrahmenseiten als Flachfedern ausgebildet. Dabei wurde der gesamte Rahmen inklusive der seitlichen Federn aus einem Block einer Aluminiumlegierung (AlMg2) herauseroziert. Durch symmetrische Zweiteilung parallel zur Bildebene (siehe Abb. 3.4) des Lastrahmens und der Kraftmeßdose können mikrostrukturierte Proben unterschiedlicher Dicke eingespannt werden (Abb. 3.5). Die Hauptaufgabe des Lastrahmens liegt in der Verminderung von Biegemomenten in die zu prüfenden Mikroproben. Beim direkten Einbau einer Mikroprobe in eine herkömmliche Zugprüfmaschine würde aufgrund der nicht fluchtenden Einbaugestänge ein beträchtlicher Biegeanteil dem eigentlichen Zugexperiment überlagert. Eine weitere Funktion liegt in der Kraftübersetzung. Der Lastrahmen nimmt den Hauptanteil der von der Prüfmaschine aufbrachten Kraft auf und leitet nur einen Bruchteil der Zugkraft an die Mikroprobe weiter. Der Lastrahmen wurde so konzipiert, daß er sich genügend steif gegenüber der zu untersuchenden Probe aber hinreichend weich gegenüber der Antriebsmaschine verhält. Eine weitere Aufgabe des Lastrahmens liegt in der Erleichterung des Probeneinbaus. Wie in Abschnitt 3.3 näher erläutert, wird zum Einbau der leicht deformierbaren Probe der Lastrahmen

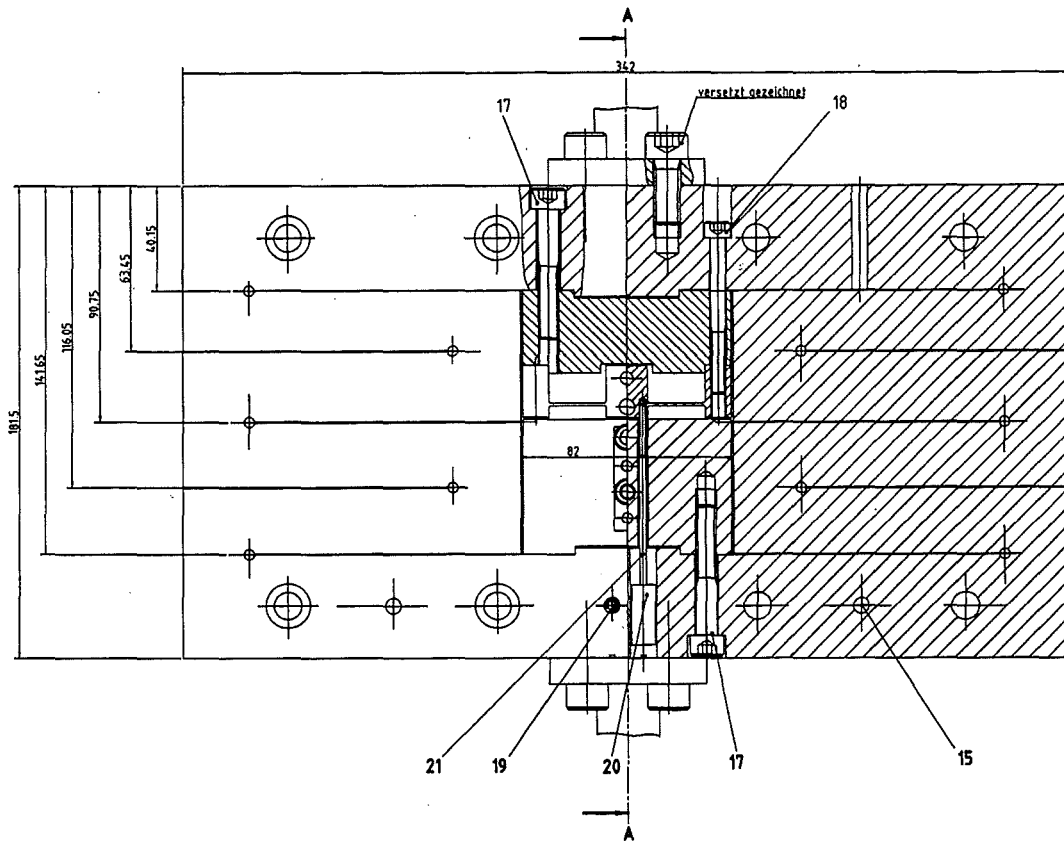


Abb. 3.4: Halbschnitt der Draufsicht des Lastrahmens (Bezeichnungen siehe Abb. 3.5).

aus der Prüfmaschine ausgebaut und horizontal abgelegt. Die Mikroprobe kann dadurch einfacher positioniert und eingespannt und die Gefahr der Probenzerstörung eingeschränkt werden. Ebenso dient der Lastrahmen als Träger der Kraftmeßdose (siehe Abschnitt 3.2), in welche die Mikroprobe mittels eines Hydrauliksystems eingespannt ist und zweier Wegmeßsysteme (siehe auch Abschnitt 3.4.1 und 3.4.2).

3.1.1 Einbau des Lastrahmens in die Prüfmaschine

Zu Beginn des Versuchsaufbaus ist es notwendig, das Einbaugestänge der Prüfmaschine (Abb. 3.6) einzurichten. Das Ziel ist es, das obere und untere Zuggestänge axial fluchtend auszurichten. Dazu wird zuerst die Parallelität und dann die Mittigkeit der Zuggestänge gegeneinander ausgerichtet. An ein Prismen-Parallelstück, welches mit einem Bügel fest mit der unteren Zugstange befestigt ist, wird eine Verlängerung angebracht, an der eine Fein-Meßuhr (1/1000mm-Ablesung) angeschraubt ist. Durch Auf- und Abbewegung des Antriebs um einen definierten Weg kann über die Differenz der an der Meßuhr angezeigten Werte die Schiefelage der oberen gegenüber der unteren Zugstange errechnet werden. Mittels einer Winkeljustierplatte kann diese Schiefelage ausgeglichen werden. Danach wird die Mittigkeit eingestellt. Dazu

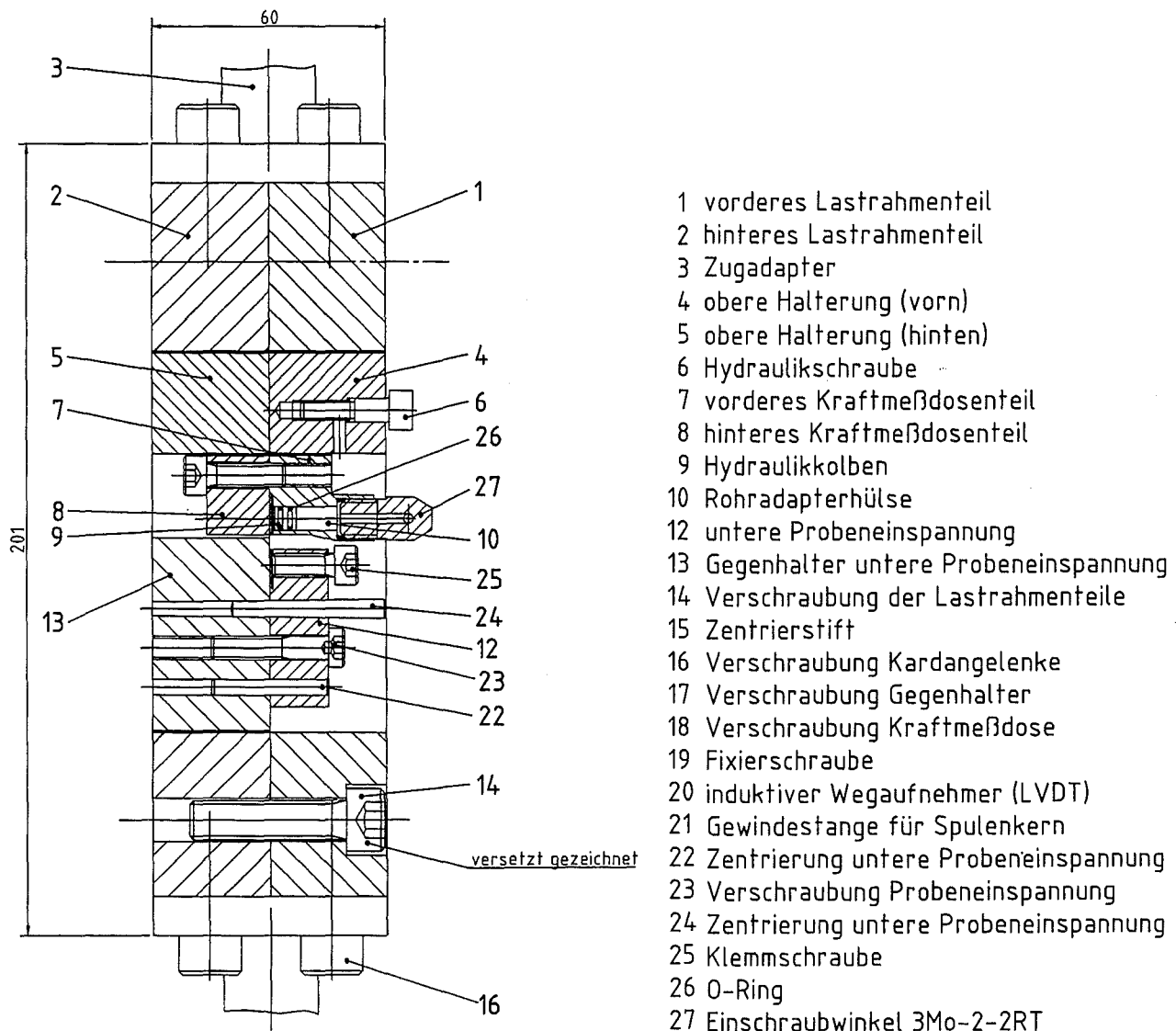


Abb. 3.5: Übersichtszeichnung des Lastrahmens; Seitenansicht A-A (siehe Abb. 3.4) im Mittelschnitt.

wird die Meßuhr an einem Punkt der oberen Zugstange angebracht und um die Achse der unteren Zugstange gedreht. Die registrierte Abweichung wird danach durch das Verstellen von Justierschrauben in einer Justierplatte der Prüfmaschine ausgeglichen. Zum Schluß wird der Verbund von oberer Zugstange und Kraftmeßdose mit dem Querhaupt verspannt. Da durch das Verspannen sowohl die Parallelität als auch die Mittigkeit leicht verstellt werden kann, muß der Vorgang des Ausrichtens des Öfteren wiederholt werden bis ein Optimum erreicht ist. Dies führt bei einer sorgfältigen Ausrichtung bis zu einer meßbaren axialen Abweichung von $60\mu\text{m}$ und einer Schiefelage des oberen Gestänges gegenüber dem unteren von bis zu $\alpha = 1^\circ$ (siehe Abb. 3.6). Wichtig ist im Fall der Montage des Lastrahmens, daß die Parallelität des Zuggestänges (siehe Abb. 3.6) so gut wie möglich vorhanden ist. Der Einfluß der Schiefelage

des Gestänges in der x-y-Ebene auf die nichtaxiale Kräfteinleitung kann vor allem durch den Lastrahmen gering gehalten werden (siehe auch Abschnitt 3.1.2).

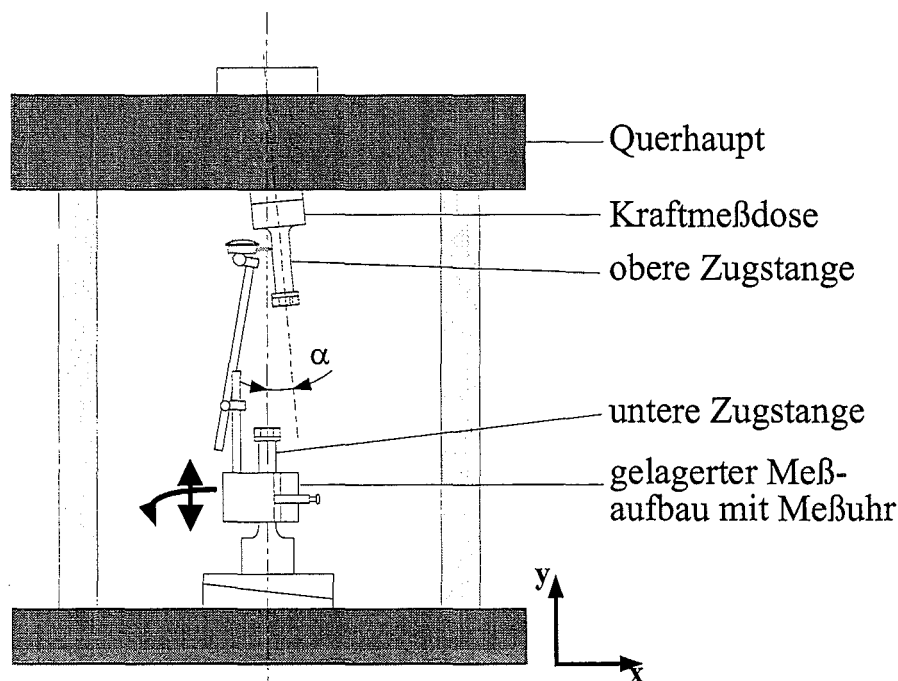


Abb. 3.6: Schematische Skizze der Prüfmaschine mit nicht eingerichteten Einbaugestänge in der x-y-Ebene ohne Lastrahmen.

Die Werte der Gestängeschiefelage können je nach Sorgfalt des Einrichters und dem verwendeten Typ der Prüfmaschine variieren. Die oben angegebenen Werte wurden an einer Zugprüfmaschine vom Typ 1362 der Fa. Instron erreicht. Diese Abweichung von einer vollkommen axialen Anordnung ist für ein makroskopisches Experiment mit herkömmlichen Probenquerschnittsflächen $>0.8 \text{ cm}^2$ (DIN 50125) und zylindrischen Proben nahezu vernachlässigbar.

Vergleicht man z.B. ein makroskopisches Zugexperiment einer Rundprobe mit Gewindeköpfen (B12x60 mm nach DIN 50125) mit einem Zugexperiment einer Mikroprobe ($2.8 \times 0.1 \times 0.1 \text{ mm}$) so ergeben sich mit Hilfe der Bernoulli'schen Theorie für gerade prismatische Stäbe (siehe auch [19]), die in der Tabelle der Abb. 3.7 aufgeführten maximalen Biegespannungen. Den Berechnungen wurde eine Schiefelage des Gestänges in der xy-Ebene (siehe Abb. 3.6) von $\alpha = 1^\circ$ zugrunde gelegt. Die Zugkraft beträgt 50N. Dieser Wert liegt in der Größenordnung der maximal erreichbaren Zugkraft einer Nickel-Mikroprobe. Aus diesen analytischen Berechnungen geht hervor, daß mit einem direkten Einspannen einer Mikroprobe in eine herkömmliche Zugprüfmaschine kein einachsiges Zugexperiment durchgeführt werden kann.

Aus diesem Grund wurde ein Lastrahmen in der Form eines parallel angeordneten Feder-systems konzipiert. Zusätzlich wurden zwischen den Zugstangen der Prüfmaschine und dem Lastrahmen kardanische Adapter² montiert (siehe auch Abb. 3.9). Mit der Wirkung des La-

²Als kardanische Adapter werden im folgenden die Verbindungselemente zwischen Prüfmaschine und Last-

strahmens und der kardanischen Adapter konnte der Einfluß der Biegung auf die Mikroprobe stark vermindert werden, so daß ein annähernd uniaxiales Zugexperiment möglich ist (siehe auch Abschnitt 3.1.2).

Makroprobe ○	Mikroprobe □
<i>Abmessungen</i>	
$d = 12 \text{ mm}$	$a = 0.1 \text{ mm}$
$l = 72 \text{ mm}$	$l = 2.8 \text{ mm}$
<i>Berechnung der max. Biegespannung</i>	
$F_x = F \cdot \sin \alpha$ $M_b = F_x \cdot l$ $W_y = \frac{\pi \cdot d^3}{32}$ $W_y = \frac{a^3}{6}$ $\sigma_{max} = \frac{M_b}{W_y}$	
$\sigma_{max} = 0.37 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$	$\sigma_{max} = 14658 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$

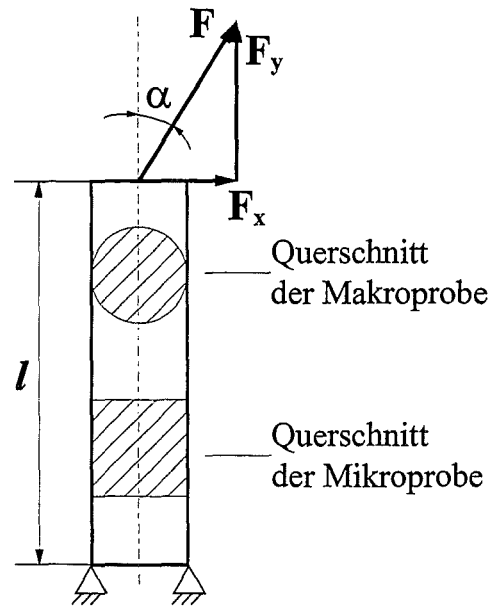


Abb. 3.7: Berechnung der max. Biegespannung zwischen Mikro- und Makroprobe bei gleicher schiefer Belastung (siehe Bild rechts) von $F=50\text{N}$ und $\alpha=1^\circ$.

3.1.2 Auslegung des Lastrahmens mittels der FEM

Zur Auslegung des Lastrahmens bzw. zur Berechnung des zu erwartenden Einflusses der Biegung wurden Finite Elemente Berechnungen zum Verformungsverhalten des Lastrahmens durchgeführt. Abb. 3.8 zeigt das dreidimensionale FE-Netz des modellierten Lastrahmens. Der Lastrahmen wurde so ausgelegt, daß er bis zu einer maximalen Zugkraft von 100kN belastbar ist. Das heißt, daß bei einer Belastung von 100kN die auftretenden Vergleichsspannungen nach v.Mises nicht größer als 360 MPa werden. Dieser Grenzwert entspricht der Streckgrenze der zur Anfertigung des Lastrahmens verwendeten kaltaushärtbaren Aluminiumlegierung vom Typ AlCuMg2 [45].

Die FE-Berechnungen wurden mit dem FE-Programm ABAQUS durchgeführt [24]. Es wurde ein rein elastisches Materialverhalten zugrunde gelegt. Die Netzgenerierung und die Ergebnisauswertung wurde mit dem Pre-/Post-Prozessor FEMGV durchgeführt.

rahmen bezeichnet. Diese kardanischen Adapter wurden von der Fa. UTS Testsysteme [57] aus einem federharten Stahl drahterodiert.

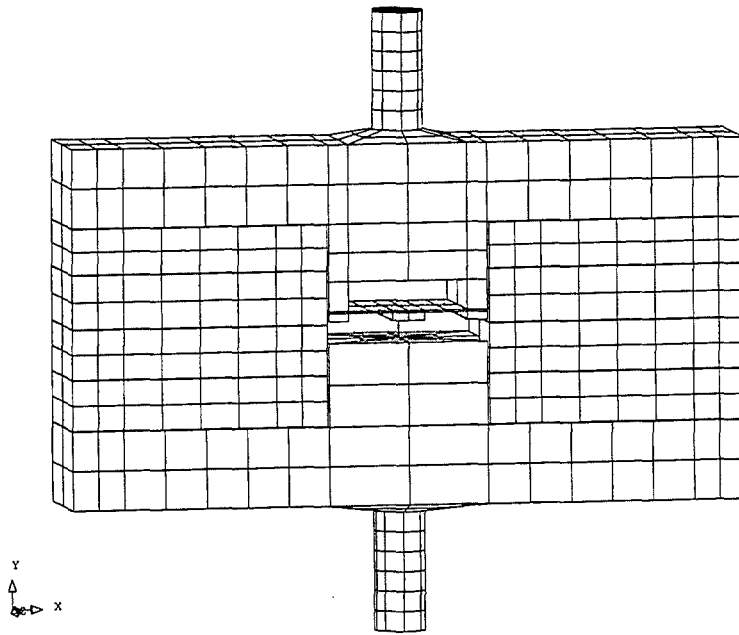


Abb. 3.8: Dreidimensionales FE-Netz des Lastrahmens mit dem oberen und unteren kardanischem Adapter (7423 Knoten und 1228 Volumenelemente).

Bei der Modellierung des Lastrahmens wurden folgende Punkte idealisiert:

- Alle Schraubenverbindungen wurden als ideal starrer Materialverbund modelliert.
- Die Ausrundungen an den Schlitzten des Lastrahmens wurden nicht ausgebildet (Reduzierung der Elementanzahl).
- Die schiefe Lasteinleitung wurde über die Modellierung einer schiefen Ebene als Stirnfläche des oberen kardanischem Adapters realisiert (siehe Abb. 3.10).
- Als Probe wurde ein Streifen quadratischen Querschnitts (0.01mm^2) modelliert, welcher starr mit der Kraftmeßdose und dem unteren Lastrahmenteil verbunden wurde.
- Die Vorrichtung zur hydraulischen Probeneinspannung in der Kraftmeßdose und die mechanische Klemmvorrichtung im unteren Teil des Lastrahmens wurden nicht modelliert.

Den einzelnen Bauteilen wurden in den FE-Berechnungen die in Tab.3.1 aufgelisteten Materialdaten zugewiesen.

	E [MPa]	ν [-]
Lastrahmen	70000	0.3
Kardangelenke	62990	0.3
Mikroprobe	180000	0.3

Tab. 3.1:

Materialdaten, wie sie in den FE-Berechnungen zur Lastrahmenverformung bei schiefer Belastung verwendet wurden.

Der Elastizitätsmodul der kardanischen Adapter beträgt $E = 200\,000\text{ MPa}$. Das den FE-Berechnungen zugrunde gelegte Netz wird in Abb. 3.9 rechts gezeigt. Die Schlitzung der kardanischen Adapter wurde nicht explizit modelliert. Vielmehr wurde ihr Einfluß auf die Steifigkeit der kardanischen Adapter durch eine entsprechende Reduzierung des Elastizitätsmoduls erfaßt.

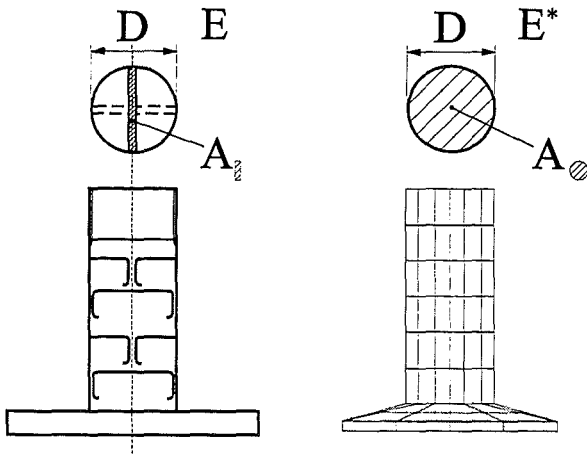


Abb. 3.9:
Kardanischer Adapter zwischen Lastrahmen und Prüfmaschine (links: Bauteil, rechts: FE-Modell).

Das Hook'sche Gesetz kann für den kardanischen Adapter wie folgt geschrieben werden:

$$\sigma = \underbrace{(1 - d) E}_{E^*} \varepsilon, \quad (3.1)$$

wobei

$$(1 - d) = \frac{A_{\square}}{A_{\circ}}. \quad (3.2)$$

Hierin ist $A_{\circ} = \frac{\pi}{4} D^2$ die Querschnittsfläche des ungeschlitzten und A_{\square} der tragende Restquerschnitt des geschlitzten kardanischen Adapters (vgl. Abb. 3.9). Für den reduzierten Elastizitätsmodul ergibt sich mit $A_{\square} = 142.48\text{ mm}^2$ und $A_{\circ} = 452.39\text{ mm}^2$:

$$E^* = \frac{A_{\square}}{A_{\circ}} \cdot E = 62990\text{ MPa}. \quad (3.3)$$

Die kardanische Wirkung des geschlitzten Adapters wird somit auf einen Vollzylinder mit entsprechend reduziertem Elastizitätsmodul von $E = 62990\text{ MPa}$ übertragen.

Es wurden zwei extreme Belastungsfälle gerechnet. In Fall A wird eine schiefwinklige Belastung von 1° innerhalb der x-y Ebene (siehe linke Hälfte der Abb. 3.10), in Fall B eine schiefwinklige Belastung von 1° innerhalb der y-z Ebene (siehe rechte Hälfte der Abb. 3.10) simuliert. Die nichtaxiale Belastung wird durch die Modellierung einer schiefen Ebene mit einem Steigungswinkel von 1° auf dem oberen Adapter und deren Belastung mit einer Flächenlast von 6.1116 MPa (resultierende Kraft $F_{\text{res}} = 2.76\text{ kN}$) simuliert. Der Lastrahmen-Kardangeln-Verbund wurde im FE-Modell an der Stirnfläche des unteren kardanischen Adapters fest eingespannt. Berechnet wurden die Verschiebungen

- a.) der Mikroprobe aus der Differenz der Knotenverschiebungen des oberen (Kraftmeßdose) und unteren Einspannpunktes (Gegenhalter, siehe Teil (13) in Abb. 3.5) der Probe im Lastrahmen,
- b.) des Lastrahmens aus der Differenz der Knotenverschiebung des Mittelpunktes des Verbundes des oberen Adapters mit dem Lastrahmen und des Mittelpunktes des Verbundes unterer Adapter-Lastrahmen, sowie
- c.) des Lastrahmen-Kardangeln-Verbundes aus der Verschiebung des FE-Knotens im Zentrum der Stirnfläche des oberen Adapters (die Verschiebung des entsprechenden Knoten im unteren Adapter ist wegen der Einspannung null).

In den Diagrammen A und B der Abb. 3.10 werden die Knotenverschiebungsdifferenzen Δu_y über Δu_x bzw. Δu_z entsprechend den Fällen a.) - c.) aufgetragen. Die Verschiebungen in x-Richtung (Fall A) und in z-Richtung (Fall B) sind verantwortlich für die Biegemomente in der Mikroprobe. Jeder Punkt der Kurve in den Diagrammen der Abb. 3.10 stellt einen Belastungsschritt dar. Betrachtet man z.B. den letzten Punkt der jeweiligen Verformungskurve, so entspricht dieser dem Erreichen des letzten Lastschrittes ($F_{res} = 2.76 \text{ kN}$). Die Werte Δu_x , Δu_y , Δu_z stellen die Differenzen zwischen den Verschiebungen der oberen und den Verschiebungen der unteren Einspannpunkte in der jeweiligen Richtung dar. Liegt ein nicht axial fluchtendes Einbaugestänge in der x-y Ebene vor (Fall A), so hat diese Schräglage kaum einen Einfluß auf die uniaxiale Verformung der eingespannten Mikroprobe. Der Biegeanteil, welcher durch das schiefstehende Gestänge in dieser Ebene über die kardanischnen Adapter auf den Lastrahmen wirkt, wird sowohl von den kardanischnen Adaptern als auch vom Lastrahmen selbst fast vollkommen absorbiert. Die Verschiebungsdifferenz zwischen oberem und unterem Einspannpunkt in x-Richtung ist in diesem Belastungsfall (A) ein Maß für den Biegeanteil der dazwischenliegenden Komponenten.

Betrachtet man den letzten Belastungsschritt der FE-Rechnung in Fall A so ergibt sich bei einer resultierenden Verschiebung in x-Richtung zwischen den Einspannungen der Kardangelnke in der Zugprüfmaschine von 100% eine Verringerung der Verschiebungen in x-Richtung wie folgt: Die kardanischnen Adapter verringern die Verschiebung des Lastrahmens um 33% (Δu_x), der Lastrahmen selbst verringert die Verschiebung der Mikroprobe zwischen ihren Einspannstellen gegenüber der Verschiebung des Lastrahmens zwischen den kardanischnen Adaptern in x-Richtung nochmals um weitere 62%. Als Resultat erhält man eine Verringerung der Verschiebung in x-Richtung zwischen den Einspannpunkten des Prüfsystems im winkelschiefen Gestänge der Zugprüfmaschine und den Einspannpunkten der Mikroprobe im Lastrahmen von 95%.

Fall A

Fall B

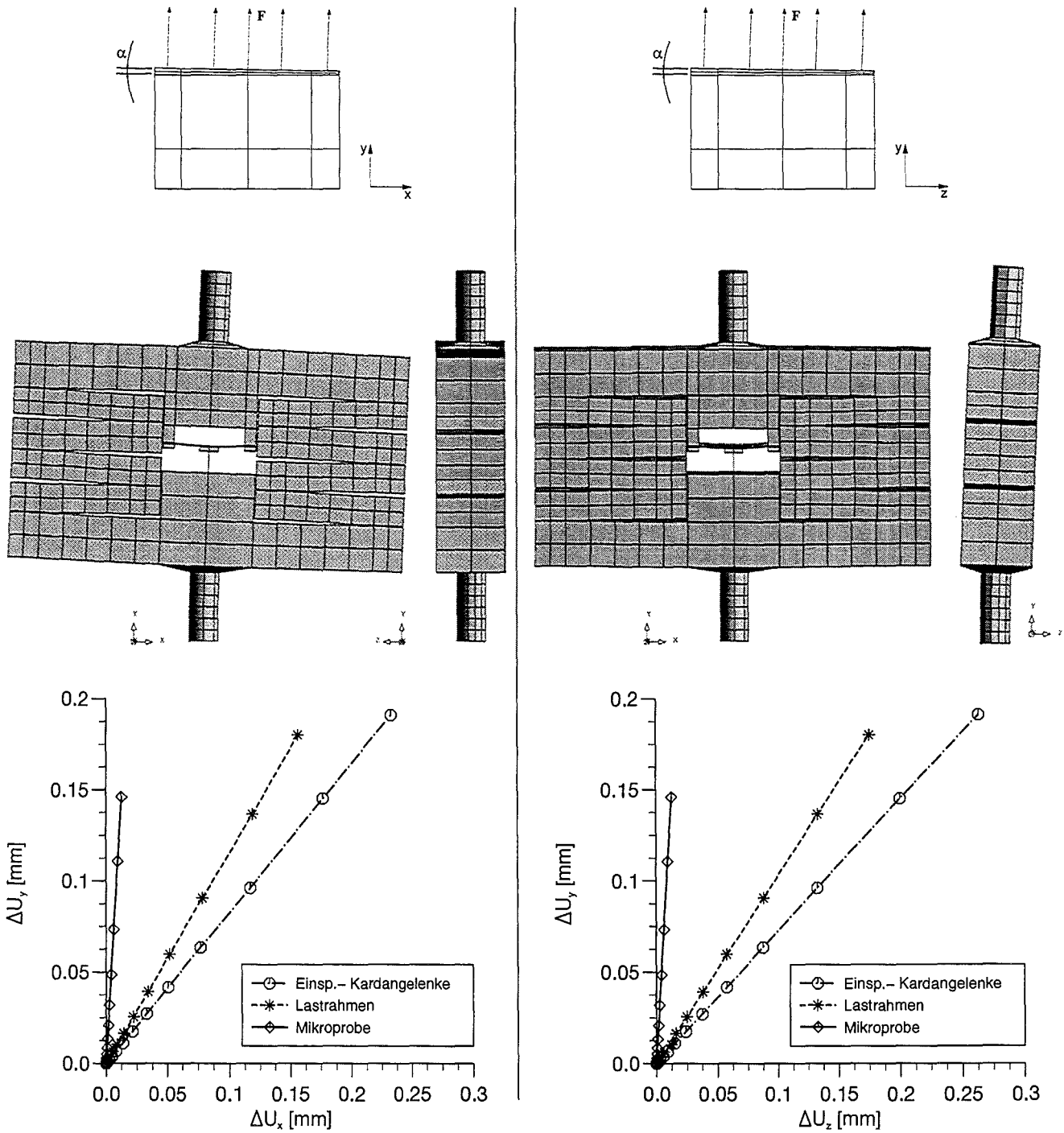


Abb. 3.10: Simulation eines Zugversuches bei einer Winkelabweichung des Gestänges von $\alpha = 1^\circ$. Die oberen beiden Bilder zeigen vergrößert das FE-Netz mit der schiefen Ebene des oberen Adapters. Die linke Spalte zeigt die Verformung bei einer Winkelabweichung in der y-x Ebene, die rechte Spalte bei einer Winkelabweichung in der y-z Ebene. Die Verformungen des Lastrahmens in den FE-Bildern wurden 50-fach überhöht dargestellt.

Im Fall B einer Schiefelage des Gestänges von 1° in der y - z Ebene zeigt sich kaum ein Unterschied zu Fall A. In Abb. 3.11 werden die berechneten Verschiebungen der beiden Einspannpunkte der Mikroprobe über den einzelnen Belastungsschritten aufgetragen. Die Verschiebungen der beiden relevanten Knoten der oberen und unteren Einspannung der Mikroprobe unterscheiden sich im Betrag zwischen u_x in Fall A und u_z in Fall B nur gering. Da im allgemeinen davon ausgegangen werden kann, daß bei einer sorgfältigen Einrichtung des Prüfmaschinengestänges die Schiefelage dieser Gestänge zueinander unter 1° liegt, ist den Berechnungen zufolge ein annähernd einachsiges Zugexperiment möglich.

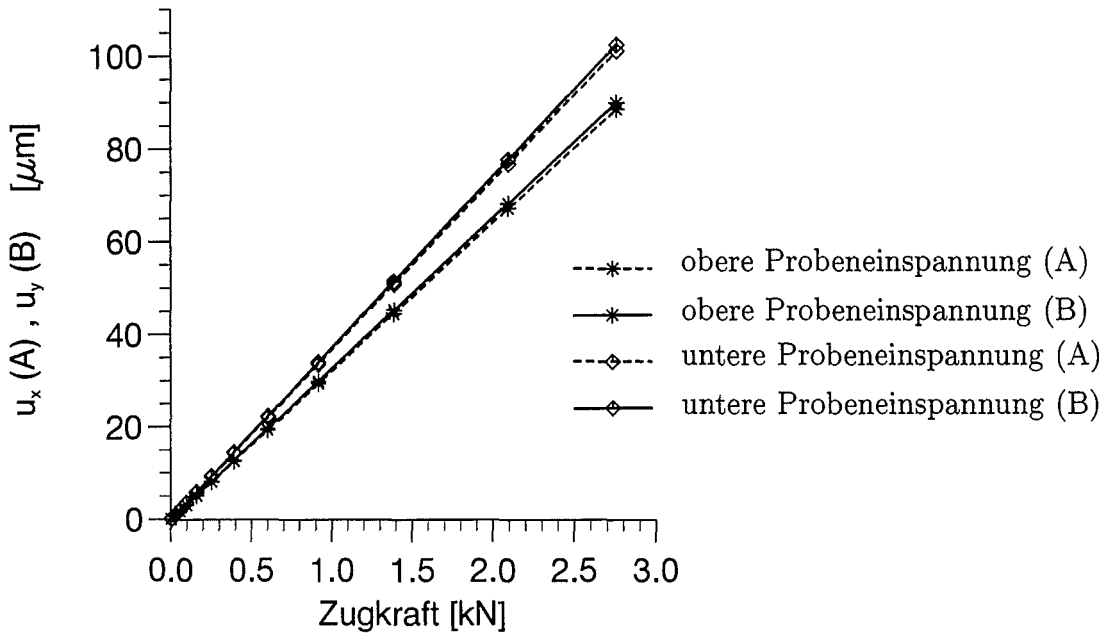


Abb. 3.11: Verschiebung des oberen und unteren Einspannpunktes der Mikroprobe (u_x - Fall A, u_z - Fall B) über zunehmender Belastung des Lastrahmen-KardangelenK-Verbundes.

Die Annahme rein elastischen Materialverhaltens, ist bei einer Belastung von $F_{res} = 2.76\text{kN}$ sowohl für die kardanischen Adapter als auch für den Lastrahmen berechtigt, da beide Bauteile so ausgelegt wurden, daß sie sich bis zu einer maximalen Belastung von 100 kN rein elastisch verhalten. Die Mikroprobe hingegen wäre bei den Belastungen wie sie in Abb. 3.10 im letzten Belastungsschritt der FE-Berechnung auftreten ($F = 2.76\text{ kN}$) längst gerissen. Die errechneten Spannungswerte in der Mikroprobe lagen bei einer am Lastrahmen-Adapter-Verbund anliegenden Kraft von $F = 2.76\text{ kN}$ bei $\sigma_{yy} = 2300\text{MPa}$. Aus den FE-Berechnungen zur Verformung des Lastrahmens konnte eine Federsteifigkeit von 17167 N/mm des Lastrahmens errechnet werden.

3.2 Interne Kraftmessung

Zur Ermittlung des Spannungs-Dehnungsverhaltens eines Werkstoffes wird sowohl die Probenverlängerung über der Zeit als auch die zum Zug erforderliche Kraft über der Zeit benötigt. Um die Kraft direkt an der Mikroprobe messen zu können, wurde eine speziell an den Lastrahmen adaptierte Kraftmeßdose entwickelt und optimiert. Im folgenden werden die Anforderungen an die Kraftmessung und deren Realisierung erläutert.

3.2.1 Entwicklung der Kraftmeßdose

Zu Beginn der Entwicklungsphase wurden an die Kraftmessung folgende Anforderungen gestellt:

- Meßaufnehmer nach dem Biegebalkenprinzip,
- Kraftmessung im mN-Bereich,
- Probeneinspannung ohne die Probe dabei zu deformieren,
- Flachproben unterschiedlicher Dicken müssen nach dem Einbau immer mittig in der Achse der Zugprüfmaschine eingespannt werden können.

Die ersten Kraftmeßdosen wurden gemäß dieser Anforderungen (siehe Abb. 3.13) gefertigt. Auf jede Brückenfläche (oben und unten) wurde je ein Dehnungsmeßstreifen (DMS) aufgeklebt und zu einer Wheatstone'schen Widerstandsbrücke verschaltet. Pro Kraftmeßdosenhälfte steht somit je eine Vollbrücke mit 4 DMS zur Verfügung. Als Kraftmeßdosenmaterial wurde zu Beginn der Entwicklung des Prüfsystems (siehe Abb. 3.13 oben links) ein nichtrostender Stahl (1.4301) und im Laufe kontinuierlicher Verbesserungen eine hochfeste Aluminiumlegierung (2024) (siehe Abb. 3.13 oben rechts) verwendet.

Wie der Lastrahmen wurde zur Einspannung unterschiedlich dicker Flachproben auch die Kraftmeßdose zweigeteilt. In das Mittelteil der vorderen Kraftmeßdosenhälfte wurde eine hydraulische Probenklemmung integriert. Diese Probenklemmung mittels eines Hydraulikkolbens wird in Abschnitt 3.3.1 näher erläutert. Um eine größere Pressfläche bei der Probenklemmung in der Kraftmeßdose zu erhalten wurde in den vorderen Kraftmeßdosenteil zusätzlich eine Klemmlippe einerodiert. Der über die Druckzufuhrleitung anliegende Hydraulikdruck drückt den Kolben im vorderen Kraftmeßdosenteil gegen die Klemmlippe und presst die zwischen der Klemmlippe und dem hinteren Kraftmeßdosenteil liegende Probe zusammen (siehe Abb. 3.17). Die Probe ist eingespannt. Wird der Lastrahmen belastet, so zieht die Mikroprobe, welche am Gegenhalter der unteren Probeneinspannung (Teil (13) in Abb. 3.5) eingespannt ist, die Kraftmeßdosenmittelteile (obere Einspannung) nach unten. Die vier Kraftmeßdosenbrücken werden verformt und die applizierten DMS gedehnt. Diese Verformung der DMS ruft eine

Spannungsänderung in den beiden Wheatston'schen Vollbrücken hervor, welcher nach Kalibration eine Kraftänderung zugewiesen werden kann.

3.2.2 Kalibration und Optimierung der Kraftmeßdose

Die Kalibration der Kraftmeßdose findet im eingebauten Zustand statt (siehe Abb. 3.12 und 3.5). Dazu wird der untere kardanische Adapter vom Lastrahmen und die untere Probeneinspannung(12) von ihrem Gegenhalter(13) entfernt. Ein Fühlerlehrenband (0.1 mm Stärke) mit angeschweißter Öse (30) wird von unten durch die Mittelebene des Lastrahmens hindurchgeführt und in die obere Probenhalterung der Kraftmeßdose eingespannt. Der Lastrahmen bleibt am oberen Adapter (siehe Abb. 3.1) in der Zugprüfmaschine eingebaut. Die beiden Wheatstone'schen Vollbrücken der Kraftmeßdose werden mit Hilfe der Potentiometer am Verstärker auf Null abgeglichen. Mittels einer Datenerfassung werden die Brückenspannungen der beiden Wheatstone'schen Vollbrücken kontinuierlich aufgezeichnet. Während dieser Aufzeichnung werden nacheinander unterschiedlich schwere Kalibriergewichte in die Öse des eingespannten Fühlerlehrenbandes (30) eingehängt. Den Verlauf der Verstärkerspannung über der Zeit bei unterschiedlichen Belastungen (angehängten Gewichten) zeigt Abb. 3.13.

Um die Entwicklungsschritte der Kraftmessung zu erläutern, wurde neben der anfänglich benutzten Kraftmeßdose aus Stahl die Kalibrierkurven der zur Zeit verwendeten Kraftmeßdose aus der Aluminiumlegierung 2024 dargestellt. Die beiden entwickelten Kraftmeßdosen unterscheiden sich sowohl im Material als auch in der Anordnung und im Typ der verwendeten DMS, wie es der Abb. 3.13 zu entnehmen ist.

Aus dem Kalibrierdiagramm der ursprünglichen Kraftmeßdose (Abb. 3.13 links) wird deutlich, daß bei Entlastung der Kraftmeßdose durch Wegnehmen der Kalibriergewichte die Brückenspannung³ nicht auf Null zurück geht. Dieses Artefakt kann auf folgende Ursachen zurückgeführt werden:

- Inelastische Deformation des Kraftmeßdosenmaterials
- Kriecheinflüsse in der Klebeschicht zwischen den Dehnungsmeßstreifen und den Kraftmeßdosenbrücken
- Drift des Verstärkersignals aufgrund von Temperaturschwankungen

Es konnte nachgewiesen werden, daß das Verstärkersignal bei totaler Entlastung der Kraftmeßdose über der Zeit konstant war. Dies widerspricht aber dem Punkt der thermischen Drift

³Die unterschiedlichen Spannungsplateaus zwischen der Brückenausgangsspannung von vorderer und hinterer Kraftmeßdosenhälfte bei gleicher Belastung sind auf die unterschiedlichen Meßbereiche der Verstärker zurückzuführen. Da diese Verstärkermeßbereiche nach der Kalibration nicht verändert wurden, haben die Unterschiede keinen Einfluß auf die Umrechnung von erhaltenen Spannungswerten in dementsprechende Kraftwerte.

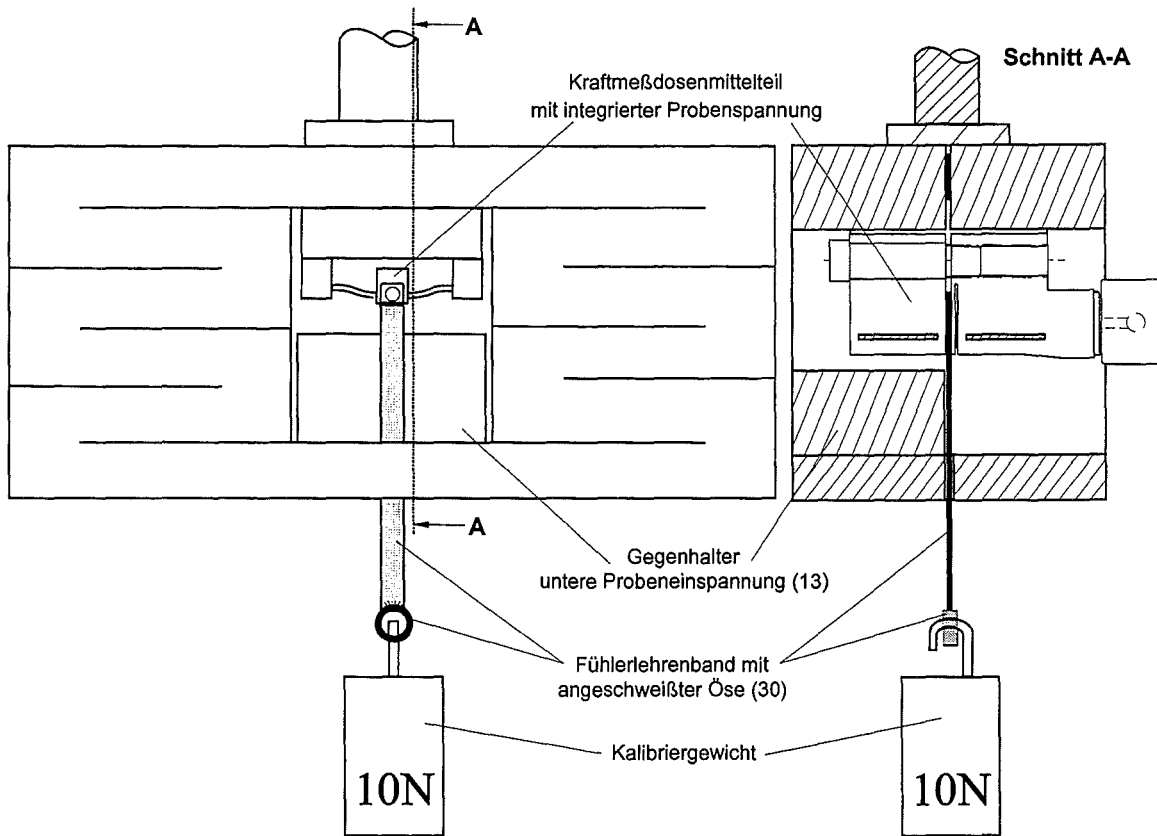


Abb. 3.12: Kalibration der Kraftmeßdose mittels eines aus dem Lastrahmen nach unten herausgeführten Fühlerlehrenbandes und angehängten Gewichten.

aufgrund der in dem gemessenen Zeitraum aufgetretenen Temperaturschwankungen im Labor. Zudem benötigt ein monotoner Zugversuch mit einer Traversengeschwindigkeit von $2\mu\text{m/s}$ weniger als 60s bis zum Bruch der Mikroprobe. Die Einflüsse der Temperaturschwankung innerhalb dieser kurzen Versuchszeit sind zu vernachlässigen. In einer weiteren Untersuchung wurde der Langzeiteinfluß der Kraftmeßdose auf eine konstante Belastung getestet. Hierbei wurde ein Gewicht von 200g in die Öse des Fühlerlehrenbandes eingehängt und die Kraftmeßdose über einen längeren Zeitraum mit der Gewichtskraft beaufschlagt. In Abb. 3.14 sind die Ausgangsspannungen der DMS der belasteten Kraftmeßdosenteile über der Zeit aufgetragen. Die Kraftmeßdose wurde nach 600s mit einem Gewicht von 200g belastet. Nach 5 Stunden und 30 min. wurde der Versuch abgebrochen.

In Abb. 3.14 links (Kraftmeßdose aus Stahl) ist eine starke Drift des Verstärkersignals nach einer Belastungszeit von $1.5 \cdot 10^3$ s nach dem Einhängen des Gewichtes in die Öse des in die Kraftmeßdose eingespannten Fühlerlehrenbandes zu erkennen. Bei der neuen Kraftmeßdose aus einer AlCuMg2-Aluminiumlegierung 2024 (Skizze siehe rechts in Abb. 3.14) ist diese Drift vernachlässigbar klein. Mit Hilfe von Finite Elemente Simulationen zum Verformungsverhalten der Kraftmeßdose konnte zusätzlich zur Materialänderung, der optimale Platz zur Applikation der Dehnungsmeßsteifen auf den Kraftmeßdosenbrücken ermittelt werden. Die Kraftmeßdose

Stahl 1.4301

Al 2024

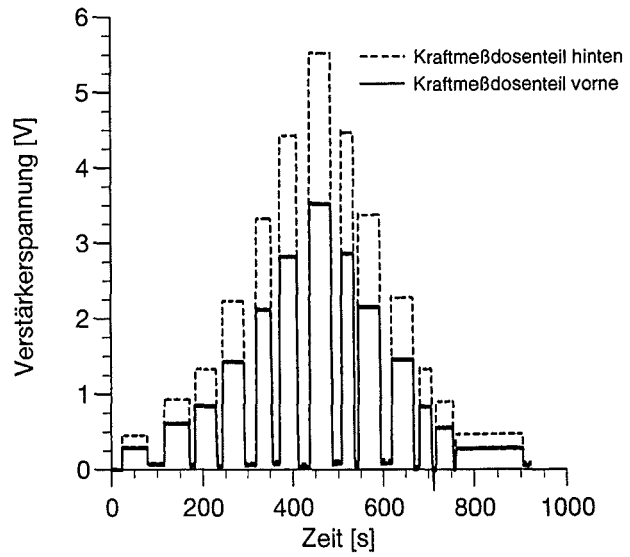
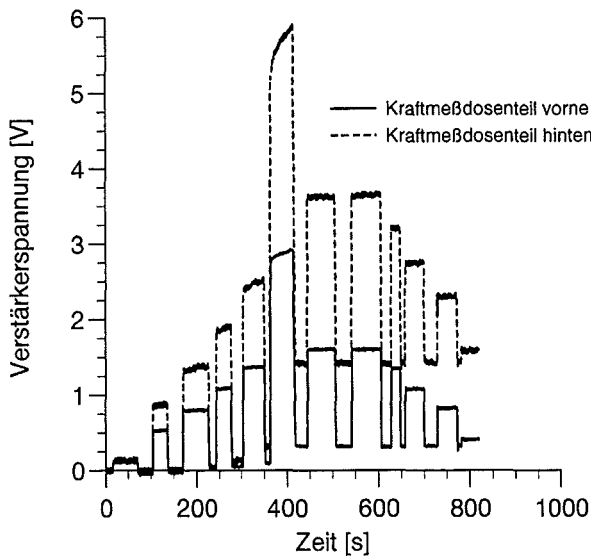
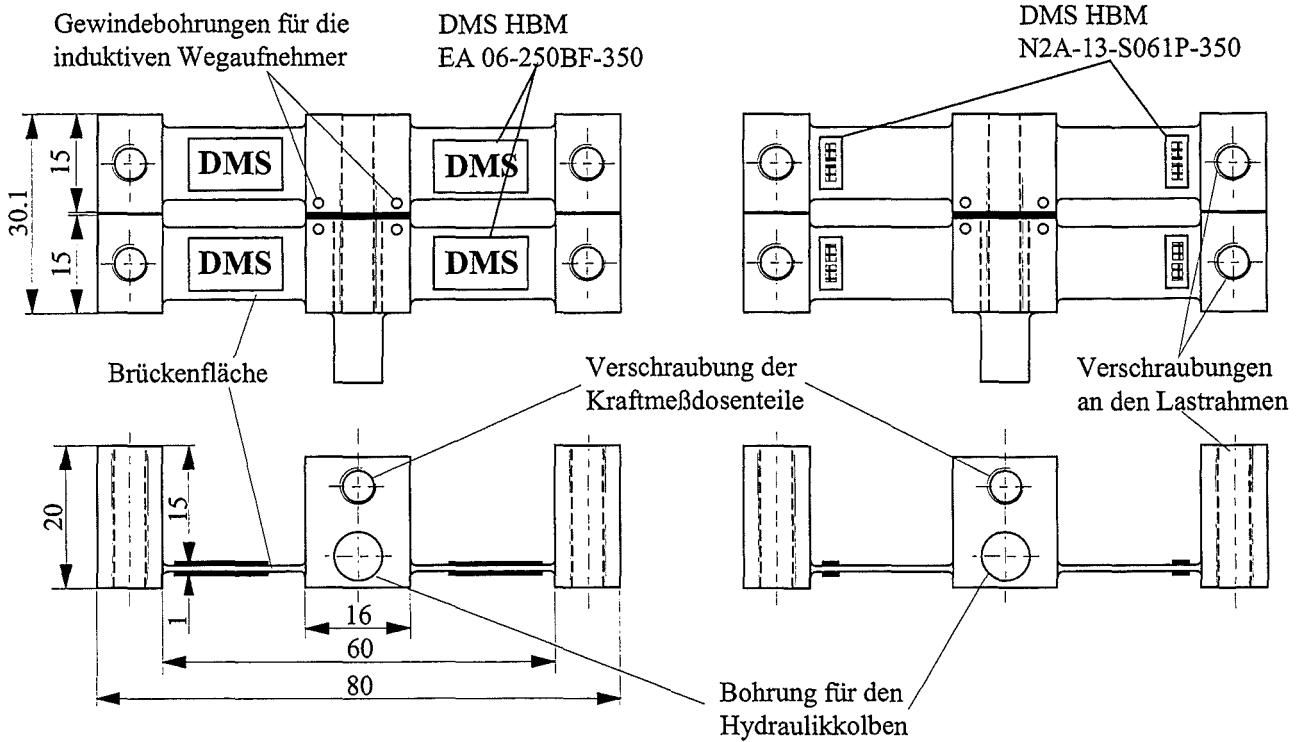


Abb. 3.13: Links oben: Drauf- und Seitenansicht des ersten Kraftmeßdosensprototypen aus Stahl. Rechts oben: Drauf- und Seitenansicht der momentan verbauten Kraftmeßdose aus einer Aluminiumlegierung. Unten: Kalibrationsverlauf der Brückenspannung über der Zeit bei Belastung mit unterschiedlichen Kalibriergewichten (links Kraftmeßdose aus Stahl, rechts aus einer Aluminiumlegierung).

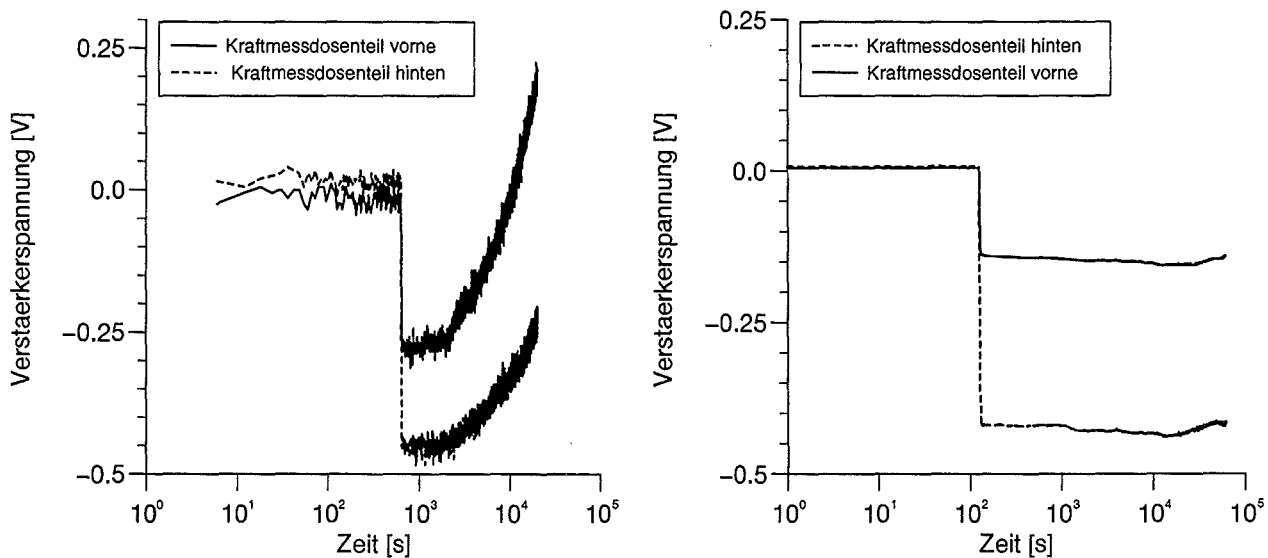


Abb. 3.14: Spannungsverlauf der Verstärkerausgangsspannung der Dehnungsmeßstreifen bei konstanter Belastung der Kraftmeßdose mit einer Gewichtskraft von 2N (links: Kraftmeßdose aus Stahl, rechts: Modifizierte Kraftmeßdose aus Aluminiumlegierung).

wurde vereinfacht modelliert. Die hydraulische Probeneinspannung wurde nicht in dem Modell berücksichtigt. Das dreidimensionale FE-Netz besteht aus 792 Volumenelementen und 4768 Knoten. Die Knotenverschiebungen der oberen Flächen der seitlichen Quader der Kraftmeßdosenteile wurden in allen Freiheitsgraden unterbunden. Dies entspricht dem Verschrauben der Kraftmeßdosenteile in den Lastrahmen. Zwischen dem vorderen und dem hinteren Kraftmeßdosenteil wurde ein Volumenelement der gleichen Querschnittsfläche einer Mikroprobe modelliert und mit beiden Kraftmeßdosenteilen vernetzt. An diesem Quader wurde der Kraftmeßdosensverbund (vorderer und hinterer Teil) mit einer Flächenlast von 250 MPa belastet. Diese Belastung entspricht einer resultierenden Zugkraft von 2.5 N. Die Berechnungen wurden rein elastisch mit dem FE-Code ABAQUS durchgeführt. Es wurde ein der Aluminiumlegierung 2024 entsprechender Elastizitätsmodul von $E=70000$ MPa[45] bei einer Querkontraktionszahl von $\nu = 0.3$ in den Berechnungen verwendet. In Abb. 3.15 wird die Deformation des Kraftmeßdosensverbundes 50-fach überhöht dargestellt. Ebenso werden die Bereiche maximaler Längsdehnung auf den Kraftmeßdosensbrücken sichtbar (helle Bereiche). Genau auf diese Bereiche wurden später Dehnungsmeßstreifen mit einem speziellen warmhärtendem Klebstoff appliziert.

Der Meßbereich konnte mit Hilfe dieser Modifikation (Wahl kleinerer DMS und Applikation auf die Bereiche maximaler Längsdehnungen auf den Kraftmeßdosensbrücken) empfindlicher gestaltet werden. Wie in Abb. 3.14 gezeigt werden konnte, hat sich die Materialauswahl und

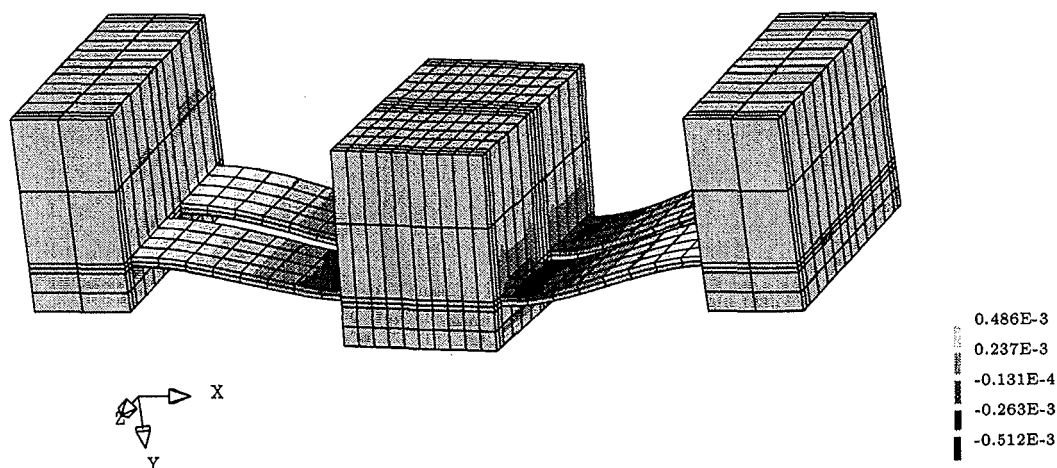


Abb. 3.15: Längsdehnungen auf der Kraftmeßdosenoberfläche bei einer Belastung in z-Richtung von 50N. (Die Verformung der Kraftmeßdose wurde 50-fach überhöht dargestellt.)

die Position der Dehnungsmeßstreifen auf den Kraftmeßdosenbrücken hinsichtlich der Stabilität des Verstärkersignals bei konstanter Belastung positiv ausgewirkt. Es konnte ein reversibles Verformungs- bzw. Signalverhalten erreicht werden. Auch im Bereich der Dauerbelastung zeigte die modifizierte Kraftmeßdose aus einer Aluminiumlegierung der Bezeichnung 2024 eine geringere Kriechneigung als bei der Kraftmeßdose aus Stahl.

3.2.3 Ermittlung der Umrechnungsfaktoren

Aus den Kalibrationsverläufen (Abb. 3.13) werden den Spannungsplateaus der Verstärkerausgangsspannungen die entsprechenden Gewichtskräfte zugeordnet. Werden diese Wertepaare in einem xy-Diagramm dargestellt, so erhält man die Kalibrationskurven für beide Kraftmeßdosenbrücken (siehe Abb. 3.16 rechts). Deutlich zu erkennen ist der lineare Verlauf zwischen der Gewichtskraft, welche die Kraftmeßdose verformt und der sich daraus ergebenden Verstärkerausgangsspannung. Aus diesen Geraden wird mittels zweier Stützpunkte aus der Geradengleichung die Geradensteigung errechnet. Diese Geradensteigung entspricht dem Umrechnungsfaktor mit welchem die gelieferte Verstärkerausgangsspannung während eines Versuches multipliziert wird. Die computergesteuerte Datenerfassung zeigt somit die an der Mikrozugprobe anliegenden Kräfte direkt an.

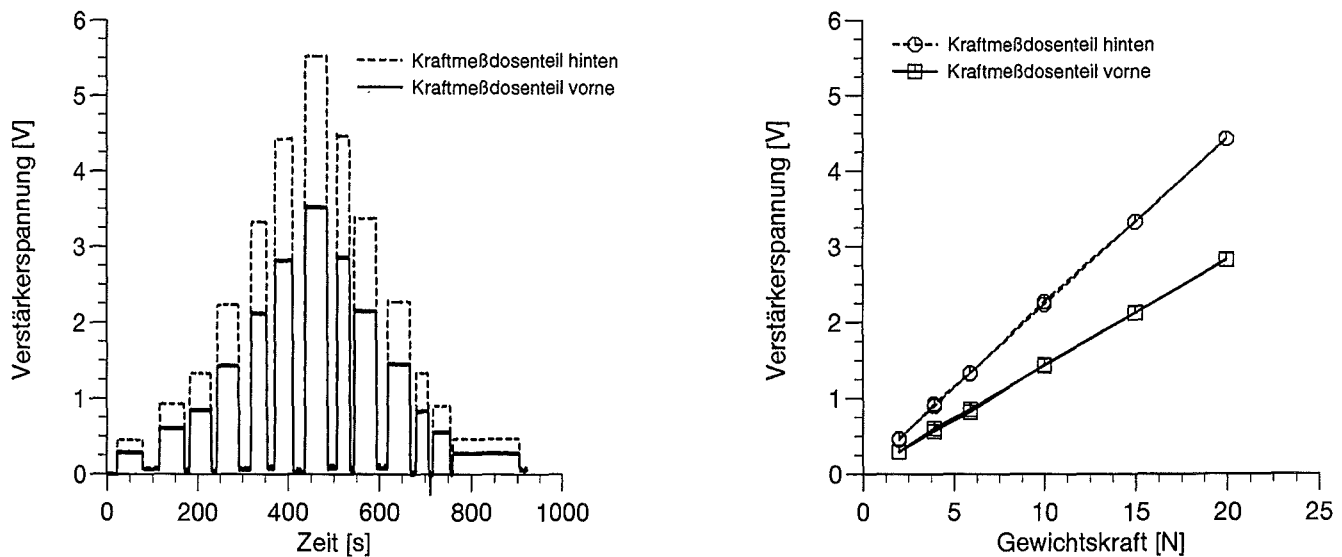


Abb. 3.16: Ermittlung der Kalibrationsfaktoren mittels der zugeordneten Wertepaare aus der an der Kraftmeßdose angehängten Gewichtskraft und den sich daraus ergebenden Verstärkerausgangsspannungswerten.

3.3 Probeneinspannung

Grundsätzlich ist anzumerken, daß der Probeneinbau den problematischsten Part des Probenhandlings darstellt. Hierbei muß präzise gearbeitet und darauf geachtet werden, daß die Probe nicht vordeformiert oder gar zerstört wird. Aufgrund ihrer Abmessungen sind die Mikroproben nicht sehr stabil gegen Biegeeinflüsse. Jegliches Anecken der Probe beim Einbau führt unweigerlich zu einer Verformung. Um dies zu verhindern wird zum Einbau der Mikroprobe der gesamte Lastrahmen aus der Prüfmaschine entnommen und horizontal auf einer speziellen Unterlagen abgelegt. Auf den Gegenhalter der unteren Probeneinspannung (Teil (13) in Abb. 3.5) wird die Probe mit einer Pinzette aufgelegt. Danach wird die Probe auf dem Gegenhalter zwischen dem hinteren Kraftmeßdosenteil und der Klemmlippe des vorderen Kraftmeßdosenteils gezogen und ausgerichtet. Die Probe wird am oberen Ende hydraulisch mit einem leichten Druck geklemmt (siehe Abschnitt 3.3.1). Diese leichte Klemmung dient dem Fixieren der Probe beim Wiedereinbau des Lastrahmens in die Prüfmaschine. Hierbei ist zu beachten, daß die Probe am unteren Teil frei und nicht mit der mechanischen Probenklemmung (siehe Abschnitt 3.3.2) im Lastrahmen eingespannt ist. Beim Einbau des Lastrahmens in die Prüfmaschine werden die am Lastrahmen angeflanschten Kardangelenke mit den Zugstangen der Prüfmaschine verschraubt. Dabei können je nach Stellung des Aktors der Prüfmaschine Zug- oder Druckkräfte auf den Lastrahmen wirken. Wäre die Probe sowohl in der Kraftmeßdose als auch am Gegenhalter (13 in Abb. 3.5) geklemmt, würden die durch den Einbau hervorgerufenen Zug- oder Druckkräfte über den Lastrahmen die Probe vordeformieren. Das weitere Vorgehen der Probeneinspannung wird in den folgenden zwei Kapiteln näher beschrieben.

3.3.1 Hydraulische Probenspannung

Ist die Probe an ihrem vorgesehenen Platz im ausgebauten Lastrahmen, wird sie in der Kraftmeßdose hydraulisch mit einem geringen Druck geklemmt. Diese Klemmung soll die Probe wie im vorhergehenden Abschnitt beschrieben, während des Einbaus des Lastrahmens an ihrem Platz halten. Abb. 3.17 zeigt wie über die Deformation einer Klemmlippe die eingespannte Probe an die hintere Kraftmeßdose gedrückt wird.

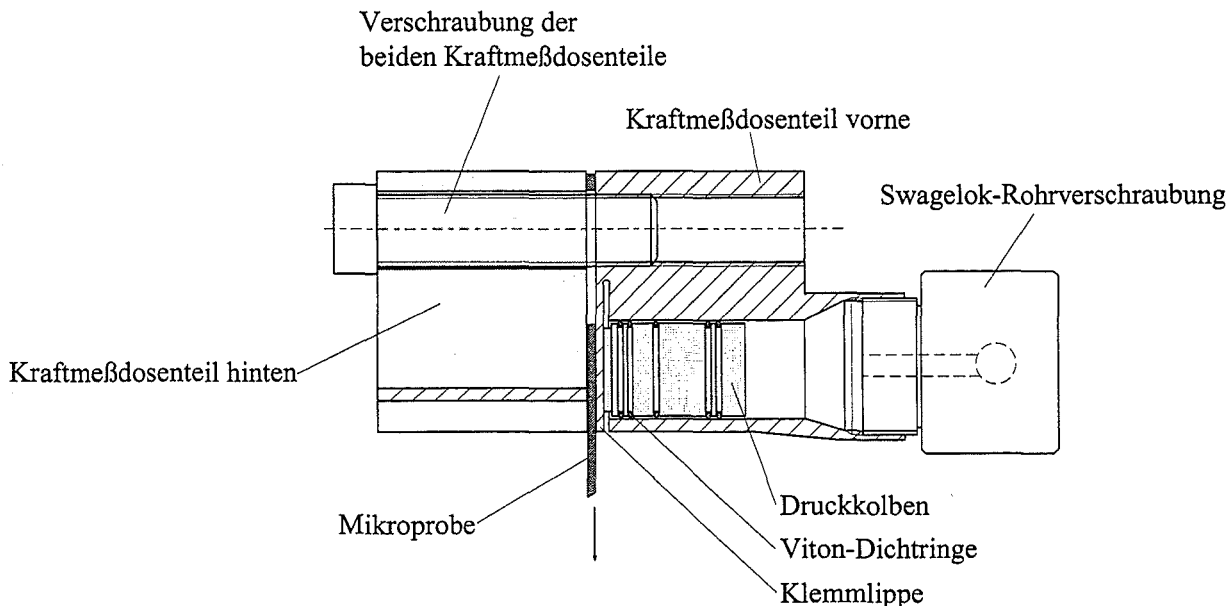


Abb. 3.17: Hydraulische Probenklemmvorrichtung in der Kraftmeßdose.

Der Kolbendurchmesser der Klemmvorrichtung beträgt 5 mm. Die Länge des Kolbens und die Anordnung der Dichtringe wurde im Laufe mehrerer Prototypen optimiert, so daß der Kolben gängig und das Hydrauliksystem dicht war. Nach dem Einbau des Druckkolbens wird auf die Kolbenbohrung eine Swagelok-Rohrverschraubung [6] eingepaßt, in welche das Verbindungsrohr zwischen der Druckkammer im Lastrahmen und der Druckkammer in der Kraftmeßdose eingeschraubt wird. Dieses Verbindungsrohr besteht aus Kupfer und besitzt einen Außendurchmesser von 3mm. Um den Einfluß dieses Verbindungsrohres auf die Kraftmeßdosenverformung so klein wie möglich zu machen wurde das Verbindungsrohr wie eine Feder geformt und vor der Montage weichgeglüht.

Mittels Einschrauben der Hydraulikschraube (s. Teil (6) in Abb. 3.5) wird in der Bohrung der oberen Halterung (4) ein Druck aufgebaut. Dieser Öldruck wird durch das Verbindungsrohr an die Druckkammer vor dem Kolben der Klemmvorrichtung weitergeleitet. Dort drückt der Kolben die Klemmlippe gegen die Mikroprobe und klemmt diese zwischen dem hinteren Kraftmeßdosenteil und der Klemmlippe fest. Die Einschraubtiefe der Hydraulikschraube (6) ist ein Maß für den Hydraulikdruck. Um eine reproduzierbare Versuchsdurchführung zu erhalten, werden die Mikroproben mit dem gleichen Anpreßdruck gespannt wie das Fühlerlehrenband mit Öse bei der Kalibration der Kraftmeßdose (siehe Abschnitt 3.2.2). Dazu wird

die Hydraulikschraube bei allen Versuchen gleich tief eingeschraubt. Ist die Mikroprobe in der Kraftmeßdose mit einem niedrigen Hydraulikdruck verklemmt, wird der gesamte Lastrahmen wieder in die Prüfmaschine eingebaut. Danach folgt die mechanische Probenspannung gegen den Gegenhalter der unteren Probeneinspannung (13).

3.3.2 Mechanische Probenspannung

Ist der Lastrahmen in der Prüfmaschine eingebaut, so wird die untere Probeneinspannung (Teil (12) in Abb. 3.5) mit Hilfe der Paßstifte (22),(24) in den Gegenhalter der unteren Probeneinspannung (13) eingepaßt und leicht an die Mikroprobe angedrückt. Im folgenden wird der hydraulische Druck der oberen Probenklemmung gelöst und die Mikroprobe über die Klemmlippe von (12) mit der Klemmschraube (25) an den Gegenhalter der unteren Probeneinspannung (12) gedrückt. Danach wird die Probe drehmomentenfrei über die Hydraulik in der Kraftmeßdose mit dem gleichen Druck wie bei der Kalibrierung der Kraftmeßdose geklemmt.

Mit dieser Vorgehensweise wird ausgeschlossen, daß beim Anziehen der unteren Probeneinspannung auf die Mikroprobe ein Drehmoment übertragen wird.

3.3.3 Einfluß der hydraulischen Probenspannung auf die Kraftmessung

Mit dem Einbau der Probeneinspannung in die Kraftmeßdose besteht die Gefahr der Probenverformung während des Klemmprozesses. Es muß gewährleistet werden, daß im Zuge der Probenspannung die Kraftmeßdose und mit ihr die eingespannte Mikroprobe nicht verformt wird. Dazu mußte der Hydraulikdruck, welcher über die Schraube (siehe Abb. 3.5) im Lastrahmen aufgebracht wird, limitiert und ein Druckoptimum eingestellt werden, bei welchem die Probe noch mit ausreichender Kraft geklemmt wird. Ein Klemmen der Mikroprobe mit zu großem Druck bewirkt ein auseinanderdrücken der Kraftmeßdosenhälften in der Mittenebene. Die geklemmte Probe wird verformt. Diese Verformung kann mit Hilfe der beiden diagonal angeordneten induktiven Wegaufnehmern (21) detektiert werden. Das Druckoptimum wird mit einer bestimmten Position der Hydraulikschraube, über welche der Druck erzeugt wird, identifiziert und bei allen Folgeversuchen zur Klemmung der Probe wieder eingestellt. Diese Position der Hydraulikschraube entspricht einer bestimmten Anzahl von Umdrehungen der Schraube beim Einschrauben in die Bohrung, in welcher der Öldruck aufgebaut wird. Anzumerken wäre hierbei noch, daß mit der Position der Hydraulikschraube, bei welcher die Kalibrierung der Kraftmeßdose erfolgte, alle nachfolgenden Experimente durchgeführt wurden. Dieses Vorgehen war notwendig, da bei einem stärkeren oder schwächeren Klemmdruck die Verspannungen in der Kraftmeßdose und dem Verbindungsrohr zu anderen Kalibrierergebnis-

sen und somit zu einer falschen Kraftmessung führen würden. Da das gesamte Meßsystem mit dem gleichen Druck im Hydrauliksystem wie während der Zugversuche kalibriert wird und bei den kleinen Deformationen der Kraftmeßdosenbrücke von einem elastischen Verhalten des Verbindungsrohres ausgegangen werden kann, wird der Einfluß des Verbindungsrohres auf die Kraftmessung eliminiert.

3.4 Interne Wegmessung

Im folgenden werden die Wegmeßsysteme beschrieben, die zur Verformungsmessung der Mikroprobe verwendet wurden. An Makroproben wurde zusätzlich ein Lasermeßsystem verwendet (siehe Abschnitt 5.6.1).

3.4.1 Das induktive Wegmeßsystem

In die Kraftmeßdose können bis zu vier induktive Wegaufnehmer eingeschraubt werden. Wie in Abb. 3.13 zu sehen ist, sind vier Bohrungen im Kraftmeßdosenmittelteil so angebracht, daß sie in der Nähe der Mittelebene liegen, in welcher auch die Mikroprobe geklemmt wird. Die induktiven Aufnehmer sind im Rechner der Datenerfassung so verknüpft, daß die Signale von zwei diagonal liegenden induktiven Aufnehmern subtrahiert werden. Ändern sich die beiden ermittelten Werte bzw. deren Differenz nicht, kann von einem uniaxialen Experiment ausgegangen werden. Bei Signalveränderungen wird ein unerwünschter, dem Zugexperiment überlagerter, Biegeanteil sofort angezeigt. Das Experiment kann nicht zur Datenermittlung verwendet werden. Zur Messung der Traversenverschiebung (Verlängerung der gesamten Probe zwischen den Einspannstellen) können diese induktiven Wegaufnehmer nicht verwendet werden. Aufgrund der Platzverhältnisse im Gegenhalter der unteren Probeneinspannung war es nicht möglich die Spulenringe des induktiven Meßsystems in der Nähe der unteren Probeneinspannung zu plazieren. Wie in Abb. 3.4 zu sehen, werden die Spulenringe (20) von unten in den Lastrahmen eingeführt und fixiert. Die Spulenkerne sitzen auf Gewindestangen (21), welche wiederum in die Kraftmeßdose eingeschraubt werden. Gemessen wird die Verschiebung des Spulenringes gegenüber dem Spulenkern. Aufgrund der Position des Spulenringes wird hierbei nicht nur die Verformung der Probe registriert, sondern additiv überlagert auch die Verformung des Gegenhalters der unteren Probeneinspannung (siehe Teil(13) in Abb. 3.5, der Verschraubung (17) von (13) mit dem Lastrahmen und des Lastrahmens in Zugrichtung bis zur Einspannung des Spulenringes. Zur Messung der Probenverlängerung der Mikroprobe zwischen den Einspannstellen wurde ein weiteres Wegmeßsystem in den Gegenhalter der unteren Probeneinspannung installiert (siehe Abschnitt 3.4.2). Das induktive Wegmeßsystem wurde ausschließlich zur Erkennung einer eventuell auftretenden Biegung der Mikroprobe eingesetzt.

3.4.2 Ermittlung der Traversenverschiebung zwischen den Einspannstellen der Mikroprobe

Zur Messung der Probenverlängerung zwischen den Einspannstellen wurde ein zweites unabhängiges Meßsystem in das Prüfsystem eingebaut. Verwendet wurde ein Wirbelstromsensor, welcher den Abstand zwischen einem ferromagnetischen Objekt (in unserem Fall der hintere Teil der Kraftmeßdose) und dem Sensor nach geeigneter Kalibration messen kann. Eingebaut wurde der Sensor mittig unterhalb des hinteren Kraftmeßdosenmittelteils in den Gegenhalter der unteren Probeneinspannung (13), (siehe Abb. 3.18). Der maximale Meßbereich dieses Sensors beträgt 0.5mm bei einer Auflösung von $\pm 0.1\mu\text{m}$ [42].

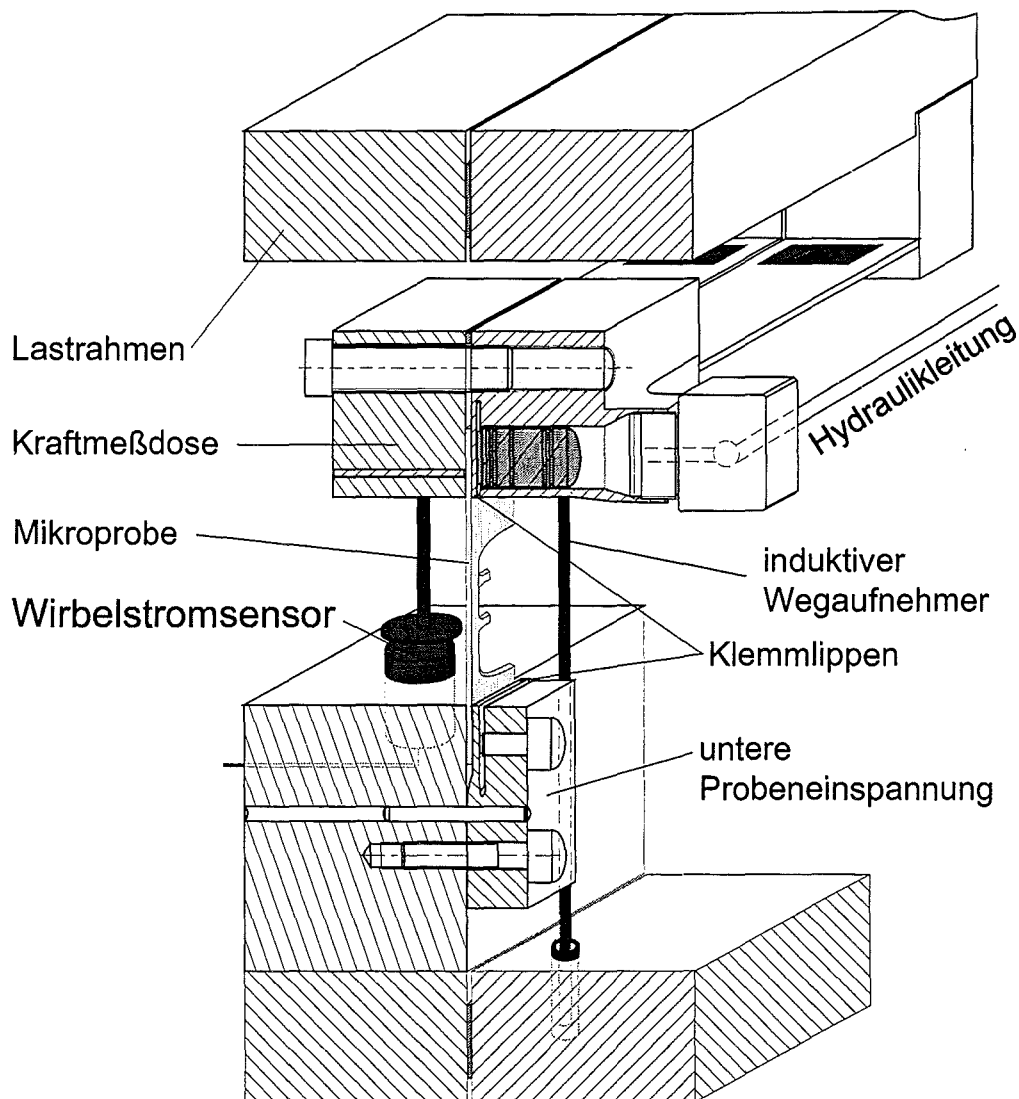


Abb. 3.18: Schematische Skizze zur Erläuterung der Wegmeßsysteme, wie sie im Lastrahmen verbaut sind.

3.4.3 Berührungsloses optisches Wegmeßsystem zur Ermittlung der Dehnung der Mikroprobe

Wie in Abschnitt 2.2.2 erwähnt wurde, konnte aufgrund der kleinen Probenabmessungen eine herkömmliche Messung der Probenverlängerung im Gleichmaßbereich mittels eines Extensometers oder Dehnungsmeßstreifen nicht erfolgen. Jegliche Berührung würde die Mikroprobe deformieren oder gar zerstören. Die einzige Möglichkeit die Probenverlängerung im Gleichmaßbereich zu messen, liegt somit in einer berührungslosen Meßeinrichtung. Gesucht wurde ein Meßsystem, bei welchem das Ausgangssignal der Probenverlängerung nach digitaler Bearbeitung als analoges Steuersignal der Prüfmaschine verwendet werden kann. Im Anfangsstadium des Aufbaus der Prüfmaschine wurden mehrere berührungslose Meßsysteme erprobt. Aufgrund der aufwendigen Datenverarbeitung und der hohen Kosten wurde ein Meßsystem der Bildanalyse über eine Kamera und eine entsprechende Software nicht in Betracht gezogen. Die erprobte Methode der Wegmessung über einen Laser Scanner [30] scheiterte an der Meßgenauigkeit und der problematischen Justierung des Lasers. Zur Messung der Probenverlängerung wurde schließlich ein lichtoptisches System der Fa. Zimmer [61] verwendet. Das Meßsystem arbeitet nach einem Kantendetektionsverfahren, bei welchem Übergänge zwischen Hell/Dunkel- und Dunkel/Hell-Feldern erfaßt werden. In Abb. 3.19 wird der schematische Meßaufbau gezeigt.

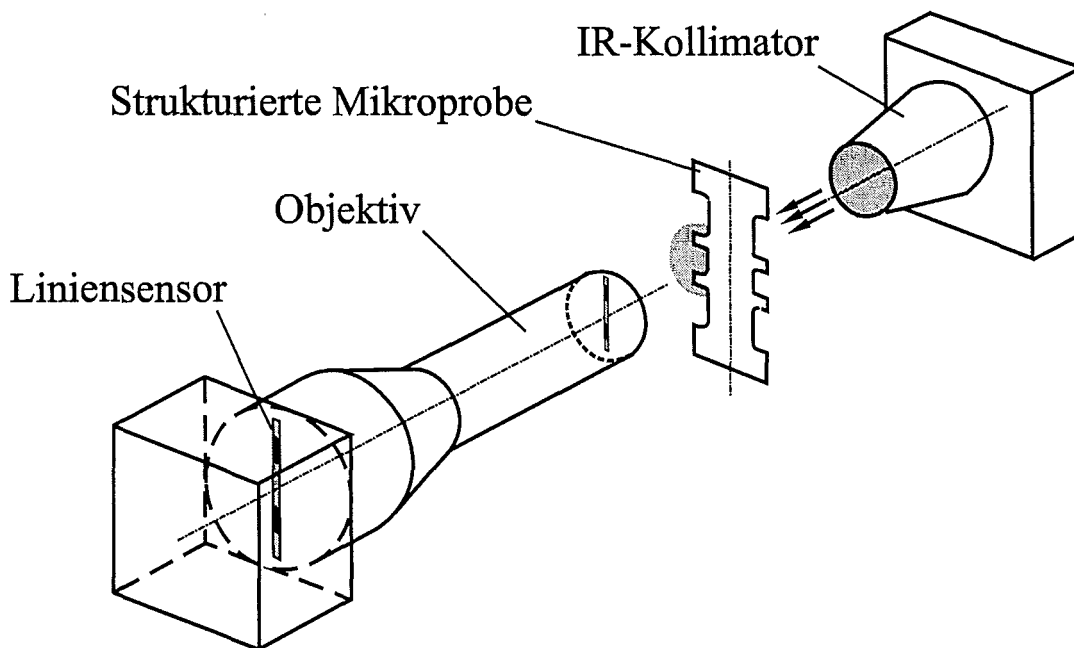


Abb. 3.19: Berührungsloses optisches Meßsystem zur Erfassung der Probenverlängerung im Gleichmaßbereich der Mikroprobe.

Gemessen wird nach einem digitalen Linienabtastverfahren mit einer Auflösung von 5000 Pixeln. Mit dem verwendeten Objektiv besitzt die Einrichtung in der Brennebene des Lichtstrahles einen Meßbereich von 2.5mm, woraus sich eine Auflösung von $0.5\mu\text{m}$ errechnen läßt.

Die Scanrate beträgt 1800 Scans pro Sekunde. Die Beleuchtung erfolgt mittels eines Infrarot Collimators mit der Wellenlänge von 720nm.

Die Sensorfelder (Pixel) des Liniensensors benötigen zum Ansprechen (O/I-Sprung) eine quantifizierte Lichtmenge. Mit der oben genannten Scanrate wird digital abgefragt, welche der Sensorfelder diese Lichtmenge erhalten und welche nicht. Die Elektronik des Meßsystems erkennt somit jegliche im Sensorfeld befindlichen Objekte, die einen Bereich (einige Pixel) dieses Liniensensors abschatten. Ebenso werden die I/O bzw. O/I-Sprünge als Kanten der Objekte erkannt. Elektronisch wird lediglich der erste im Sensorfeld auftauchende I/O-Sprung und der letzte im Sensorfeld vorhandene O/I-Sprung weiterverarbeitet. Jedem einzelnen Sensorfeld wird respektive seiner Position im Liniensensor ein definierter Spannungswert⁴ von 0-10V zugeordnet. Wird z.B. ein zylindrischer Körper von oben nach unten durch das Lichtfeld bewegt, so wird dieser Körper auf dem Liniensensor abgebildet. Entsprechend dem Durchmesser des Körpers wird im Mittel immer die gleiche Anzahl an Sensorfeldern abgeschattet. Ab dem Zeitpunkt, ab welchem der zylindrische Körper vollständig auf dem Liniensensor abgebildet wird, kann die Elektronik dem ersten I/O-Sprung (obere abgebildete Kante des Körpers) bzw. letzten O/I-Sprung (untere abgebildete Kante des Körpers) einen der Position der abgebildeten Kante entsprechenden Spannungswert zuordnen. Diese beiden analogen Spannungswerte können voneinander subtrahiert werden, wobei der sich ergebende analoge Spannungswert dem Durchmesser des zylindrischen Körpers entspricht. Unter Verwendung von Mikroproben mit Markierungen wie der in Abb. 3.19 gezeigten, wird die obere Kante der oberen Probenmarkierung (Hell/Dunkel-Kontrast=I/O-Sprung) und die untere Kante der unteren Probenmarkierung (Dunkel/Hell-Kontrast=O/I-Sprung) detektiert. Nach einer Kalibration der Meßeinrichtung mit zylindrischen Kalibrierkörpern⁵ kann somit kontinuierlich die Distanz zwischen den äußeren Kanten der Probenmarkierungen gemessen werden. Mit

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (3.4)$$

kann somit die Dehnung im Gleichmaßbereich⁶ berechnet werden.

Zur Verwendung dieser Meßeinrichtung mußte eine Probengeometrie mit geeigneten Meßkanten entwickelt werden (siehe Abschnitt 4.3). Um den Ausbau des Lastrahmens zur Probenmontage zu ermöglichen, wurde die Meßeinrichtung auf einer Platte verschraubt, welche auf einem Linearversteller sitzt. Der Linearversteller wiederum wird an einer Maschinsäule verschraubt und parallel zur Achse der Maschine ausgerichtet. Dieser Linearversteller mit

⁴Das erste Sensorfeld (0µm-0.5µm) erhält den Spannungswert 0V und das am anderen Ende des Liniensensors liegende Sensorfeld (2499.5µm-2500µm) den Spannungswert 10V.

⁵Als Kalibrierkörper wurden Spritzennadeln aus der Medizin verwendet. Die Durchmesser dieser Nadeln wurden sowohl mechanisch (Mikrometerschraube) als auch optisch (Meßmikroskop) vermessen.

⁶Im folgenden ist der Gleichmaßbereich als der Bereich der Probe definiert, bei welchem ein nahezu einachsiger Spannungszustand vorhanden ist.

Schrittmotor ermöglicht das Auf- und Absenken der gesamten Meßeinrichtung. Diese Höhenverstellung dient zur Justierung des im Meßgerät verbauten Liniensensors auf die Probenmitte. Dadurch kann der maximale Meßbereich genutzt werden und es ist gewährleistet, daß durch eine korrekte Positionierung der Meßeinrichtung keine der detektierten Kanten während des Zugversuches aus dem Meßbereich läuft.

4 Proben

Im Laufe der Entwicklung des Lastrahmens wurden unterschiedliche Probenformen in Zusammenarbeit mit dem IMT diskutiert¹. Es wurde festgelegt, daß die Strukturhöhe der Probengeometrie maximal $200\mu\text{m}$ betragen soll. Dieser Wert liegt in einem Bereich, in welchem die meisten Mikrosystemkomponenten mit ihren Strukturhöhen angesiedelt sind. Für die Probenform waren wegen der Verwendung der LIGA-Technik zur Probenherstellung (Abschnitt 4.1.1) Flachproben vorgegeben. Die Probenform hat sich im Laufe der Entwicklung des Prüfsystems kontinuierlich verändert. Die endgültige Probenform zur Bestimmung des Materialverhaltens von LIGA-Materialien wurde an das verwendete Meßsystem (siehe Abschnitt 3.4.3) angepaßt.

4.1 Probenherstellung

Wie in Abschnitt 2 erwähnt, besitzt die Herstellungsmethode bzw. das sich aus der Herstellung ergebende Materialgefüge einen großen Einfluß auf das Werkstoffverhalten. Die folgenden Abschnitte zeigen zwei mögliche Herstellungsmethoden von Mikroproben, wie sie in dieser Arbeit verwendet werden.

4.1.1 Herstellung von LIGA-Mikrozugproben

Die Probenherstellung mittels der LIGA-Technik [4], [14] wird schematisch in Abb. 4.1 am Beispiel einer Einstegprobe gezeigt. Sieht man von der Maskenherstellung und der Formgebung ab, so stellt die LIGA-Technik einen Galvanisierprozess von Metallen dar.

Mit dieser Herstellungstechnik können Mikrostrukturen mit großen Aspektverhältnissen produziert werden. Wie im ersten Schritt der Abb. 4.1 gezeigt, wird zur Belichtung eines Resistes aus Polymethylmetacrylat (PMMA) eine hochintensive parallele Röntgenstrahlung aus einem Synchrotron verwendet. Dieser Resist wurde zuvor auf einen, mit einer Titanoxidschicht besputterten, Siliziumwafer aufgebracht. Die Bestrahlung des Resistes führt zu Kettenbrüchen in der Polymerstruktur des PMMA und somit zu einer Senkung des Molekulargewichtes [52]. Diese bestrahlten Resistteile können im nächsten Schritt in einer Entwicklerlösung selektiv aufgelöst werden. Die Geometrie wird durch die Absorberstruktur auf der im Strahlengang liegenden Maske, bzw. deren Schattenwurf bestimmt. Im nächsten Schritt wird der erzeugte

¹Die Herstellung der LIGA-Mikroproben erfolgte im Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT). Verantwortlich für die Projektierung waren die Herren Dr. M. Hecke und Dr. K. Feit.

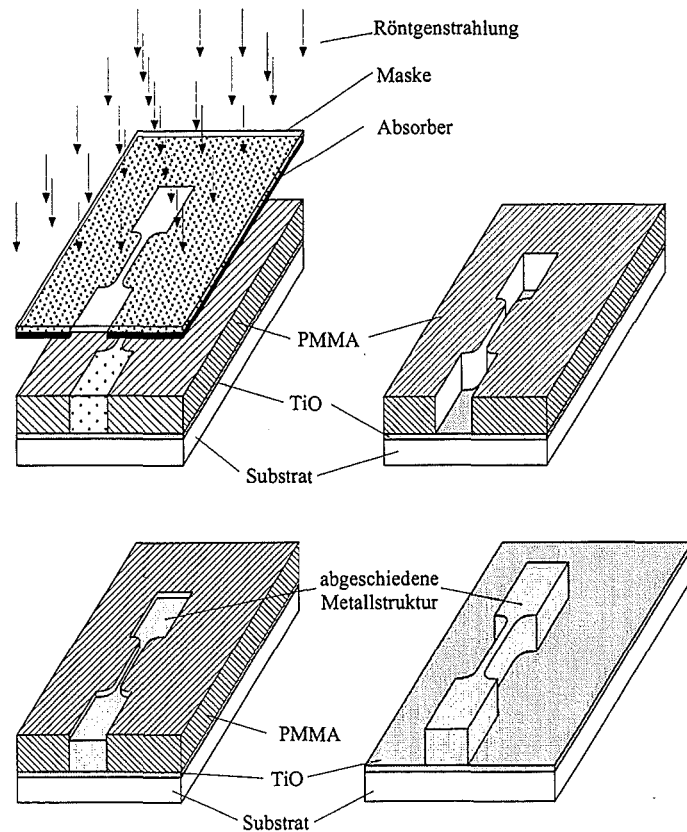


Abb. 4.1: Schematischer Ablauf der Herstellung mikrostrukturierter LIGA-Proben

Hohlraum mit einem Metall galvanisch aufgefüllt und anschließend der restliche Resist entfernt. Die Strukturen werden vor dem Auflösen der Titanoxidschicht wie in Abb. 4.1 rechts unten gezeigt auf Strukturhöhe und -breite vermessen. Dieses Vermessen muß für jede einzelne Probe durchgeführt werden, da im Galvanikbad aufgrund des inhomogenen Stromflusses ein sogenannter Badewanneneffekt bei der Abscheidung des Metalls auftritt. Dieser Effekt bewirkt, daß die in Randnähe zum Galvanikbad abgeschiedenen Strukturen höher sind als die Strukturen im Zentrum des Galvanikbades. Nach dem Vermessen der Strukturhöhe wird die Probe durch Wegätzen der TiO-Schicht mit Flußsäure freigelegt. Pro Wafer können so in einem Schritt 46 Mikroprüfkörper hergestellt werden. Abb. 4.2 zeigt einen Siliziumwafer mit den darauf abgeschiedenen Prüfstrukturen vor dem Vermessen der Geometrie. Der eindeutigen Zuordnung wegen, werden jeweils die Proben eines Wafers einer Chargen zugeordnet. Es können somit Einflüsse der Zusammensetzung des Galvanikbades auf das Verformungsverhalten der Strukturen ermittelt und verglichen werden. Aufgrund der Geheimhaltung können die Einflußgrößen des Galvanikbades wie Temperatur, Tensidzusatz, Stromdichte und Badzusammensetzung in den Ergebnissen nicht angegeben werden.

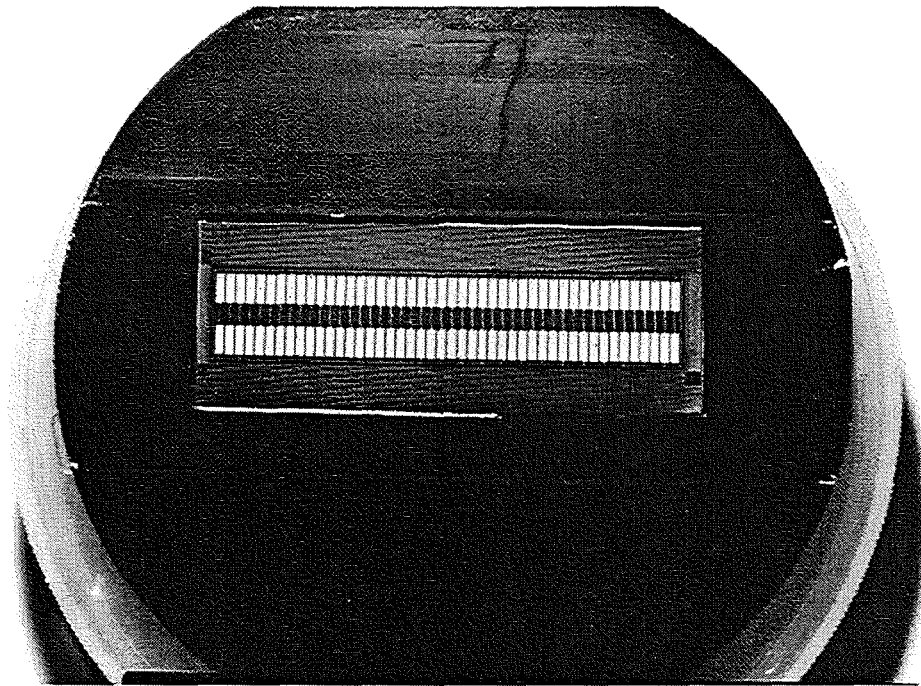


Abb. 4.2: Silizium-Wafer mit strukturierten Nickel-LIGA-Mikrozugproben vor dem Freilegen der Proben durch Unterätzen der TiO-Schicht.

4.1.2 Alternative Herstellung von Mikro- und Makroproben

Wegen der recht aufwendigen und kostenintensiven Herstellung von Zugproben mittels der LIGA-Technik wurden zum Testen und Einrichten der Dehnungsmeßeinrichtung (siehe Abschnitt 3.4.3) Mikrozugproben aus Stahl mittels eines 50W YAG²-Lasers geschnitten. In Zusammenarbeit mit der Fa. Gamer-Feinwerktechnik [18] mußte im Vorfeld der Probenentwicklung ein Material gefunden werden, bei welchem sich sehr feine Konturen mit einem YAG-Laser schneiden lassen. Wünschenswert wären die gleichen Materialien gewesen, wie sie in der LIGA-Produktion der Mikroproben verwendet wurden. Da aber gerade diese Materialien wie Kupfer, Nickel und Gold eine sehr hohe Wärmeleitfähigkeit besitzen, sind sie zur Strukturierung mittels eines YAG-Lasers weniger geeignet. Die Ursache dafür liegt in der zu schnellen Wärmeabfuhr im Schneidpunkt des Lasers, woraus sich eine Erhöhung der Schneidenergie ergibt um die Folie zu trennen. Genau diese erhöhte Energie führt aber zu starken Aufschmelzvorgängen in der Konturrandzone. Markierungen wie sie zur Dehnungsmessung benötigt werden, die eine Breite von $30\mu\text{m}$ und eine Länge von $40\mu\text{m}$ besitzen (siehe Abschnitt 4.1.1), werden beim Schneiden abgebrannt bzw. zeigten eine große Konturrauhigkeit. Um dies zu verhindern konnte nach längerem Testen ein CrNi-Stahl (1.4310) gefunden werden, in welchen die Mikroprobenkontur mit annehmbarer Randkonturrauhigkeit geschnitten werden konnte. Parallel dazu wurden große Flachproben (Makroproben) aus dem gleichen Stahl funkenerosiv geschnitten. Der Nachteil dieser beiden zuletzt genannten Methoden zur Strukturierung von Mikro- und Makroproben

²Festkörperlaser aus Yttrium-Aluminium-Granat mit Neodym dotiert.

gegenüber der Strukturierung mittels der LIGA-Technik wird in Abb. 4.3 deutlich.

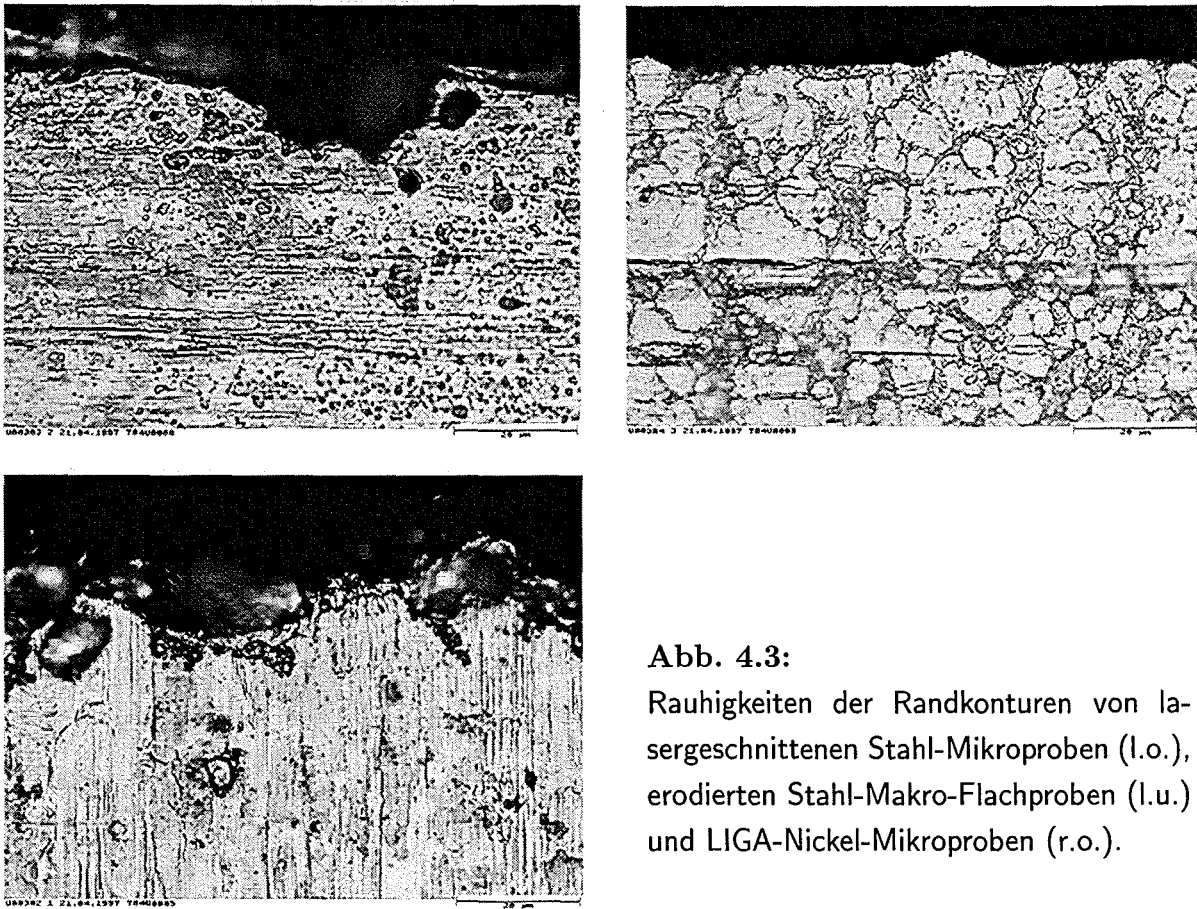


Abb. 4.3:
Rauigkeiten der Randkonturen von lasergeschnittenen Stahl-Mikroproben (l.o.), erodierten Stahl-Makro-Flachproben (l.u.) und LIGA-Nickel-Mikroproben (r.o.).

Die sich ergebenden Randkonturrauhigkeiten der beiden $100\mu\text{m}$ dicken Stahlfolien (lasergeschnitten und erodiert) und einer wärmebehandelten $100\mu\text{m}$ starken Nickel LIGA-Struktur sind in Tabelle 4.1 eingetragen.

	lasergeschnittene Stahlfolie	erodierte Stahlfolie	LIGA-Nickel Struktur
Rauhigkeit der Strukturänder	$26\ \mu\text{m}$	$18\ \mu\text{m}$	$4.5\ \mu\text{m}$

Tabelle 4.1 Rauhtiefe der Strukturkonturen.

4.2 Mikrozugproben

Aus der Normgebung im makroskopischen Bereich sind unterschiedliche Probengeometrien für Flachproben bekannt [1]. Darauf basierend, wurden zwei Geometrien in den mikroskopischen Maßstab übertragen und modifiziert. Die Geometrien werden in den folgenden Abschnitten (4.2.1 und 4.3) näher erläutert.

4.2.1 Geometrien von Viersteg-Mikroproben

Zur Ermittlung von Streckgrenze und Zugfestigkeit von galvanisch abgeschiedenen Materialien wurden zwei Probengeometrien entwickelt. Die Probengeometrien und die Probenabmessungen werden in Abb. 4.4 gezeigt. Bei beiden Probengeometrien wurden aus Stabilitätsgründen vier Stege, d.h. vier Einzelproben, parallel angeordnet und über die Probenschultern miteinander verbunden. Im Wesentlichen unterscheiden sich die beiden Probengeometrien in ihrer Steglänge und der Stegform (siehe Abb. 4.4). Beide Proben besitzen im mittleren Bereich eine quadratische Querschnittsfläche von $100 \times 100 \mu\text{m}^2$. Die Probenschulter wurde mittels der FEM unter Verwendung der CAO-Methode³ [37],[17] gestaltoptimiert und als Baud-Kurve⁴ modelliert. Verhindert werden sollte damit ein Bruch im Bereich der Probenschulter. Während die "hourglas" Probe (siehe Abb. 4.4 rechts) zur Materialuntersuchung unter zyklischer Belastung entwickelt wurde, findet die Probe mit dem ausgeprägten Gleichmaßbereich ihre Verwendung in der Untersuchung der Streckgrenze und der Zugfestigkeit.

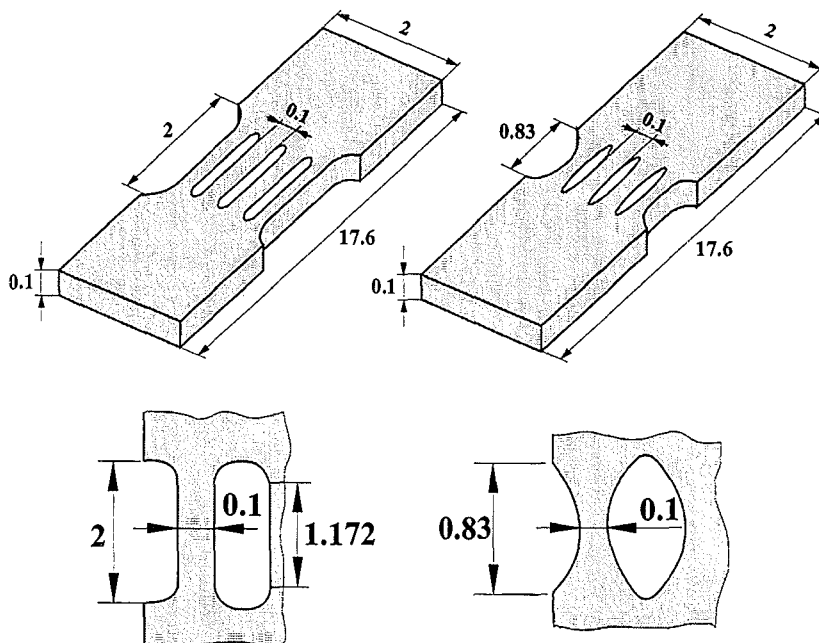


Abb. 4.4: LIGA-Mikrozugprobe mit 4 parallel angeordneten Stegen

Die gesamte Querschnittsfläche beträgt in der Probenmitte 0.04 mm^2 . Diese Proben werden nach dem LIGA-Verfahren hergestellt.

³Computer Aided Shape Optimization.

⁴R.V. Baud, Eidg. Mat. Prüf.-Anst. Zürich (siehe auch [3]).

4.2.2 Einstegproben zur Verwendung eines berührungslosen Dehnmeßsystems

Mit der Einrichtung der in Abschnitt 3.4.3 beschriebenen optischen Wegmessung mußten die Mikroproben den Anforderungen des Meßgerätes angepaßt werden. Die Vorgabe des quadratischen Querschnittes wurde herstellungsbedingt (siehe Abschnitt 4.1.1) beibehalten. Anstelle der Probengeometrie mit 4 parallel angeordneten Stegen wurde eine Einstegprobe entwickelt. Dieser Schritt war notwendig um das gesamte Spannungs-Dehnungs-Verhalten und nicht nur die Werte der Streckgrenze und der Zugfestigkeit ermitteln zu können. Ebenso ist ein Vergleich zwischen einem Makro- und einem Mikroexperiment nur dann sinnvoll, wenn eine geometrische Ähnlichkeit vorliegt. Der eingehandelte Nachteil der verminderten Stabilität von Einstegproben gegenüber Vierstegproben konnte durch einen vorsichtigen Umgang beim Einbau der Proben gemildert werden.

Wegen der Funktionsweise der optischen Wegmessung (Abschnitt 3.4.3), Kanten in einem Lichtfeld zu erkennen, mußte die Probenkontur mit Markierungen versehen werden, welche horizontale Kanten im Bereich der Gleichmaßdehnung der Probe aufweist. Da aber aus jeder Geometriestörung im Gleichmaßbereich ein mehrachsiger Spannungszustand hervorgeht, mußte ein Optimum zwischen maximal detektierbarer Kantenlänge der Markierung und minimaler Störung des Gleichmaßbereiches gefunden werden.

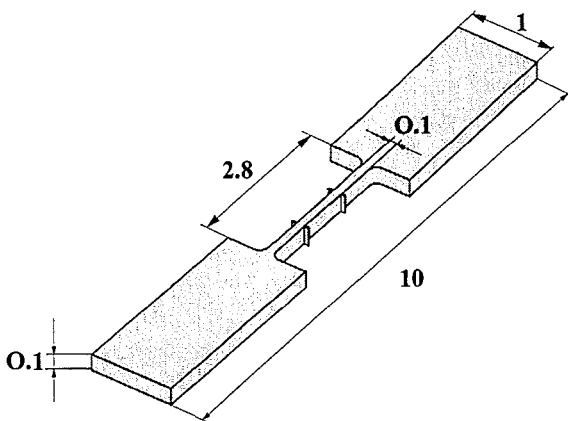


Abb. 4.5: Einstegmikroprobe mit Markierungen zur Dehnungsmessung

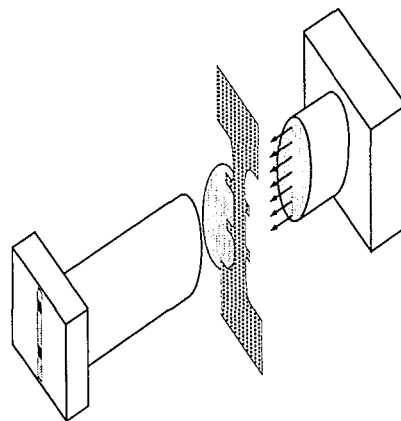


Abb. 4.6: Prinzip der Dehnungsmessung

Der Abstand der Markierungen entspricht der Meßlänge und mußte der detektierbaren Meßlänge in der Objektebene des Liniensensors angepaßt werden, so daß eine ausreichend große Verformung der Probe gemessen werden kann. Gleichmaßen wird angestrebt, die Ausgangsmeßlänge so groß wie möglich zu machen, um die Auflösung der Dehnung zu steigern. In Abb. 4.5 ist eine Geometrie einer Einstegprobe abgebildet. Die Distanz von Probenschulter zu Probenschulter beträgt 2.8 mm. Dieser Abstand war notwendig, denn wie aus Abb. 4.6 er-

sichtlich ist und in Abschnitt 3.4.3 näher erläutert wird, dürfen die Probenschultern während der gesamten Versuchsdauer nicht auf dem Sensor abgebildet werden. Dies ist vor allem bei der Positionierung der Dehnmeßeinrichtung in Bezug auf die Mikroprobe zu beachten. Aus Symmetriegründen wurden die Markierungen an beiden Seiten des Gleichmaßbereiches auf gleicher Höhe modelliert. Die Entwicklung bzw. Anpassung der Probengeometrie an das Meßsystem wird im folgenden Abschnitt näher erläutert.

4.3 Entwicklung und Optimierung einer neuen Proben- geometrie

Die Frage nach Form und Größe der Markierungen (siehe Abschnitt 4.2.2) wurde mit Hilfe von Finite Elemente Berechnungen gelöst. Die Aufgabenstellung lag darin, den Einfluß der Markierungen auf den Gleichmaßbereich so klein wie möglich zu machen. Außerdem soll untersucht werden, ob der störende Einfluß dieser Markierungen sowohl bei der Annahme von duktilem als auch bei der Annahme von einem stark verfestigendem Materialverhalten vernachlässigbar ist. Das heißt, daß die an der Markierung gemessene Verformung bezogen auf deren Ausgangslänge annähernd der technischen Dehnung in jedem materiellen Punkt des Gleichmaßbereiches entsprechen sollte. Für die Berechnungen wurde ein Stoffmodell verwendet, welches das allgemeine Materialverhalten von Metallen beschreibt und in ein FE-Programm implementiert ist [34], [11], [29]. Im folgenden Abschnitt (4.3.1) werden die Gleichungen des in den FE-Berechnungen verwendeten Materialmodells dargestellt.

4.3.1 Materialmodell

Die FE-Berechnungen zur Probenentwicklung (Abschnitt 4.3.3) wurden mit einem für große Deformationen formulierten Viskoplastizitätsmodell [13], [12] mit nichtlinearer kinematischer und nichtlinearer isotroper Verfestigung durchgeführt. Dieses Materialmodell wird in einer Benutzeroutine (UMAT) dem FE-Programm ABAQUS zur Verfügung gestellt (siehe auch [29]). Im folgenden wird das verwendete Materialmodell kurz beschrieben. Vorausgesetzt werden kleine elastische Verzerrungen. Es wird von einer additiven Zerlegung des Verzerrungsgeschwindigkeitstensors

$$\mathbf{D} = \mathbf{D}_e + \mathbf{D}_p \quad (4.1)$$

ausgegangen, wobei

$$\mathbf{D} = \frac{1}{2} (\mathbf{L} + \mathbf{L}^T) \quad (4.2)$$

und

$$\mathbf{L} = \dot{\mathbf{F}} \mathbf{F}^{-1} . \quad (4.3)$$

Hierbei ist \mathbf{L} der räumliche Geschwindigkeitsgradient und \mathbf{F} der Deformationsgradient. Als Elastizitätsbeziehung wird ein Hypoelastizitätsgesetz der Form

$$\overset{\nabla}{\mathbf{S}} = \mathbf{C} [\mathbf{D}_e] \quad (4.4)$$

angenommen. Hierin sind $\overset{\nabla}{\mathbf{S}}$ eine Oldroyd-Ableitung des gewichteten Cauchy'schen Spannungstensors,

$$\overset{\nabla}{\mathbf{S}} = \dot{\mathbf{S}} - \mathbf{L} \mathbf{S} - \mathbf{S} \mathbf{L}^T , \quad (4.5)$$

und \mathbf{C} der Elastizitätstensor vierter Stufe, der wie folgt definiert ist:

$$\mathbf{C} = 2 \mu \mathbf{E} + \lambda (\mathbf{1} \otimes \mathbf{1}) . \quad (4.6)$$

Die Größen μ und λ repräsentieren die Lamé'schen Konstanten, die mit Hilfe des Elastizitätsmoduls E und der Querkontraktionszahl ν ausgedrückt werden können:

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)} , \quad \lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} . \quad (4.7)$$

Als Evolutionsgleichung für den inelastischen Anteil der Verzerrungsgeschwindigkeit (Fließregel) wird eine assoziierte Normalenregel

$$\mathbf{D}_p = \sqrt{\frac{3}{2}} \dot{s} \mathbf{N} \quad (4.8)$$

verwendet, wobei \mathbf{N} wie folgt definiert ist:

$$\mathbf{N} = \frac{(\mathbf{S} - \mathbf{Z})^D}{\|(\mathbf{S} - \mathbf{Z})^D\|} . \quad (4.9)$$

Hierin entspricht \dot{s} der Rate der plastischen Bogenlänge und $()^D$ dem deviatorischen Anteil eines Tensors zweiter Stufe. Aus der Beziehung (4.4) ergibt sich somit durch Einsetzen von (4.1), (4.5) und (4.8) folgender Zusammenhang:

$$\dot{\mathbf{S}} - \mathbf{L} \mathbf{S} - \mathbf{S} \mathbf{L}^T = \mathbf{C} [\mathbf{D}] - \sqrt{\frac{3}{2}} \dot{s} \mathbf{C} [\mathbf{N}] . \quad (4.10)$$

Als Fließfunktion wird eine *v. Mises Fließfunktion* mit kinematischer und isotroper Verfestigung

$$F = \bar{F}(\mathbf{S}, \mathbf{Z}, k) = \sqrt{\frac{3}{2} (\mathbf{S} - \mathbf{Z})^D \cdot (\mathbf{S} - \mathbf{Z})^D} - k \quad (4.11)$$

verwendet. Im Falle der Viskoplastizität ist die Rate der plastischen Bogenlänge durch eine Materialgleichung der Form

$$\dot{s} = \frac{\langle F \rangle^r}{\eta} \quad (4.12)$$

definiert, wobei F einer Überspannung entspricht und r und η positive Materialkonstanten sind. Für die kinematische Verfestigung gilt ein Ansatz vom Armstrong-Frederick-Typ:

$$\dot{\mathbf{Z}} - \mathbf{L}\mathbf{Z} - \mathbf{Z}\mathbf{L}^T = \left(\sqrt{\frac{3}{2}} c \mathbf{N} - b \mathbf{Z} \right) \dot{s} \quad (4.13)$$

Die isotrope Verfestigung wird durch die Evolutionsgleichung

$$\dot{k} = (\gamma - \beta(k - k_0)) \dot{s} \quad (4.14)$$

beschrieben. Die Größen γ , β und k_0 sind nichtnegative Materialkonstanten mit $k_0 := k|_{s=0}$.

4.3.2 Einfluß der Verfestigungs- und Viskositätsparameter

Mit den im folgenden Abschnitt dargestellten FE-Rechnungen mit dreidimensionalen Probenkörpern soll geprüft werden, ob bei unterschiedlichem Materialverhalten die Dehnungsmessung mit Hilfe der Markierungen an der Probenkontur der Mikroprobe erlaubt ist und ob die Markierungen einen Einfluß auf die Verformungen des Gleichmaßbereiches der Mikroprobe bewirken. Dazu wurden exemplarisch zwei Parametersätze gewählt, welche zum einen einem sehr duktilen und zum anderen einem stark verfestigendem Materialverhalten mit hoher Streckgrenze entsprechen. Die zugehörigen eindimensionalen homogenen Spannungs-Dehnungs-Kennlinien wurden aus der Integration des in Abschnitt 4.3.1 formulierten Modells ermittelt. Die Integration erfolgte mit einem expliziten Runge-Kutta Verfahren 4. Ordnung. Betrachtet wurden dehnungsgesteuerte Belastungen mit einer Dehnrates von $\dot{\epsilon}=10^{-3}$ 1/s.

Die Parameter zur Beschreibung der beiden gewählten Materialverhalten können den Tabellen 4.2 und 4.3 entnommen werden. Abb. 4.7 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Beziehungen der ausgewählten Parametersätze.

$E=180 \text{ GPa},$	$\nu = 0.3,$	$k_0 = 400 \text{ MPa},$	$\beta = \gamma = 0,$
$b = 25,$	$c = 8000 \text{ MPa},$	$\eta = 2.0 \cdot 10^7 \text{ MPa}^r \text{ s},$	$r = 2.2 .$

Tabelle 4.2. Materialparameter zur Simulation des Materialverhaltens (A).

$E=180 \text{ GPa},$	$\nu = 0.3,$	$k_0 = 1000 \text{ MPa},$	$\beta = \gamma = 0,$
$b = 100,$	$c = 30000 \text{ MPa},$	$\eta = 2.0 \cdot 10^7 \text{ MPa}^r \text{ s},$	$r = 2.2 .$

Tabelle 4.3. Materialparameter zur Simulation des Materialverhaltens (B).

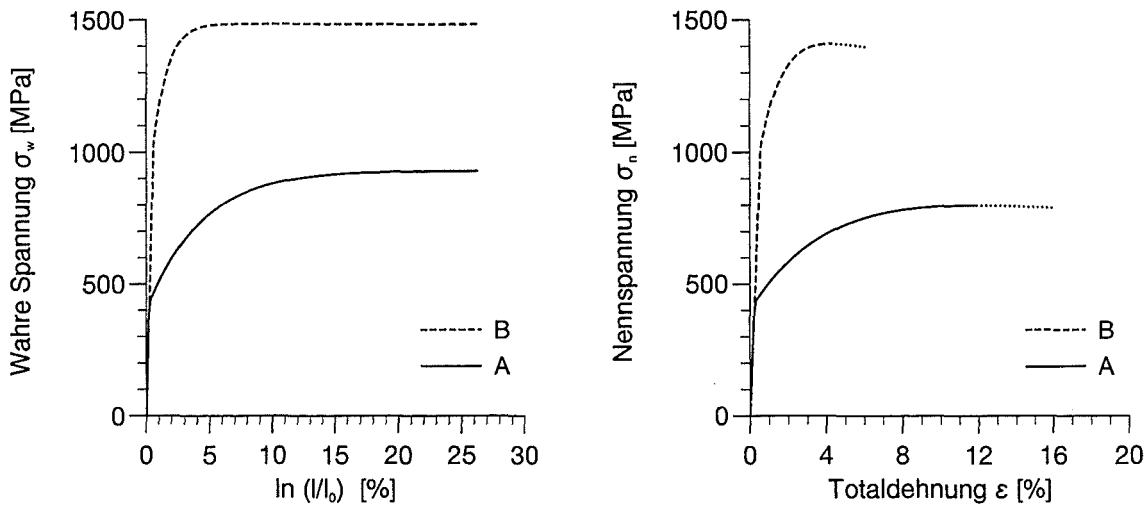


Abb. 4.7: Spannungs-Dehnungs-Beziehung aus den eindimensionalen numerischen Berechnungen (Vorgabe für die FE-Rechnungen).

4.3.3 Inhomogenitätseinfluß der Markierungen

Um den Einfluß der Markierungen auf den Gleichmaßbereich der Probe zu studieren, wurden mehrere Markierungsgeometrien modelliert. Es wurde in der FE-Rechnung ein verschiebungsgesteuertes, einachsiges Zugexperiment mit dem Viskoplastizitätsmodell für große Deformationen aus Abschnitt 4.3.1 simuliert. Verwendet wurden die Materialparameter aus Tabelle 4.2 (A). Gerechnet wurde geometrisch nichtlinear. Aus vorangegangenen Experimenten mit laser-geschnittenen Proben war zu entnehmen, daß Zugproben mit gleichen Stegbreiten zwischen und außerhalb der Markierungen häufig im Bereich außerhalb der Markierungen einschnürten. Um zu gewährleisten, daß die Einschnürung im Experiment zwischen den Markierungen stattfindet, wurde die Stegbreite außerhalb der Markierungen um $10\mu\text{m}$ gegenüber der Stegbreite zwischen den Markierungen erhöht. Diese notwendige Differenz der Stegbreiten implizierte eine inhomogene Spannungsverteilung (siehe Abb. 4.9 Markierung I-III). Wie in Abb. 4.8 gezeigt, werden bei der Modellierung die Symmetrien in x-, y-, und z-Richtung verwendet.

Es wurde ein Viertel der Probengeometrie als FE-Netz modelliert und belastet. Verwendet wurden dreidimensionale Festkörperelemente⁵.

Analog zu den Experimenten wird die Traversenverschiebung als Eingabegröße für die Verschiebung der zu berechnenden Mikroproben mit Markierungen in den FE-Rechnungen verwendet. Die Gesamtverlängerung der Probe wird in den folgenden Berechnungen 1 mm betragen. Unter Ausnutzung der Symmetrien der Mikrozugprobe beträgt somit die in die Rechnung eingehende Probenverschiebung an der Einspannstelle in positiver x-Richtung $u_x=0.5\text{mm}$.

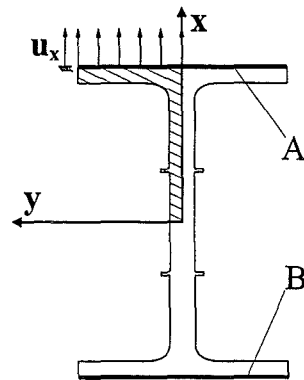


Abb. 4.8: Draufsicht auf die zu berechnende Mikrozugprobe

Um die Wirkung der Einspannung zu simulieren, wurde in den Berechnungen die Verschiebung des Randes (Linie A und B in Abb. 4.8) in y-Richtung unterbunden. Im folgenden werden exemplarisch drei Berechnungen an Proben mit unterschiedlichen Markierungsgeometrien gezeigt (siehe Abb. 4.9 und 4.10). Die in Abb. 4.9 gezeigten Von-Mises-Vergleichsspannungen im Bereich der Markierungen veranschaulichen den Einfluß der Markierungsübergänge. Die der Probenschulter zugewandte Kante der Markierung (in Abb. 4.9 rechte Kante) entspricht der Meßkante im Experiment. Die Verformung dieser Meßkante sollte während des gesamten Zugversuches so gering wie möglich sein. Diese Forderung konnte nicht von allen Markierungsgeometrien erfüllt werden. Die Meßkante der Markierung II wurde mit steigender Traversendehnung entgegen der Zugrichtung verformt. Im Experiment würde dieses Verformen der Meßkante zu Meßfehlern führen.

In Abb. 4.10 wird für die in Abb. 4.9 dargestellten drei Markierungsvarianten der Unterschied zwischen den technischen Dehnungen⁶ an ausgewählten Stellen im Probeninneren zur technischen Dehnung an der Meßkante gezeigt. Die in den Diagrammen aufgetragene Totaldehnungsdifferenz entspricht der Abweichung der Dehnung in dem betrachteten Knotenpunkt zu der Dehnung an der Meßkante der Markierung. Mittels mehrerer FE-Berechnungen konnte gezeigt werden, daß die Markierung I (Abb. 4.10 oben) die geringste Störung sowohl in die Spannungs- als auch Dehnungsverteilung im Gleichmaßbereich einbringt. Die Markierungsvariante II zeigte zwar ein ähnliches Verhalten der Totaldehnungsdifferenz konnte aber aus den Gründen der Meßkantenverformung und der zu erwartenden Herstellungsschwierigkeiten nicht verwendet werden. Ebenso wurde die Markierungsvariante III, welche den größten Geometrieinfluß auf

⁵(C3D20R) 20-knotige Hexaeder mit reduzierter Integrationsordnung und den aktiven Freiheitsgraden u_x , u_y und u_z .

⁶Alle technischen Dehnungen werden hier aus dem Quotient der jeweiligen Knotenverschiebung u_x in Zugrichtung und der zugehörigen Ausgangslage x_0 berechnet.

die Dehnungsverteilung zeigte, nicht zur Herstellung verwendet. Die Geometrie der optimierten Mikroprobe wird in Abb. 4.12 vorgestellt.

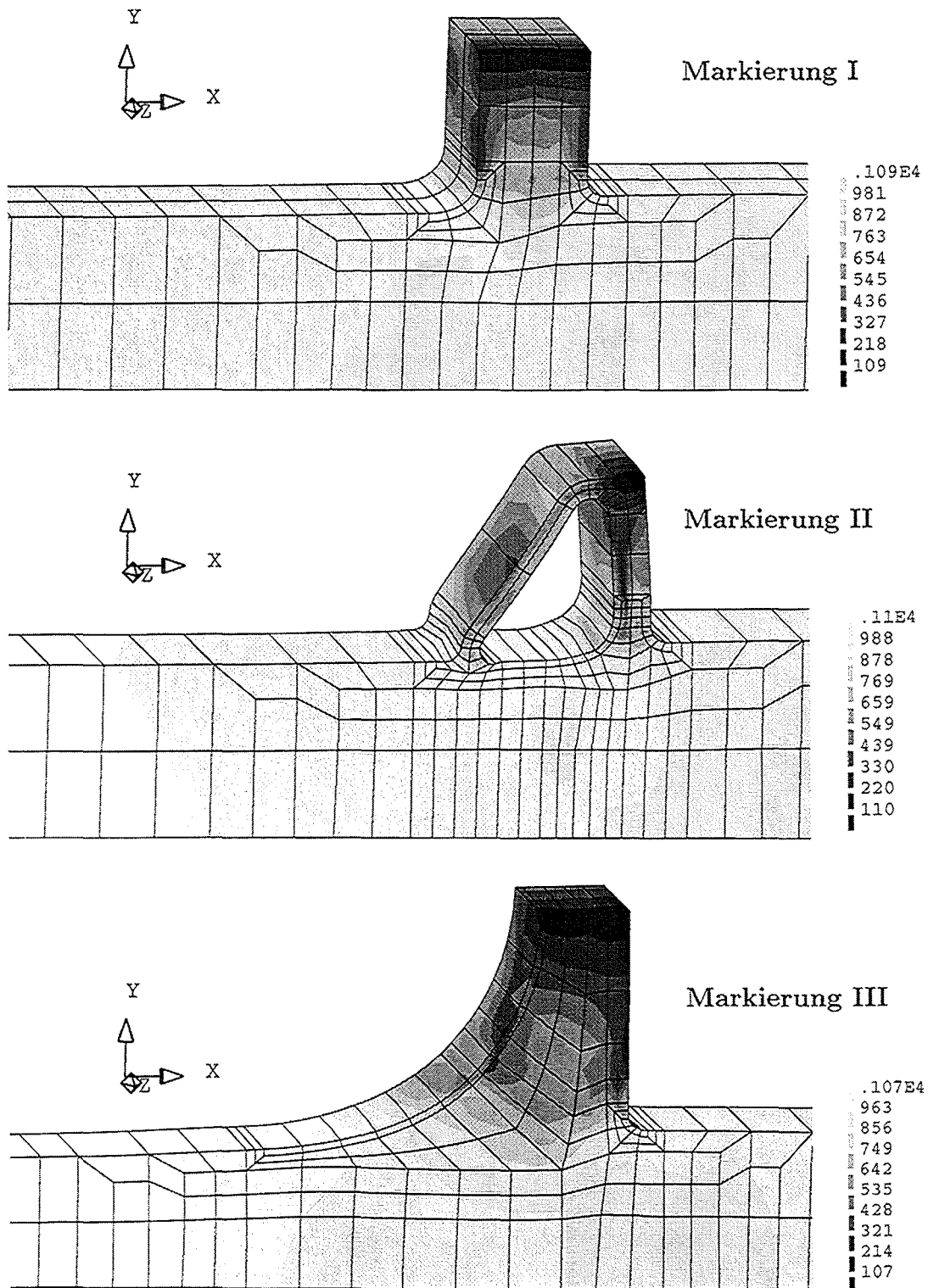


Abb. 4.9: Spannungsverteilung(v. Mises) im Bereich der Markierungen der Mikroprobe bei einer Traversendehnung von 2.2%.

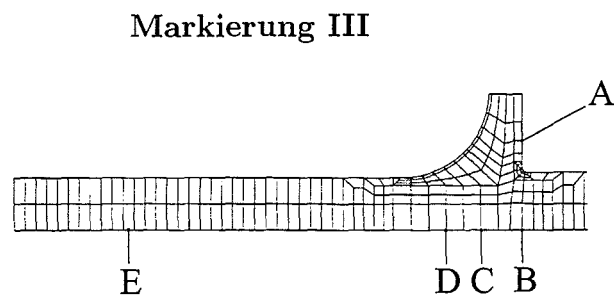
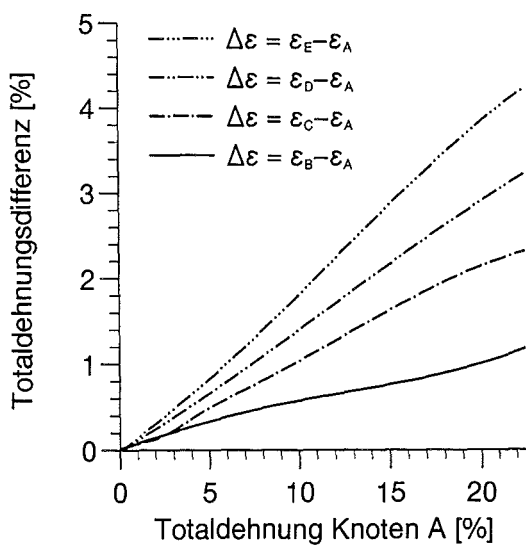
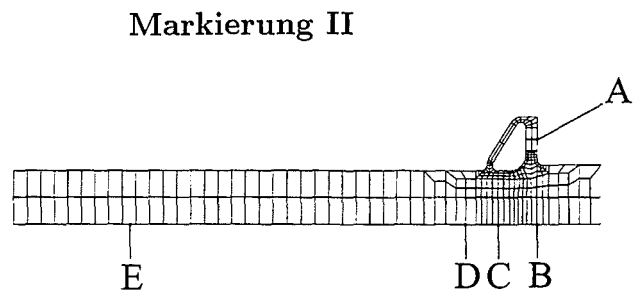
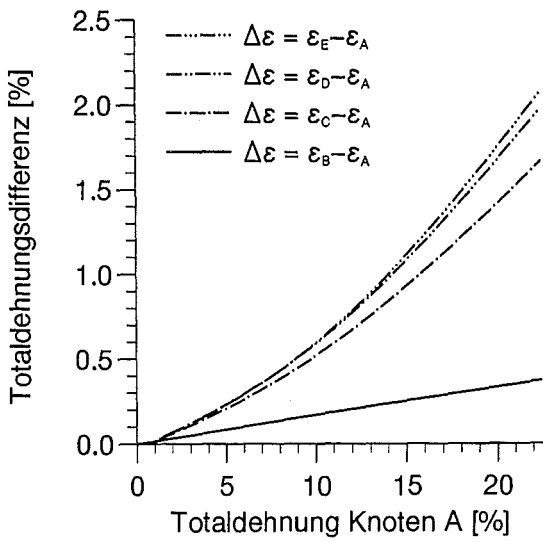
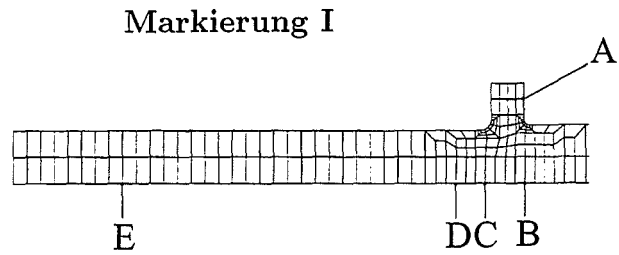
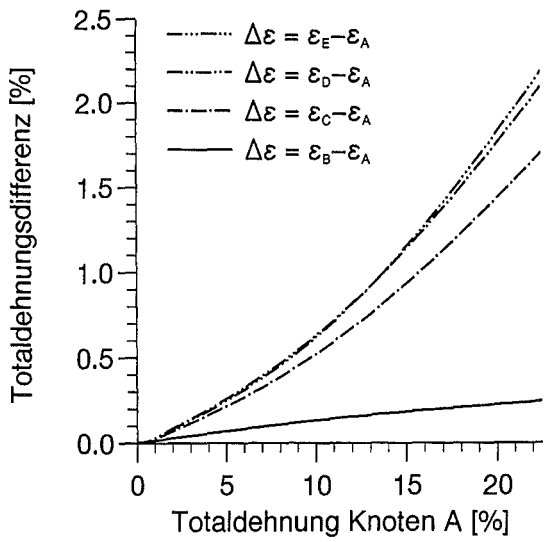


Abb. 4.10: Berechnete Totaldehnungsdifferenz verschiedener Knoten zu der Totaldehnung an der im Experiment verwendeten Dehnungsmeßstelle.

4.3.4 Diskussion der Probengeometrie bei zwei exemplarisch vorgegebenen Materialverhalten

Für die FE-Berechnungen wurden die in Tabelle 4.2 und 4.3 angegebenen Materialparameter verwendet. Die modellierte Mikroprobe mit der Markierungsvariante I wurde wie im vorangegangenen Abschnitt traversengesteuert belastet. Die Diagramme in Abb. 4.11 zeigen die Abweichung der Totaldehnung exemplarischer Knoten im Gleichmaßbereich von der Totaldehnung an der Meßkante im Knoten A. Die Positionen der Knotenpunkte werden aus dem FE-Netz der Abb. 4.10 (oben) ersichtlich. Die Totaldehnungsdifferenz zeigt den Fehler zwischen der im Probenmeßbereich vorliegenden Dehnung (Punkte B, C, D, E) bezüglich der Totaldehnung wie sie aus der Verschiebung der Markierungskante A berechnet wird. Tendenziell kann aus diesen Berechnungen entnommen werden, daß bei der Simulation der Verformung mit stark verfestigenden Materialverhalten (**B**) der Einfluß der Markierung stärker ist als bei der Simulation der Verformung mit duktilem Materialverhalten (**A**).

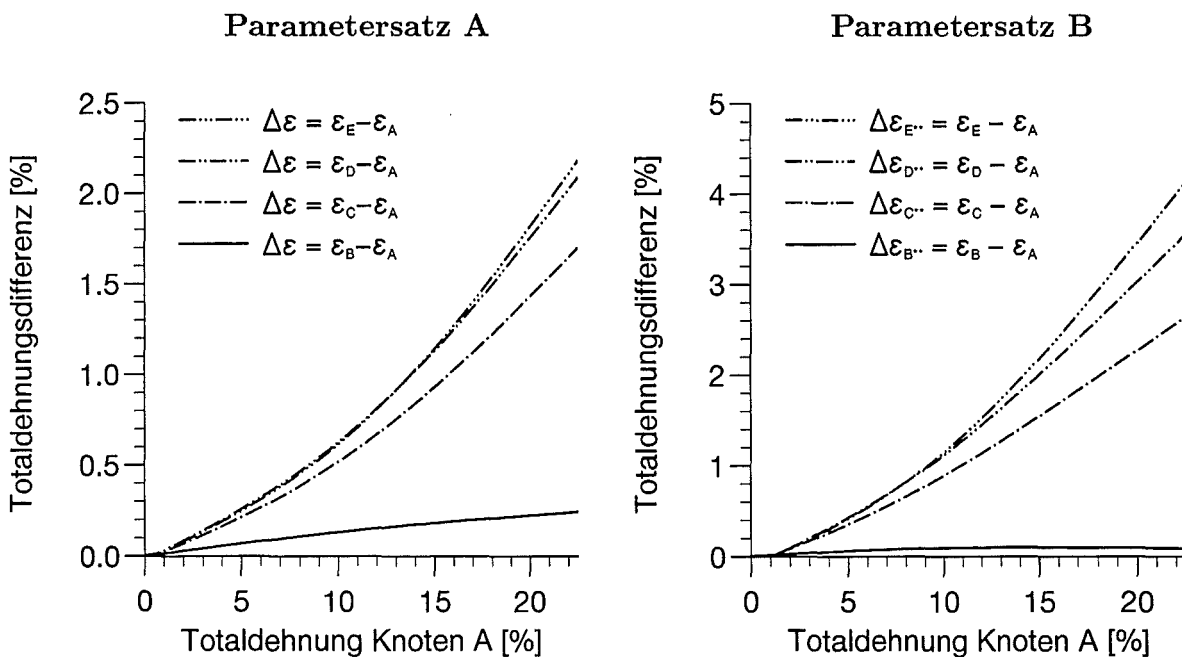


Abb. 4.11: Abweichung der Totaldehnung exemplarischer Knotenpunkte der Probe zu der Totaldehnung an der Meßkante der Markierung (Knoten A).

Die Differenzen der im Gleichmaßbereich berechneten Dehnungen zu der an der Meßkante berechneten Dehnung sind unter Verwendung des Parametersatzes (**B**) annähernd doppelt so hoch wie unter Verwendung des Parametersatzes **A**. Zusammenfassend kann gesagt werden, daß bei Mikroproben, bei welchen die an der Markierung gemessene Totaldehnung unter 20% liegt,

die Totaldehnung in einem beliebigen materiellen Punkt im Gleichmaßbereich bis auf eine maximale Abweichung von 3% mit der Totaldehnung an den Markierungen übereinstimmt. Für das Experiment bedeutet dies, daß bei Verwendung von Materialien, welche ein ähnliches Verhalten zeigen wie mit dem Viskoplastizitätsmodell berechnet, die Verwendung einer Probengeometrie mit der Markierungsform I eine sinnvolle Dehnungsmessung ermöglicht.

4.3.5 Geometrie der entwickelten Einsteg-Mikrozugproben

Die im vorangegangenen Kapitel gewonnenen Erfahrungen aus den FE-Berechnungen wurden direkt in die Fertigung der Mikroproben übertragen. Die Geometrie der Mikrozugprobe mit den Abmessungen wird in Abb. 4.12 gezeigt.

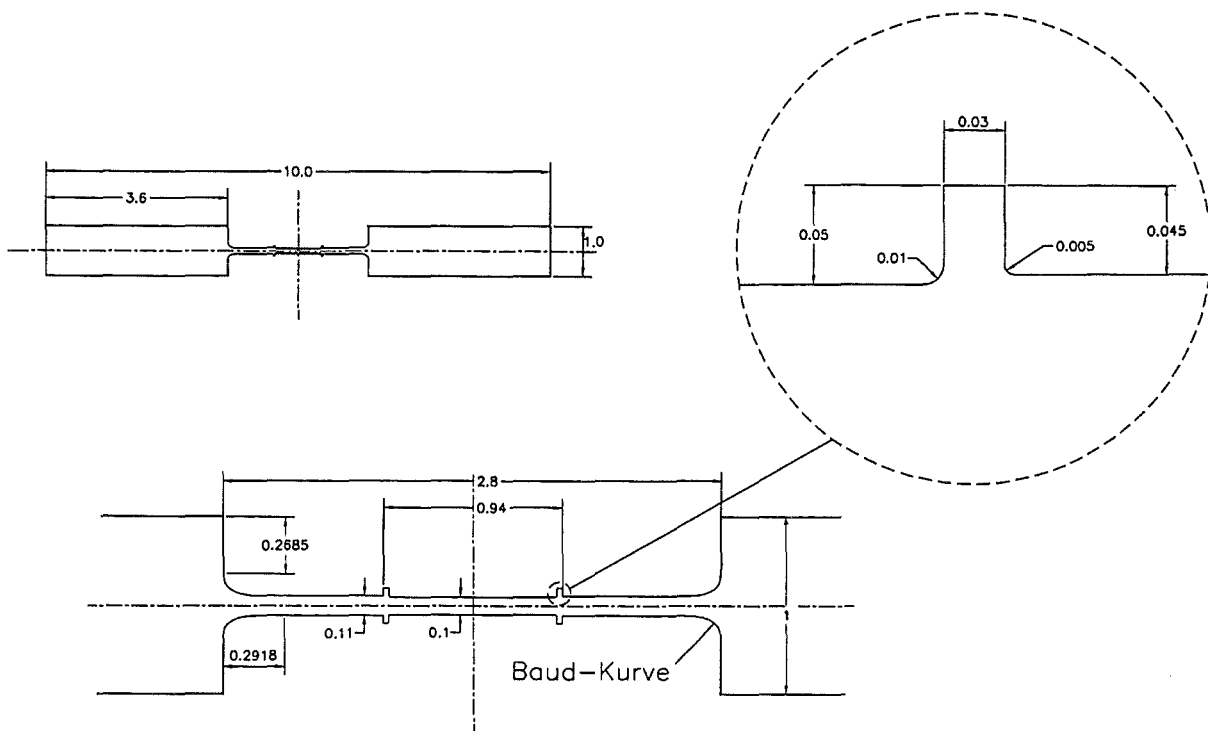


Abb. 4.12: Geometrie der Mikroprobe, mit den zur Dehnungsmessung erforderlichen Markierungen.

Die Geometrie der Probenschultern wurden als Baud-Kurven ausgebildet (siehe Abschnitt 4.2.1). Die Probenlänge zwischen den Probenschultern und den Markierungen mußte aufgrund der Dehnmeßeinrichtung (siehe Abschnitt 3.4.3) mindestens 0.9mm betragen, damit außer den Markierungen keine weitere Kanten (z.B. die Probenschultern) im Lichtfeld der optischen Dehnmeßeinrichtung vorhanden sind. Die Kopfhöhe der Probe muß aufgrund des Abstandes zwischen oberer und unterer Probeneinspannung ($l=7\text{mm}$) 3.6mm betragen damit die Probe noch eingebaut werden kann. Aufgrund der nicht gleichmäßigen Abscheidung der Metalle im Galvanikbad besitzen alle Mikrozugproben unterschiedliche Strukturhöhen ($100\ \mu\text{m} \pm 10\ \mu\text{m}$). Um in den folgenden Zugversuchen die Nennspannung berechnen zu können,

war eine genaue Ermittlung der Ausgangsquerschnittsfläche notwendig. Die Proben wurden nach der Herstellung auf dem Wafer belassen und mit einem optischen Meßtaster (*Microfocus*) der Fa. UBM Meßtechnik GmbH [56], [8] in ihrer Höhe vermessen. Die Erstellung eines Abscheidungs-Oberflächenprofils ermöglicht eine gleichzeitige Bestimmung der Oberflächenrauheitskennwerte der Mikrozugproben. Die Profilhöhe wird aus dem Mittenrauhwert (ISO 4287/1) der Profilkordinaten errechnet. Die Vermessung der Stegbreite im Gleichmaßbereich als auch der Meßlänge zwischen den Außenkanten der Markierungen (l_0) wurde aufgrund des Aperturwinkels von 53° des *Microfocus* mit einem Meßmikroskop mit Stahlmeßtisch und digitalem Mikrometer der Fa. MITUTOYO durchgeführt. Die Meßgenauigkeit des *Microfocus* liegt laut Hersteller bei dem vorgegebenen Meßbereich von $\pm 500 \mu\text{m}$ unterhalb von 50 nm. Die Meßgenauigkeit des Meßmikroskops liegt bei $1 \mu\text{m}$. Exemplarisch zeigt Abb. 4.13 ein Oberflächenprofil eines gescannten Meßbereiches einer LIGA-Mikroprobe. Ein Oberflächen-scan einer Mikroprobe im Gleichmaßbereich wird in Abb. 4.14 gezeigt.

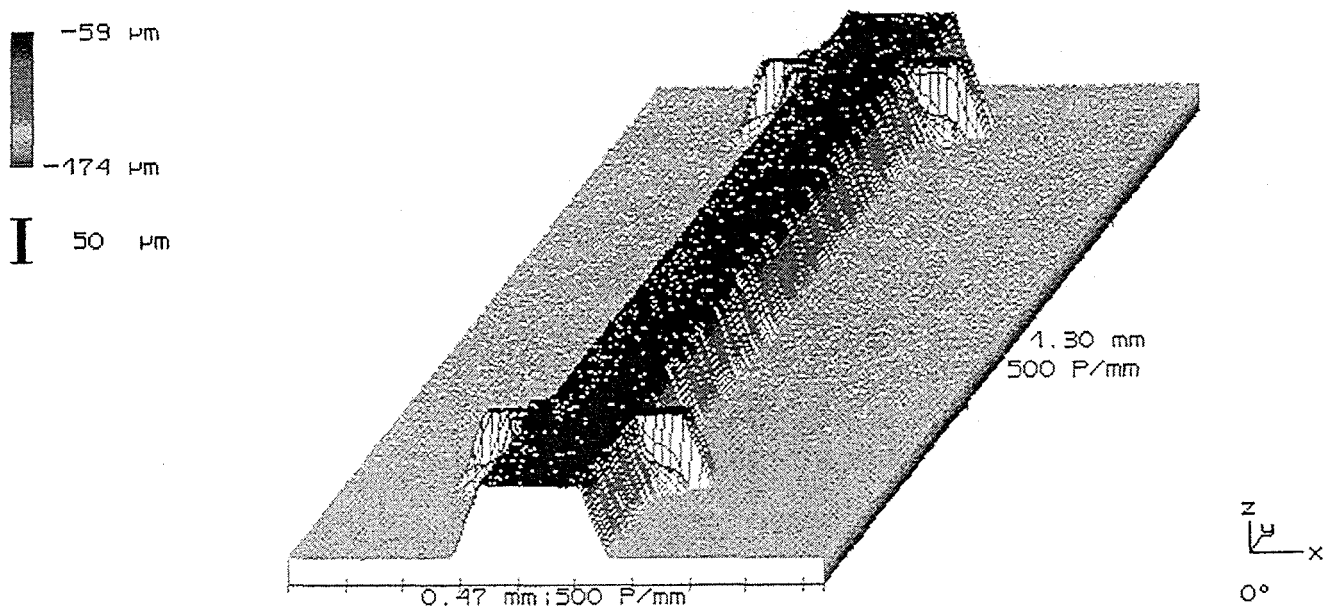


Abb. 4.13: Oberflächenscan einer Mikroprobe im Meßbereich.

Im Fall der Stahl-Mikroproben wurde die Strukturhöhe an der Stahlfolie vor dem Laserschneiden mittels einer Bügelmeßschraube geprüft. Die Stegbreite, sowie der Markierungsabstand wurde wie bei den LIGA-Mikroproben mit dem Meßmikroskop vermessen.

4.4 Geometrie der Makroproben

Um einen Vergleich zwischen Zugexperimenten im Mikro- und Makrobereich zu erhalten, wurden makroskopische Proben untersucht. Diese makroskopischen Proben wurden wie die laser-

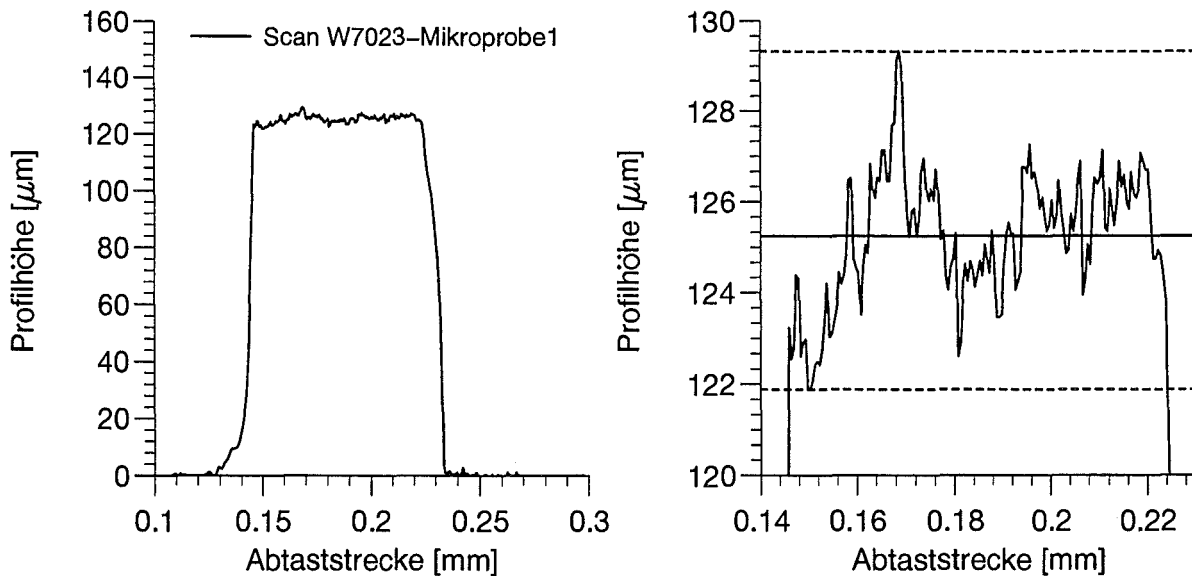


Abb. 4.14: Oberflächenprofil einer galvanisch abgeschiedenen Mikroprobe. Gescannt wurde über die Stegbreite im Gleichmaßbereich.

geschnittenen Stahlmikroproben aus der gleichen Stahlfolie heraserodiert. Die Herstellung von galvanisch abgeschiedenen Makroproben erfolgt in mehreren Schritten. Zuerst wird auf einen präparierten Silizium-Wafer eine Titanoxidschicht aufgebracht, auf welche eine $100\ \mu\text{m}$ starke Metallschicht abgeschieden wird. Durch wegätzen der Titanoxidschicht wird nach der Abscheidung die Metallfolie freigelegt. Anschließend wird die Probe aus dieser Metallfolie geschnitten. Um Verformungen beim Schneiden der Probenform mittels der Funkenerosion zu vermeiden, wurde diese aufgalvanisierte Metallschicht wie ein Sandwich zwischen weitere Metallfolien gepackt. Anschließend wurde die entsprechende Makroprobe aus diesem Sandwich heraserodiert. Die Probengeometrie wird in Abb. 4.15 gezeigt.

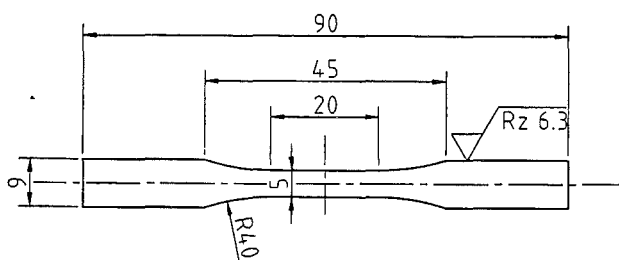


Abb. 4.15: Probengeometrie der Makroprobe

5 Experimentelle Ergebnisse

In den folgenden Abschnitten wird demonstriert, wie die entwickelte Mikrozugprüfvorrichtung eingesetzt werden kann, um Stoffeigenschaften und Auslegungskennwerte zu ermitteln. Zusätzlich wird in einigen Fällen ein Vergleich zu experimentellen Ergebnissen aus dem Makrobereich durchgeführt. Die Einzelergebnisse sind im Anhang B in tabellarischer Form aufgelistet. In den folgenden Diagrammen wurde jeweils die Nennspannung gegen die gemessene Dehnung aufgetragen. Auf eine Umrechnung auf wahre Spannungen wurde verzichtet, da im Fall der Vierstegproben die gemessene Traversendehnung nicht der tatsächlichen Dehnung entspricht und somit auch der tatsächliche Querschnitt nicht exakt bekannt ist. Außerdem ist eine Umrechnung nur im Bereich homogener Verformung, also praktisch bis zum Erreichen der maximalen Kraft, sinnvoll.

5.1 Überblick über Werkstoffe und Versuchsbedingungen

Aufgrund der Vielzahl der durchgeführten Experimente soll in diesem Abschnitt dem Leser ein Überblick über die Versuche gegeben werden. In Tab. 5.1 sind die untersuchten Werkstoffe, die Probenformen, die Herstellungsbedingungen, das Dehnungsmeßsystem, die Belastungsart sowie die Glühbedingungen aufgelistet.

Die Reihenfolge der in den folgenden Abschnitten beschriebenen Ergebnisse orientiert sich an den Entwicklungsschritten der Mikrozugprüfvorrichtung. In Abschnitt 5.2, 5.3 und 5.4 werden Untersuchungen zum Festigkeitsverhalten unterschiedlicher LIGA-Werkstoffe gezeigt. Mit dem Aufbau einer optischen Dehnmeßeinrichtung und der Entwicklung einer dazu angepaßten Probenform werden Versuche an lasergeschnittenen Einsteg-Stahl-Mikroproben (siehe Abschnitt 5.5) mit Ergebnissen aus Versuchen an Makroproben des gleichen Materials (siehe Abschnitt 5.6) verglichen. In Abschnitt 5.7 und Abschnitt 5.8 werden abschließend die Ergebnisse aus den Experimenten an Nickel-Einsteg-Mikroproben (LIGA) mit den Experimenten an galvanisch abgeschiedenen Nickel-Makroproben verglichen.

Werkstoff	Probenform	Herstellung	Wegmessung	Belastungsart	Glühbehandlung
Nickel S. 56 ff.	Viersteg Mikroprobe mit Gleichmaßbereich	LIGA	Zwischen den Einspannstellen (Traversendehnung)	Zug	13 min./450 °C 13 min./800 °C
Nickel S. 61 ff.	Viersteg Mikroprobe Hourglas	LIGA	Zwischen den Einspannstellen (Traversendehnung)	Zyklisch	13 min./800 °C
Nickel S. 78 ff.	Einsteg Mikroprobe	LIGA	Optisch (Totaldehnung)	Zug Haltezeiten Entlastungen	13 min./450 °C 13 min./800 °C
Nickel S. 85 ff.	Makroprobe	galvanisch	Laser (Totaldehnung)	Zug Haltezeiten Entlastungen	13 min./450 °C 13 min./800 °C
Permalloy S. 63 ff.	Viersteg Mikroprobe mit Gleichmaßbereich	LIGA	Zwischen den Einspannstellen (Traversendehnung)	Zug	13 min./870 °C
Kupfer S. 66 ff.	Viersteg Mikroprobe mit Gleichmaßbereich	LIGA	Zwischen den Einspannstellen (Traversendehnung)	Zug	15 min./450 °C 23 min./470 °C 15 min./760 °C
Stahl (1.4310) S. 68 ff.	Einsteg Mikroprobe	Blech	Optisch (Totaldehnung)	Zug Haltezeiten Entlastungen	1h /1000 °C
Stahl (1.4310) S. 75 ff.	Makroprobe	Blech	Laser (Totaldehnung)	Zug Haltezeiten Entlastungen	1h /1000 °C

Tab. 5.1: Übersichtstabelle der experimentellen Untersuchungen.

5.2 Festigkeitsuntersuchungen an LIGA-Nickelmikroproben (Vierstegproben)

Die folgenden Versuche zum Studium des Einflusses der mittleren Korngröße im Probenquerschnitt auf das Festigkeits- und Verformungsverhalten von mikrostrukturierten Proben wurde an Nickel LIGA-Vierstegproben (Probengeometrie siehe Abb. 4.4) durchgeführt. Das Materialgefüge dieser LIGA-Strukturen ist, wie in Abschnitt 2.1 erwähnt wurde, anisotrop aufgebaut. Man kann in diesem Ausgangszustand, in dem die Proben aus der Galvanik entnommen werden, nicht von einer typischen Kornstruktur sprechen. Um metallurgische Einflüsse auf das Festigkeits- und Verformungsverhalten solcher galvanisch abgeschiedener Nickelstrukturen zu untersuchen, wurde das Ausganggefüge durch Wärmebehandlung in ein isotropes Gefüge

umgewandelt. Zur Einstellung definierter Korngrößen mittels bestimmter Wärmebehandlungen wurden Untersuchungen zum Rekristallisationsverhalten von galvanisch abgeschiedenem Nickel durchgeführt (siehe Anhang C.1.1).

Grundsätzlich können aus monotonen Zugexperimenten an Vierstegproben die Zugfestigkeit R_m und die Streckgrenze $R_{p0,2}$ ermittelt werden. Aufgrund der Probengeometrie ist es nicht möglich die Verschiebung im Gleichmaßbereich der Stege zu messen. Zur Berechnung der Dehnung wird somit die Traversenverschiebung (siehe Abschnitt 3.4.2) herangezogen. Gesteuert werden die Experimente ebenfalls über diese Traversenverschiebung. Aus dieser Verschiebung läßt sich die Traversendehnung ε_T errechnen. Als Ausgangslängen werden bei der Vierstegprobe mit Gleichmaßbereich (siehe Abb. 4.4 links) $l_0 = 1.172\text{mm}$ und bei der "hourglas" Probe (siehe Abb. 4.4 rechts) $l_0 = 0.83\text{mm}$ zur Berechnung der Traversendehnung verwendet. Aufgetragen werden die im Zugversuch gemessenen Kraft-Verformungs-Werte in einem Nennspannungs-Traversendehnungs-Diagramm. Aus den gewonnenen Erkenntnissen über das Einstellen von bestimmten Gefügezuständen an galvanisch abgeschiedenen Nickel-Strukturen mittels einer Wärmebehandlung (siehe Anhang C.1.1) wurden drei grundsätzlich voneinander verschiedene Gefüge durch Glühungen eingestellt. Je ein Drittel der vorhandenen Mikroproben wurden

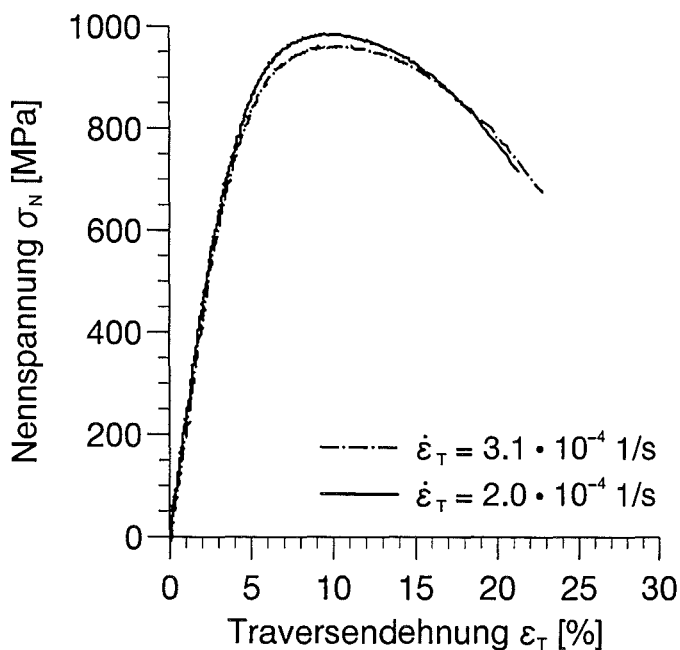
- (a) im Anlieferungszustand belassen,
- (b) bei $T=450\text{ }^\circ\text{C}$, 13 Minuten geglüht,
- (c) bei $T=800\text{ }^\circ\text{C}$, 13 Minuten geglüht.

Zur Überprüfung der eingestellten Gefüge wurde jeder Wärmebehandlung das mit den Mikroproben galvanisch abgeschiedene Rahmenmaterial des Wafers beigelegt. Dieses Rahmenmaterial wurde metallographisch auf Korngröße und Mikrohärtigkeit hin untersucht. Die Werte wurden den gemessenen Materialkennwerten aus den Zugversuchen zugeordnet (siehe Anhang B.1). Zur Untersuchung geschwindigkeitsabhängiger Phänomene wurden Versuche mit unterschiedlichen Verformungsgeschwindigkeiten durchgeführt.

In den folgenden Diagrammen sind die Ergebnisse der monotonen Zugversuche mit unterschiedlichen Abzugsgeschwindigkeiten aufgetragen. Die zur Berechnung der Traversendehnung bzw. der Abzugsgeschwindigkeit herangezogene Ausgangslänge zwischen den Einspannungen betrug $l_0=7\text{mm}$. Betrachtet man die Ergebnisse der unbehandelten Mikroproben (siehe Abb. 5.1), so konnte kaum ein Unterschied im Spannungs-Dehnungsverlauf bei unterschiedlichen Traversendehnraten beobachtet werden. Die Ergebnisse zeigen hier eine außergewöhnlich hohe Festigkeit von 1022 MPa (in der Literatur [5] werden für Nickel Zugfestigkeiten zwischen 400MPa(weichgeglüht) und 800MPa (kaltverformt) angegeben). Werden die Nickelproben wärmebehandelt und ein polykristallines Gefüge eingestellt, sinken die Festigkeitswerte wie erwartet ab (siehe Abb. 5.2 und 5.3). Während in den Zugversuchen von unbehandelten und

bei 450 °C/13 min. wärmebehandelten Nickelproben kein Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf Festigkeit, Verfestigungs- und Bruchverhalten erkennbar wurde, war hingegen in den Zugversuchen von 800 °C/13 min. wärmebehandelten Proben ein deutlicher Einfluß erkennbar.

Die Bruchvorgänge unterscheiden sich im Falle der wärmebehandelten Proben von denen der unbehandelten Proben. Sind die Stege im Falle der unbehandelten Mikroproben annähernd gleichzeitig gebrochen, so brechen sie bei wärmebehandelten Proben sukzessiv nacheinander. Diese Bruchvorgänge sind auch an den Spannungs-Dehnungskennlinien zu erkennen. Die Kennlinie zeigt einen treppenförmigen Abfall der Nennspannung. Diese sinkt im Bruchvorgang des letzten Steges auf annähernd null MPa ab. Deutlich wird dies vor allem bei den bei 800 °C/13 min. wärmebehandelten Mikroproben mit einem grobkörnigen Gefüge. Wird in diesem Fall eine sehr langsame Abzugsgeschwindigkeit gewählt, so ist jeder einzelne Stegbruch im Kurvenverlauf anhand der Knicke ersichtlich. Desweiteren weisen die Bruchflächen der unbehandelten Strukturen auf einen verformungsarmen Bruch hin. Die Stege brachen sehr zerklüftet in annähernd 45° Ebenen zur Zugbelastung (siehe Abb. C.6 l.o.), wohingegen die Brüche der geglühten Mikroproben (800 °C/13.min) nach starker Einschnürung (siehe Abb. C.6 r.o. und r.u.) einen duktilen Gewaltbruch zeigten. Zum Begriff des duktilen Gewaltbruches siehe z.B. [15]. Ein Hinweis auf diese duktilen Gewaltbrüche zeigen die Waben an der Bruchspitze.



Material:

- galvanisch abgeschiedenes Nickel (im Anlieferungszustand)

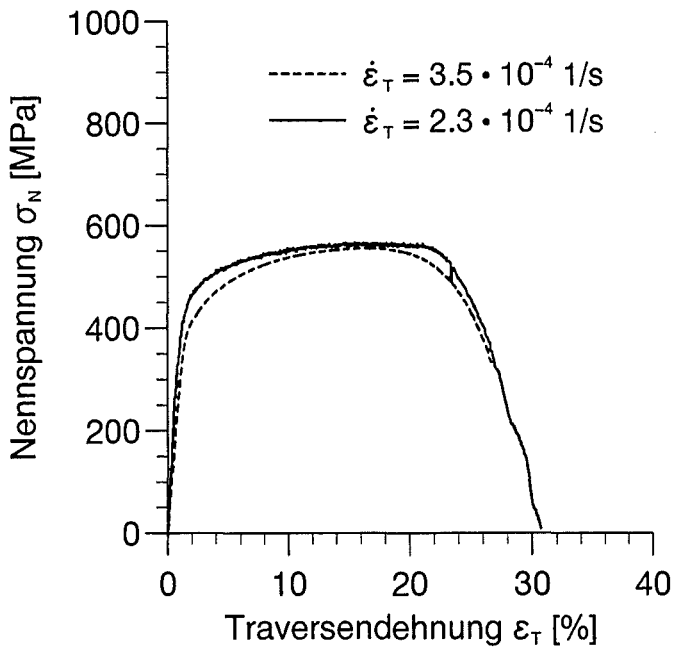
Wafer: 4146

Gefügedaten:

Morphologie: Nanokristallite (nadelförmig)
 Mittlere Korngröße: nanokristallin (nicht meßbar)
 Mikrohärtigkeit: 276 HV_{0.02}

Abb. 5.1: Nennspannungs-Traversendehnungs-Kennlinien von unbehandelten Nickel-Viersteg-Mikroproben.

Faßt man alle Zugkurven in einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm zusammen, so ist der Einfluß zunehmender Korngröße deutlich in der abfallenden Festigkeit und der zunehmenden Traversendehnung zu sehen.



Material:

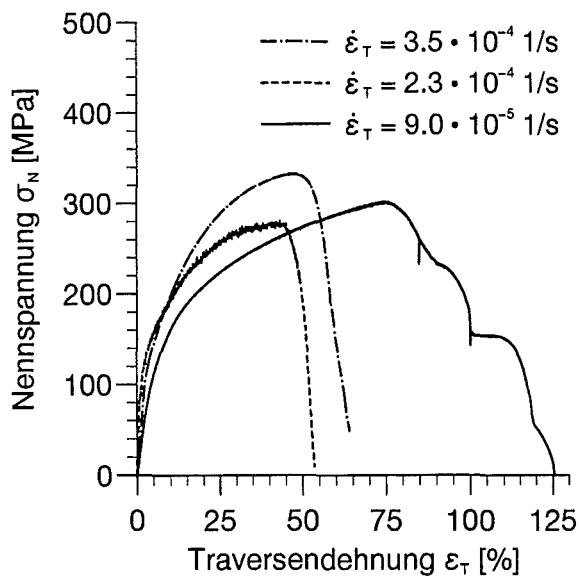
- galvanisch abgeschiedenes Nickel (450 °C, 13min. gegläht)

Wafer: 4146

Gefügedaten:

- Morphologie: feinkörniges, polykristallines Gefüge
- Mittlere Korngröße: 8.4 μm
- Mikrohärte: 116 HV_{0.02}

Abb. 5.2: Nennspannungs-Traversendehnungs-Kennlinien von wärmebehandelten Nickel-Viersteg-Mikroproben.



Material:

- galvanisch abgeschiedenes Nickel (800 °C, 13min. gegläht)

Wafer: 4146

Gefügedaten:

- Morphologie: grobkörniges, polykristallines Gefüge
- Mittlere Korngröße: 11.8 μm
- Mikrohärte: 105 HV_{0.02}

Abb. 5.3: Nennspannungs-Traversendehnungs-Kennlinien von wärmebehandelten Nickel-Viersteg-Mikroproben.

Einige Ergebnisse aus monotonen Zugversuchen an Nickel-Mikroproben sind in den Tabn. B.1 bis B.3 im Anhang B aufgeführt.

Vergleicht man die Werte der Zugfestigkeit für verschiedene Wafer (Herstellungschargen) miteinander (siehe Abb. 5.5), so wird ein deutlicher Unterschied zwischen den Wafeln erkennbar. Dies zeigt, daß im Zuge der Herstellung in der Galvanik ein Einfluß auf die Festigkeitswerte des herzustellenden Materials genommen werden kann. Ebenso folgt daraus, daß die Ergebnisse

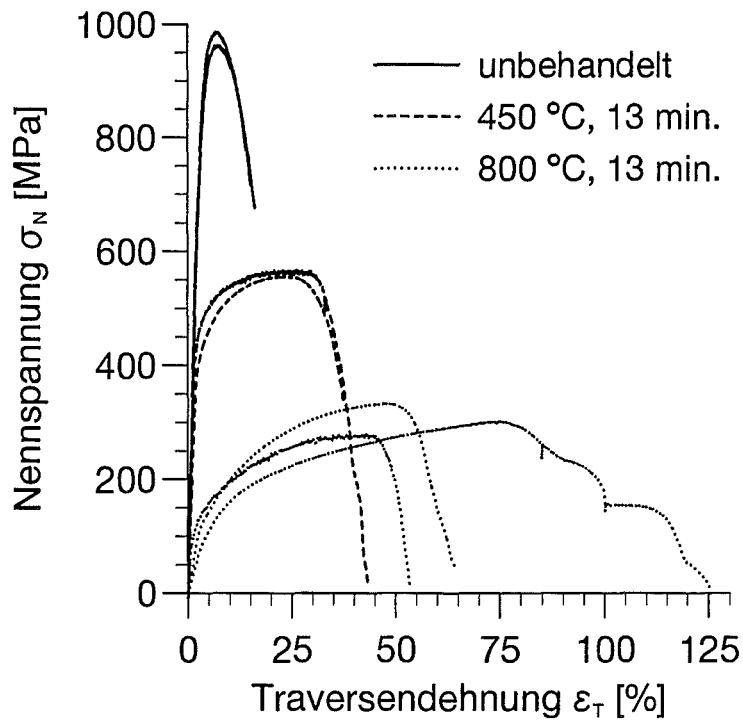


Abb. 5.4: Nennspannungs-Dehnungskennlinien Wafer 4146.

der Versuche nur innerhalb einer Wafercharge verglichen werden können.

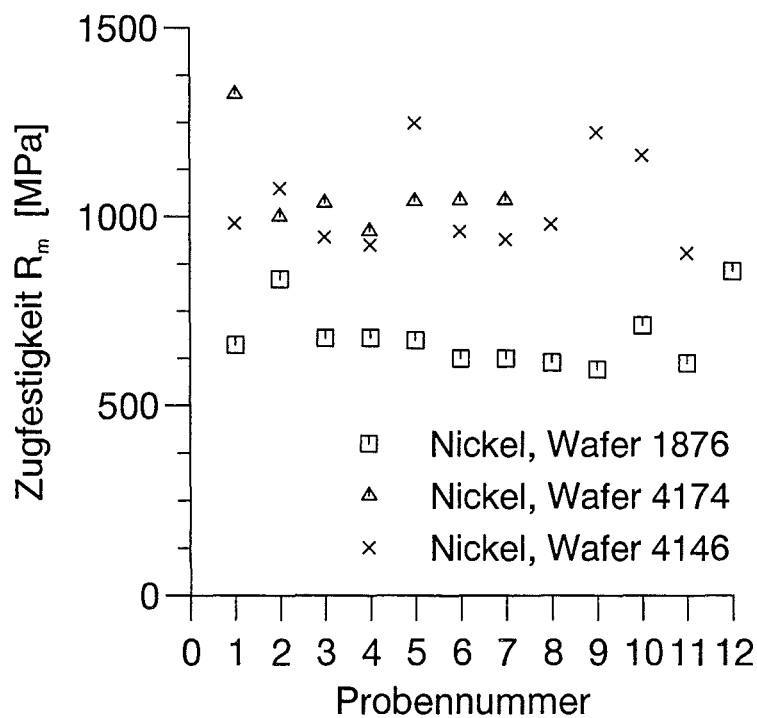


Abb. 5.5: Vergleich der Zugfestigkeiten R_m unterschiedlicher Produktionschargen (Wafer).

Zyklische Experimente

Wie in Abschnitt 4.2.1 erwähnt, wurde für zyklische Untersuchungen eine abgewandelte Probengeometrie entwickelt. Die zyklischen Versuche wurden traversengesteuert bei unterschiedlichen Mitteldehnungen durchgeführt (siehe Abb. 5.6). Im folgenden soll an einer bei $800^{\circ}\text{C}/13$ min. wärmebehandelten Nickel-Mikroprobe des Wafers 4146 ein zyklisches Experiment gezeigt werden. Aufgrund der geringen Knicklasten der Mikroproben konnten die Versuche nur im Zugschwellbereich durchgeführt werden. Unterhalb einer Druckbelastung von 50 MPa ist bei den Viersteg-„hourglas“-Mikroproben ein deutliches Beulen der Mikroprobe erkennbar. Der Betrag der Traversengeschwindigkeit betrug $3.5 \cdot 10^{-4} \text{1/s}$. Im Nennspannungs-Zeit-Diagramm ist eine zyklische Enfestigung des Materials zu sehen (siehe Abb. 5.7). Das zugeordnete Nennspannungs-Dehnungs-Verhalten ist in Abb. 5.8 dargestellt.

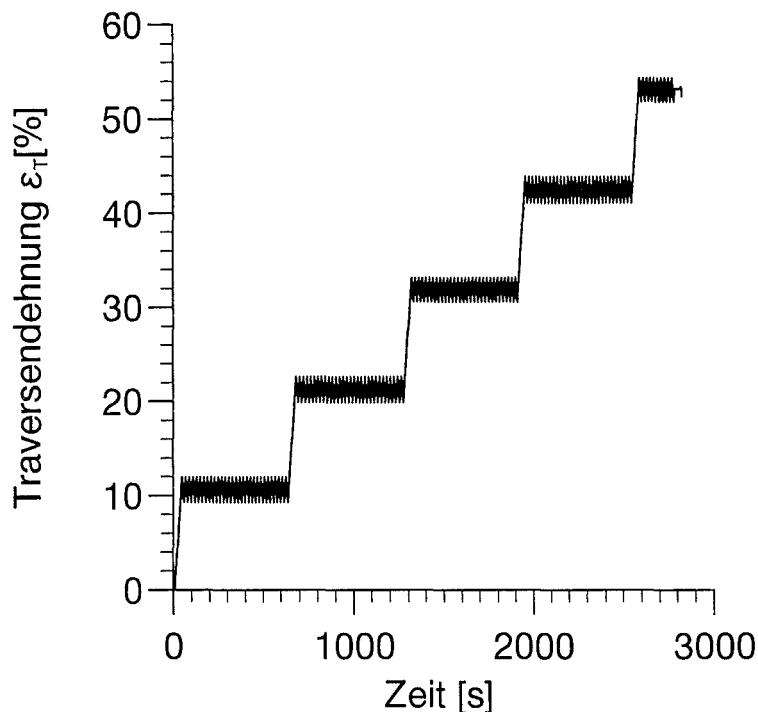


Abb. 5.6: Traversendehnungs(Steuersignal)-Zeitdiagramm einer Nickel Mikroprobe des Wafers 4146 (K8).

Zyklische Experimente mit gleicher Traversengeschwindigkeit wie im vorangegangenen Experiment zeigten bei einer Mitteldehnung (Traversendehnung) von 2.5 % und einer Dehnungsamplitude von 0.15% selbst nach 30000 Zyklen keine Änderung der Spannungsamplitude. Größere Traversendehnungsamplituden konnten nicht realisiert werden. Ab einer Traversendehnungsamplitude von 0.2% und einer Mitteldehnung von 0.8% konnte ein sichtbares Beulen der Probe bei negativen Nennspannungen beobachtet werden.

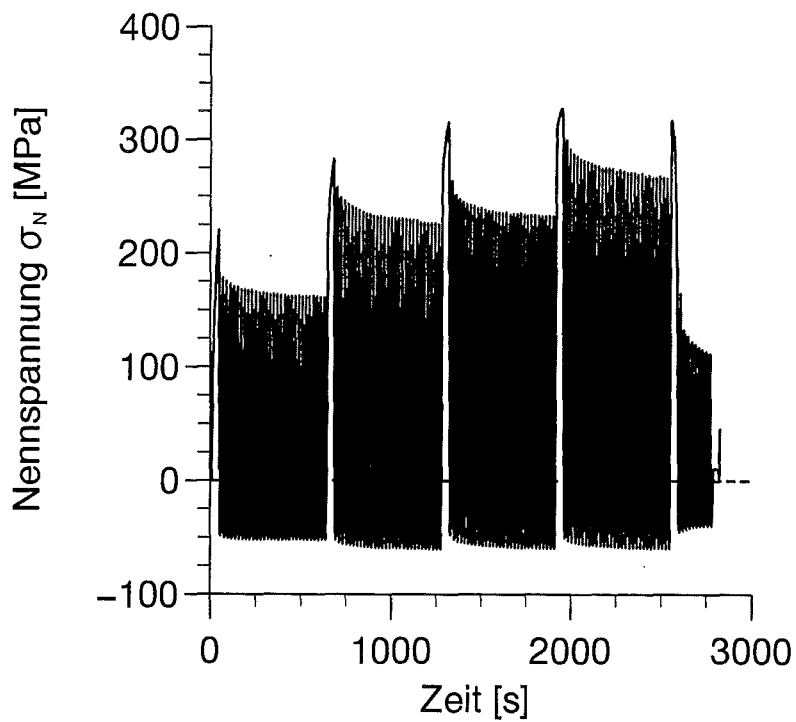


Abb. 5.7: Nennspannungs-Zeitdiagramm einer Nickel Mikroprobe des Wafers 4146 (K8).

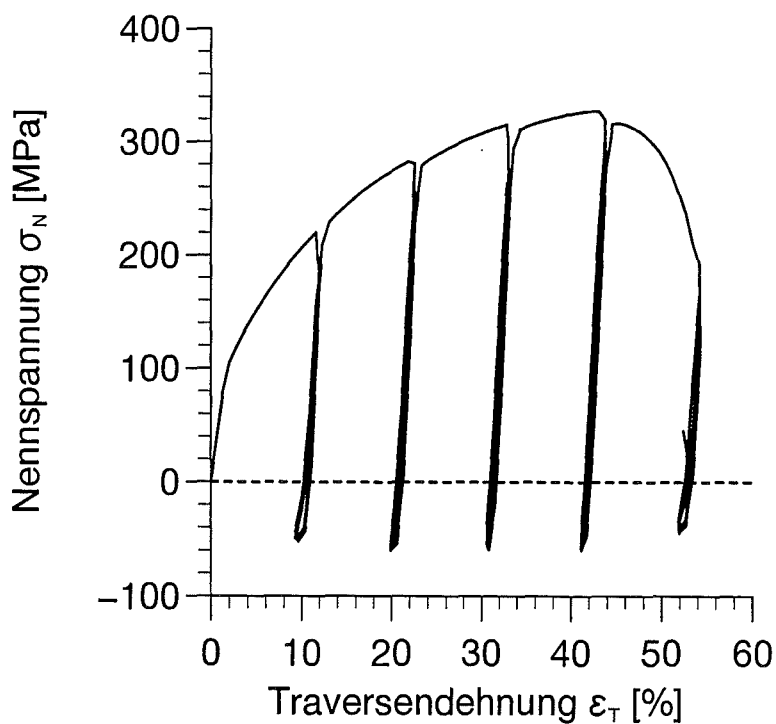


Abb. 5.8: Nennspannungs-Traversendehnungsdiagramm einer Nickel Mikroprobe des Wafers 4146 (K8).

5.3 Festigkeitsuntersuchungen an LIGA-Permalloy-Mikroproben (Vierstegproben)

Die Permalloy-Mikroproben wurden wie die Nickel-Mikroproben galvanisch abgeschieden und besitzen eine Zusammensetzung aus 80 Masse-% Nickel und 20 Masse-% Eisen. Im Gegensatz zum reinen galvanisch abgeschiedenen Nickel zeigten die unbehandelten galvanisch abgeschiedenen Permalloystrukturen in der Aufwachsrichtung keine ausgeprägte Nadelstruktur (siehe Anhang C.2). Die monotonen Zugversuche wurden wie bei den Nickelmikrostrukturen transversengesteuert durchgeführt. Es wurden Versuche unterschiedlicher Abzugsgeschwindigkeiten realisiert, um einen eventuellen Einfluß der Traversengeschwindigkeit auf die Zugfestigkeit zu ermitteln. Die Versuchsdurchführung entsprach exakt derer der Nickeluntersuchungen. Das Nennspannungs-Dehnungsdiagramm in Abb. 5.9 zeigt die Ergebnisse der Zugversuche an unbehandelten Permalloy-Mikrostrukturen. Im Vergleich zu den wärmebehandelten Permalloy-Mikrostrukturen zeigen die unbehandelten Mikrostrukturen keine ausgeprägte Streckgrenze aber eine erstaunlich hohe Zugfestigkeit. Mit anwachsender Verformungsgeschwindigkeit zeigt sich bei den unbehandelten Mikroproben ein Einfluß auf das Verfestigungsverhalten und die Zugfestigkeit. Bei den wärmebehandelten hingegen (siehe Abb. 5.10) kann nicht unbedingt von einer geschwindigkeitsabhängigen Verformung gesprochen werden. Die Materialdaten sind in Tabelle B.4 und B.5 zusammengefaßt. Ebenso unterschiedlich wie der Verlauf der Nennspannungs-Traversenkennlinien von unbehandelten und wärmebehandelten Mikroproben sind auch die Brüche der einzelnen Stege. Die Stege der unbehandelten Mikroproben brechen sehr spröde (Abscherungen ca. 45° zur Belastungsrichtung) wie sie auch die unbehandelten Nickel-Viersteg-Mikroproben (siehe Abb. C.6 links oben) zeigten. Die Bruchphänomene der wärmebehandelten Permalloy Stege hingegen konnten nicht mit denen der wärmebehandelten Nickelproben verglichen werden. Die Stege brachen zwar nacheinander, wie bei den Viersteg Nickelproben, dennoch war im Fall des Permalloys eine unterschiedliche Bruchoberfläche zu sehen. Die Stege der wärmebehandelten Permalloy-Mikroproben zeigten ausgesprochene Scherlippen (siehe Abb. C.8 links). Betrachtet man die Bruchoberfläche, so werden in den meisten Fällen transkristalline Scherbrüche sichtbar (siehe Abb. C.8 rechts). Dennoch weisen die Bereiche mit ausgebildeten Waben im Zentrum des Steges auf einen transkristallinen, duktilen Gewaltbruch hin.

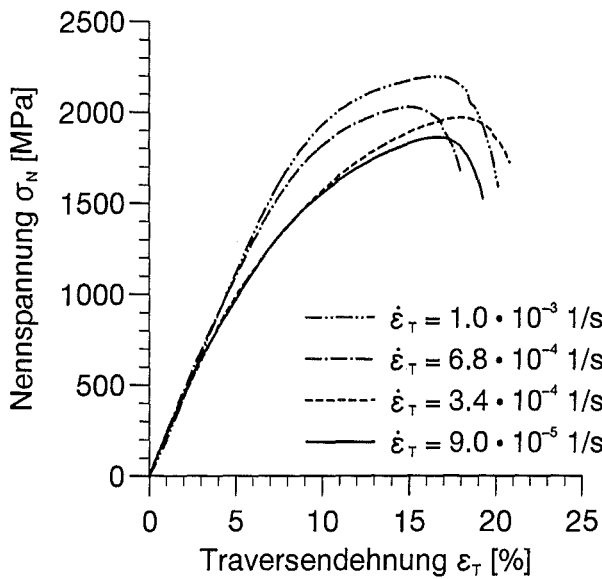


Abb. 5.9: Nennspannungs-Traversendehnungs-Kennlinien von unbehandelten Permalloy Viersteg-Mikroproben.

Material:

- galvanisch abgeschiedenes Permalloy (im Anlieferungszustand).

Wafer; 4154

Gefügedaten:

Morphologie: Nanokristallite
 Mittlere Korngröße: nanokristallin (nicht meßbar)

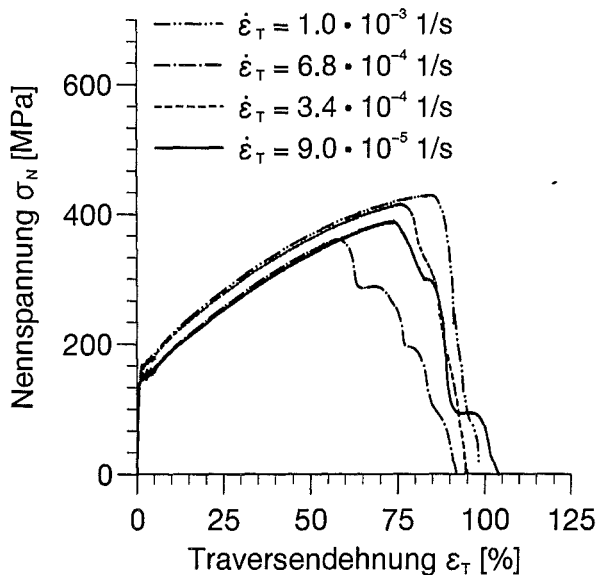


Abb. 5.10: Nennspannungs-Traversendehnungs-Kennlinien von wärmebehandelten Permalloy Viersteg-Mikroproben.

Material:

- galvanisch abgeschiedenes Permalloy (870 °C, 24 h geglüht)

Wafer; 4154

Gefügedaten:

Morphologie: grobkörnig
 Mittlere Korngröße: 20.12 μm

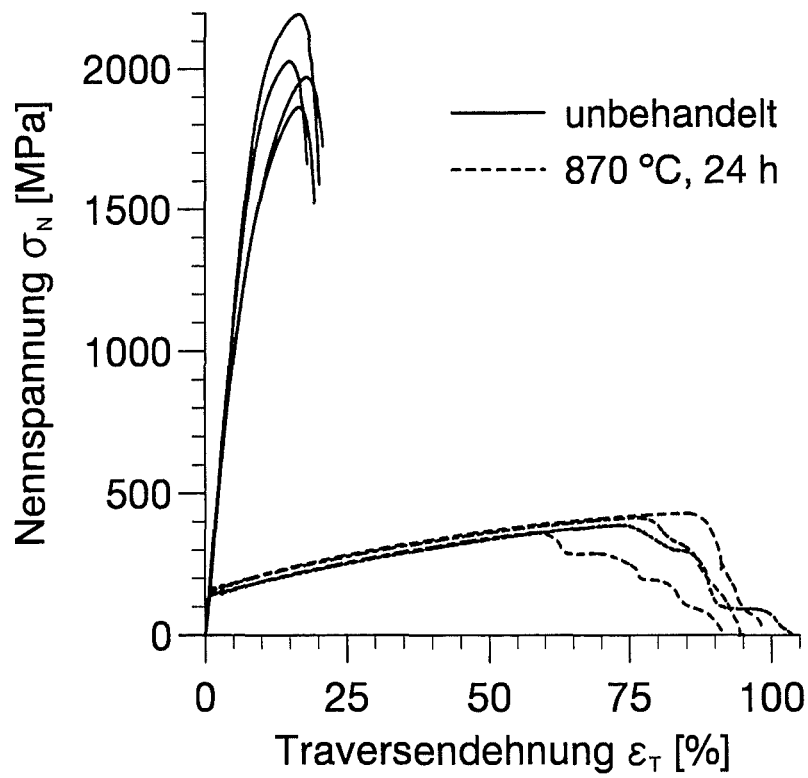


Abb. 5.11: Nennspannungs-Traversendeckungs-Kennlinien einiger monotoner Zugversuche an Permalloy Viersteg-Mikroproben (Wafer: 4154).

5.4 Festigkeitsuntersuchungen an LIGA-Kupfer-Mikroproben (Vierstegproben)

Im Gegensatz zu den Nickel- und Permalloy-Versuchen wurden im Falle der Untersuchung von Viersteg-Mikroproben aus galvanisch abgeschiedenem Kupfer keine metallographischen Untersuchungen vorgenommen. Dennoch wurden zwei unterschiedliche Wärmebehandlungen zur Umwandlung des anisotropen Ausgangsgefüges in ein polykristallines homogenes Gefüge durchgeführt. Es wurden Mikroproben bei $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ bzw. bei $760\text{ }^{\circ}\text{C}$ 15 min. im Vakuumrohrföfen geglüht. Die Experimente wurden wie in den vorangegangenen Abschnitten mit unterschiedlichen Abzugsgeschwindigkeiten ($9 \cdot 10^{-5} < \dot{\epsilon}_T < 10^{-3}$) durchgeführt. Der Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf die Verfestigung ist den Ergebnissen nach nur schwach vorhanden. Die durch die Wärmebehandlungen hervorgerufenen mikrostrukturelle Veränderungen des Kupfers hatten hingegen einen starken Einfluß auf das Verfestigungsverhalten, die Festigkeit als auch die Bruchdehnung. Zusammenfassend sind die monotonen Zugversuche in den folgenden Abb. 5.12 und 5.13 gezeigt. Die Materialdaten sind in den Tabn. B.6 und B.7 aufgelistet.

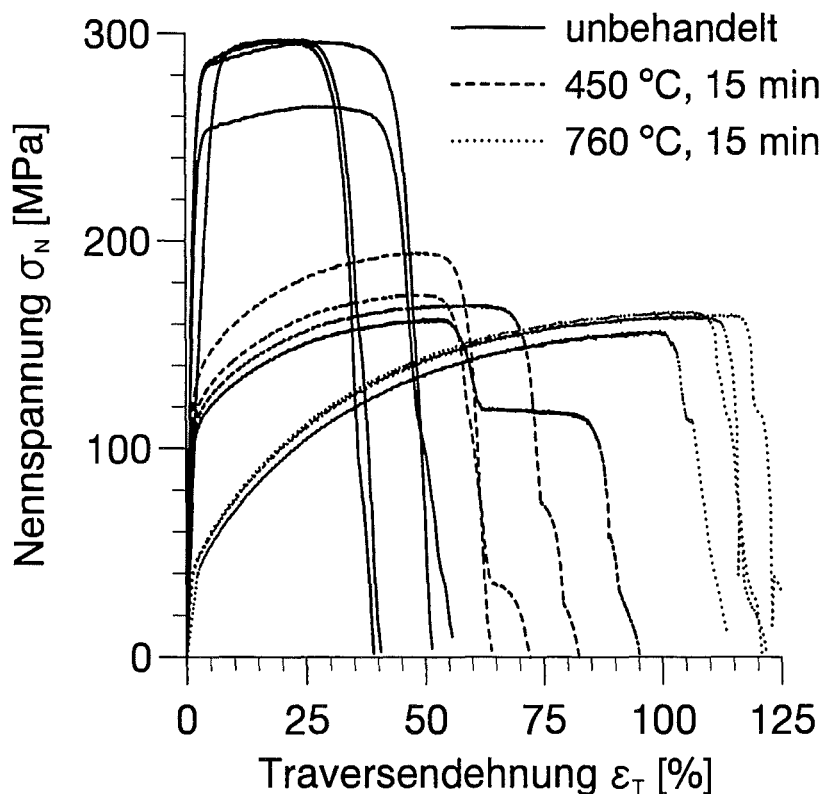


Abb. 5.12: Nennspannungs-Traversendehnungs-Kennlinien einiger monotoner Zugversuche an Kupfer Viersteg-Mikroproben (Wafer: 1875).

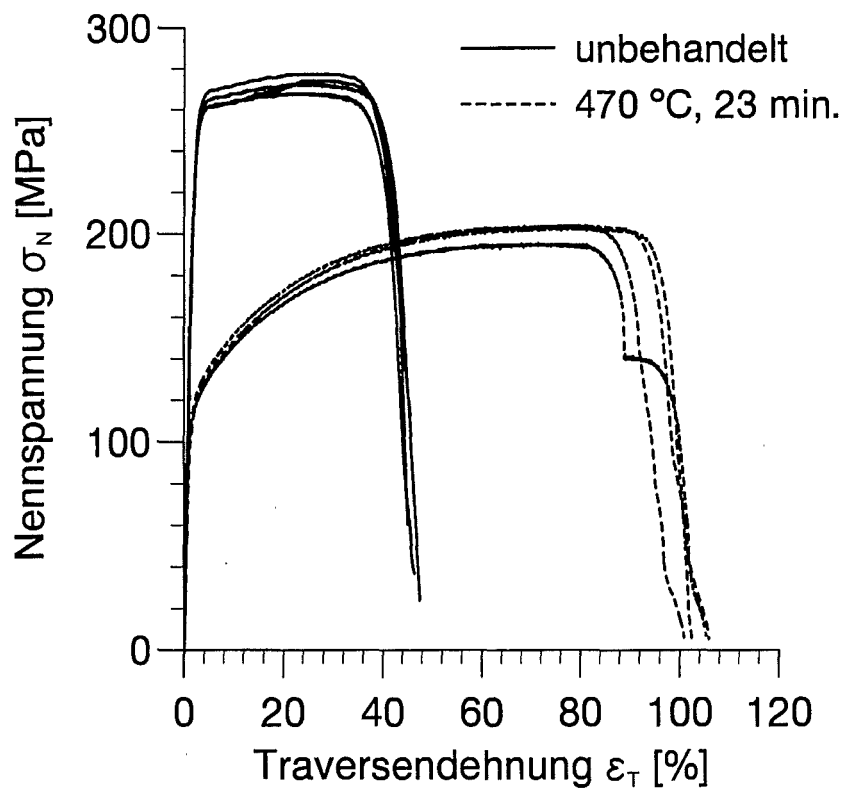


Abb. 5.13: Nennspannungs-Traversendehnungs-Kennlinien einiger monotonen Zugversuche an Kupfer Viersteg-Mikroproben (Wafer: 4153)

5.5 Experimente an Einsteg-Mikroproben aus Stahl unter Verwendung des optischen Dehnmeßsystems

Wegen der aufwendigen und teureren Herstellung der LIGA-Mikrozugproben wurden zum Testen des berührungslosen optischen Meßsystems (siehe Abschnitt 3.4.3) lasergeschnittene Mikroproben aus einem kaltgewalzten austenitischen Stahl (1.4310) herausgerodiert. Diese Mikroproben hatten die gleiche Probengeometrie (siehe Abb. 4.12) wie die zu untersuchenden LIGA-Mikroproben. Folien des gleichen Materials mit einer Stärke von $100\mu\text{m}$ wurden ebenfalls zur Herstellung von Makroproben (siehe Abb. 4.15) verwendet. Anhand der beiden Proben unterschiedlicher Größe soll im folgenden ein Vergleich angestellt werden.

5.5.1 Monotone Zugversuche

Zur Ermittlung der Festigkeitswerte und der Gleichmaß- und Bruchdehnung wurden monotone Zugversuche durchgeführt. Steuergröße war die Traversendehnung. Verwendet wurden lasergeschnittene und wärmebehandelte ($1000\text{ }^\circ\text{C}/1\text{h}$) Einsteg-Mikroproben. In allen Experimenten ist trotz der Traversensteuerung bis zum Erreichen der Zugfestigkeit ein annähernd linearer Verlauf der gemessenen Dehnung zu erkennen (siehe Abb. 5.14). Die Abzugsgeschwindigkeit betrug in dem gezeigten Versuch $\dot{\epsilon}_T = 8.6 \cdot 10^{-5} \text{ 1/s}$. An den Markierungen wurde eine Dehnungsgeschwindigkeit von $\dot{\epsilon} = 1.25 \cdot 10^{-4} \text{ 1/s}$ gemessen.

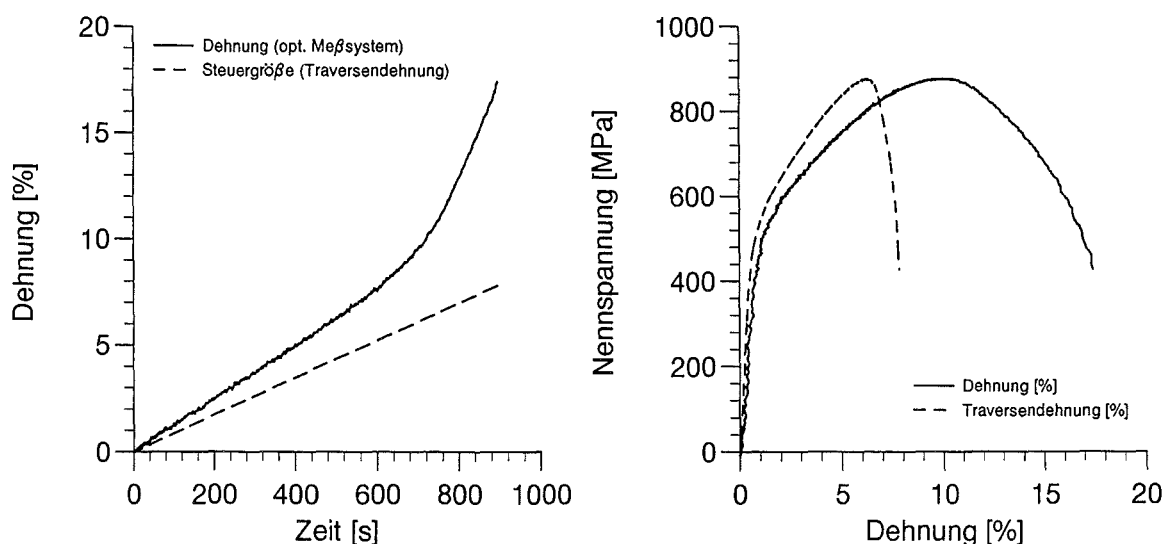


Abb. 5.14: Zugexperiment mit konstanter Traversengeschwindigkeit.

Zur Untersuchung des Einflusses der Belastungsgeschwindigkeit auf das Werkstoffverhalten wurden monotone Zugversuche mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten durchgeführt. Es wurden wärmebehandelte ($1000\text{ }^\circ\text{C}/1\text{h}$) Stahl-Mikroproben verwendet. Abb. 5.15 zeigt die Ergeb-

nisse von 4 monotonen Zugversuchen unterschiedlicher Abzugsgeschwindigkeit. Wie in Abb. 5.14 links zu sehen ist, kann die mit dem optischen Meßsystem erfaßte Dehnungsgeschwindigkeit bis zum Beginn der Einschnürung als konstante Größe betrachtet werden. Dieses Verhalten zeigte sich bei allen monotonen Zugversuchen mit diesem Material. Anhand mehrerer Experimente mit konstanter Traversengeschwindigkeit konnte der in Abb. 5.16 gezeigte Zusammenhang zwischen der gesteuerten Traversendehnungs- und der gemessenen Dehnungsgeschwindigkeit gewonnen werden.

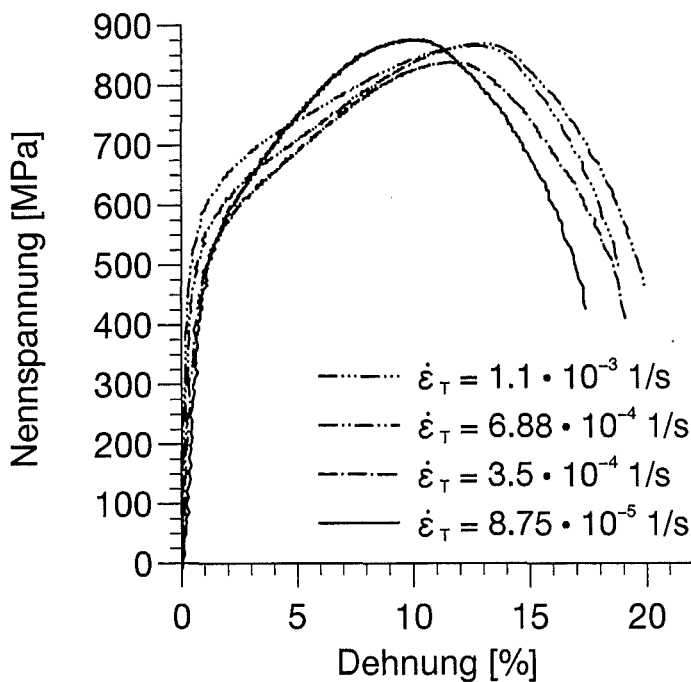


Abb. 5.15: Spannungs-Dehnungs-Verläufe monotoner Zugversuche unterschiedlicher Abzugsgeschwindigkeiten an CrNi-Stahl (1.4310) nach einer Wärmebehandlung (1000 °C/1h).

Zusammenfassend konnte im Falle der Stahl-Mikroproben kaum ein Einfluß der Abzugsgeschwindigkeit auf Streckgrenze und Zugfestigkeit festgestellt werden. Betrachtet man die Bruchbilder der Stahl-Mikroproben (siehe Abb. C.12 im Anhang C.3.1), so zeigten die untersuchten Proben reine Scherbrüche mit starken Materialverformungen zur Bruchfläche hin. Die aus den Nennspannungs-Dehnungs-Kennlinien entnehmbaren Werkstoffdaten sind in Tab. B.9 zusammengefaßt.

5.5.2 Versuche mit Haltezeiten

In den folgenden Untersuchungen wurden ausschließlich wärmebehandelte (1000 °C/1h) Mikroproben aus Stahl verwendet. Alle Versuche wurden traversengesteuert durchgeführt. Die mit der optischen Einrichtung gemessene Dehnung wurde aufgezeichnet und ausgewertet. In Abb. 5.17 (links und rechts) werden die beiden Dehnungssignale eines Relaxationsversuches über der Zeit aufgetragen. Der Versuch besteht aus Belastungsschritten mit einer Abzugsgeschwindigkeit von $\epsilon_T = 3.8 \cdot 10^{-4}$ und anschließenden Haltezeiten einer Dauer von 180 s. In

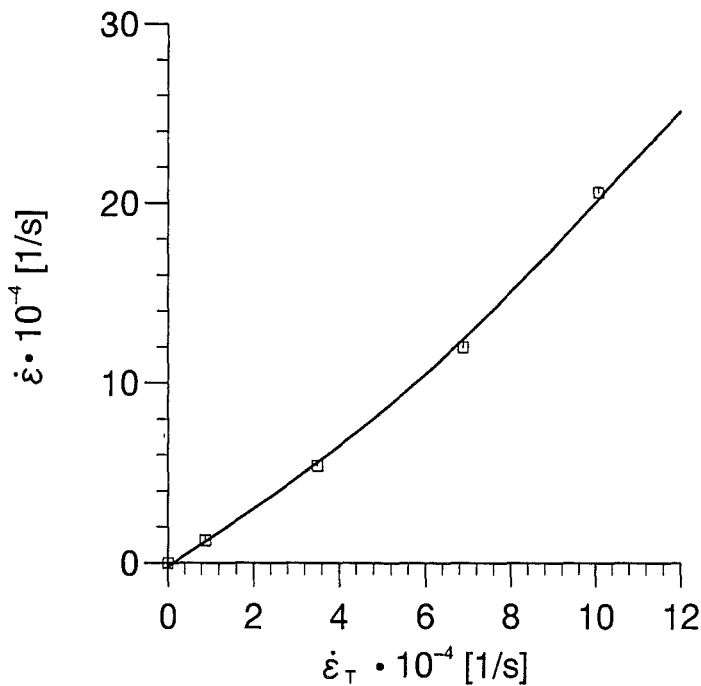


Abb. 5.16:

Verlauf der gemessenen Dehnrates über der gesteuerten Traversendehnrates für wärmebehandelte ($1000\text{ }^\circ\text{C}/1\text{h}$) Stahl(1.4310)-Mikroproben.

der entsprechenden Nennspannungs-Dehnungs-Antwort wird die Problematik der optischen Meßeinrichtung deutlich. In Abb. 5.18 rechts wird die Schwankungsbreite des Signals des optischen Dehnmeßsystems sichtbar. Eindeutig zurückzuführen ist dieses Signalrauschen um einen Mittelwert auf die Intensitätssprünge zwischen den einzelnen Pixeln auf dem Liniensensor (siehe Abschnitt 3.4.3). Man stößt, wie hier gezeigt wird, an die Auflösungsgrenze des optischen Wegaufnehmers, welcher wie schon in Abschnitt 3.4.3 erwähnt wurde, bei $0.5\mu\text{m}$ (laut Hersteller) liegt. Da die Bandbreite, in welcher das Signal schwankt, annähernd konstant bleibt und das Signal nicht driftet, kann mit einer sinnvollen Mittelung ein vernünftiges Ergebnis erzeugt werden (siehe Abb. 5.18 rechts). In Abb. 5.19 wird ein Ausschnitt der Nennspannungs-Zeit-Kennlinie des Versuches, welcher in den Abb. 5.17 und 5.18 aufgetragen wird, dargestellt.

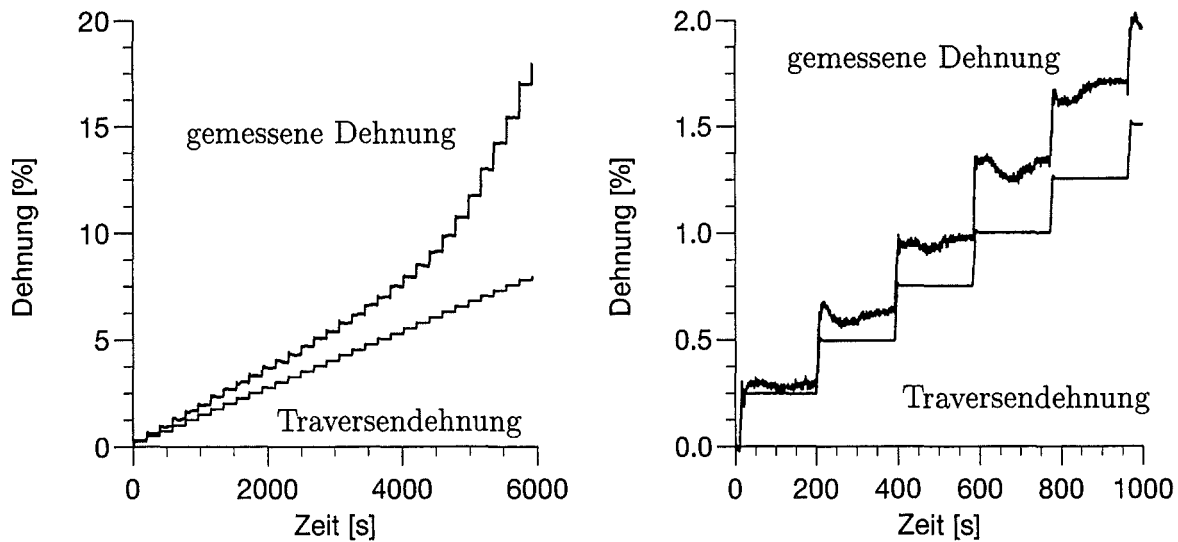


Abb. 5.17: Vergleich der gesteuerten Traversendehnung mit der gemessenen Gleichmaßdehnung (opt. Meßsystem) bei einem Zugversuch mit Haltezeiten.

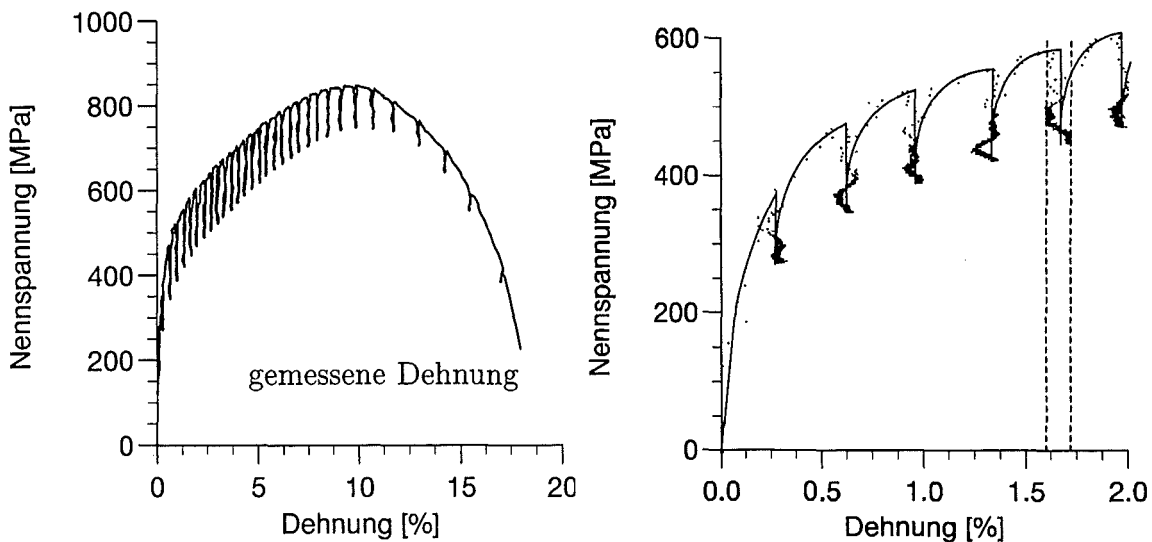


Abb. 5.18: Nennspannungs-Dehnungs-Verhalten einer lasergeschnittenen Stahl-Mikroprobe (1.4310). Das Steuersignal ist den obenstehenden Abbildungen zu entnehmen.

5.5.3 Zugversuche mit Entlastungen

Wie in dem vorangegangenen Experiment wurden die Versuche traversengesteuert durchgeführt. Die Be- und Entlastungsgeschwindigkeit lag bei $\varepsilon_T = 3.8 \cdot 10^{-4}$ 1/s. Die gesteuerte Traversendehnung und die aufgenommene Totaldehnung im Gleichmaßbereich sind in Abb. 5.20 zu sehen. Im Bild rechts (Abb. 5.20) ist die Abweichung zwischen gesteuerter Traversendehnung und gemessener Dehnung im Gleichmaßbereich in vergrößertem Maßstab zu erkennen.

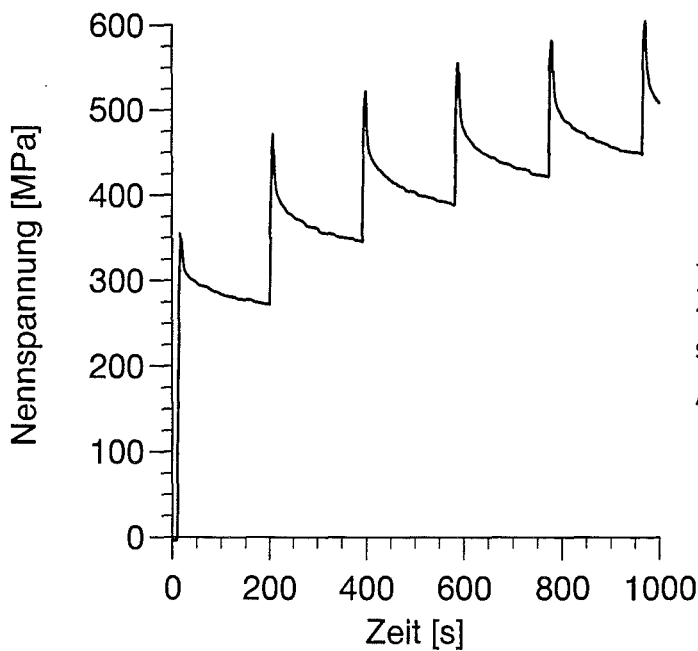


Abb. 5.19:
Zeitlicher Verlauf der Nennspannung des Zugversuches aus Abb. 5.17.

Die Meßpunkte, des optischen Dehnungmeßsystem werden hier gemittelt aufgetragen.

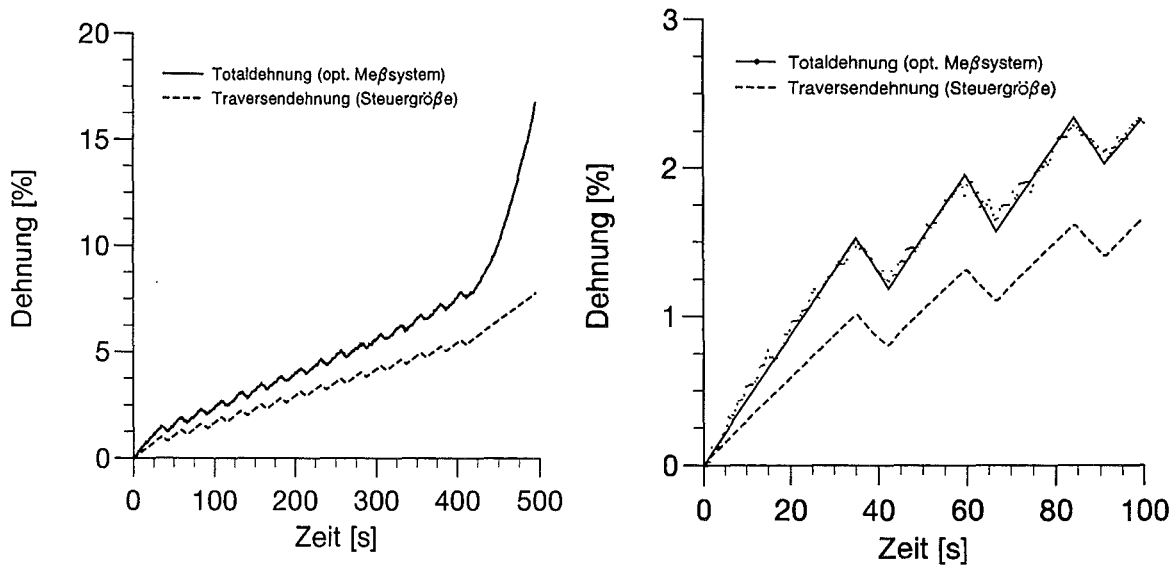


Abb. 5.20: Zeitlicher Verlauf der gesteuerten Traversendehnung und der gemessenen Totaldehnung mit dem opt. Meßsystem.

Die dazugehörigen Nennspannungs-Dehnungs-Kennlinien sind in Abb. 5.21 angegeben. Zu erwähnen ist, daß in den Diagrammen das gemittelte Dehnungssignal (gemessen mit dem optischen Meßsystem) aufgetragen wurde.

Verwendet man die Steigung der gemittelten Ent- und Belastungsgeraden im Nennspannungs-Totaldehnungs-Diagramm von drei vergleichbaren Experimenten zur Berechnung des Elastizitätsmoduls, so erhält man im Falle des untersuchten CrNi-Stahles einen Mittelwert von

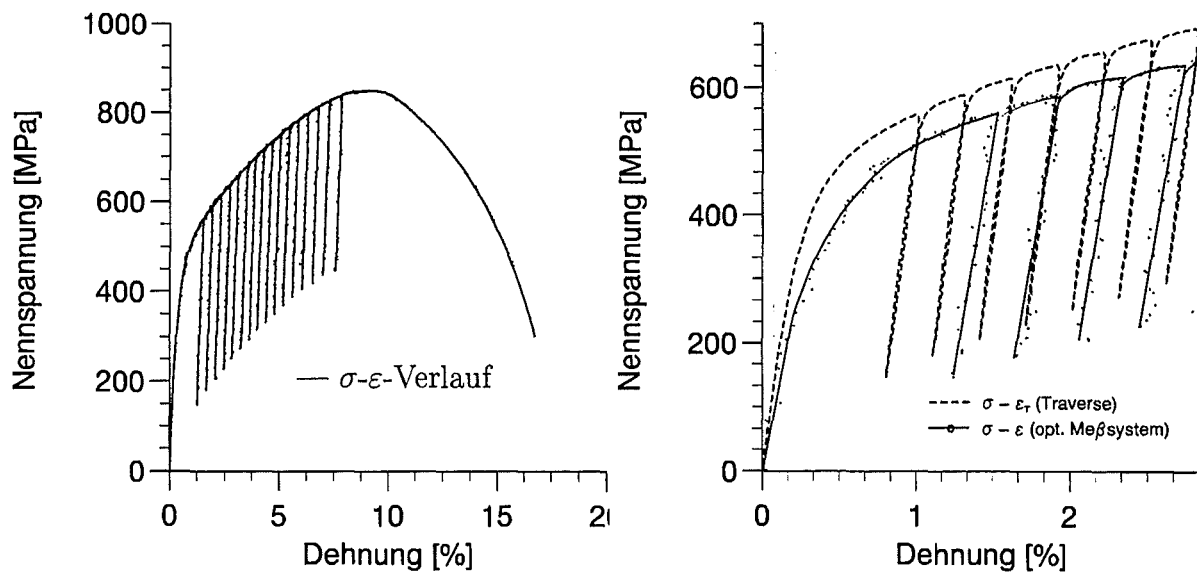


Abb. 5.21: Nennspannungs-Dehnungs-Verlauf eines Zugversuches mit Ent- und Wiederbelastung der Mikroprobe.

$$\bar{E}_{1.4310} = 182500 \text{ MPa} \text{ (vgl. dazu auch Tab. B.9 im Anhang B.4.2).}$$

5.6 Dehnungsgesteuerte Experimente an Stahl-Makroproben unter Verwendung eines Lasermeßsystems

5.6.1 Versuchsaufbau

Zur Untersuchung von Makroproben (Probengeometrie siehe Abb. 4.15) aus 0.1 mm dicken Metallfolien wurde eine Einspindel-Zugprüfmaschine mit digitaler Steuerung [27] verwendet. Die Spannköpfe mit je zwei pneumatischen Spannzylindern wurden an die dünnen Flachproben angepaßt. Zur Dehnungsmessung bzw. Dehnungssteuerung wurde eine Photoelektrische Laserlichtschranke der Fa. Keyence [31] verwendet. Es handelt sich hierbei um einen Halbleiterlaser mit einer maximalen Wellenlänge von 780 nm, einem Meßfeld von $10 \times 1 \text{ mm}^2$ und einer Auflösung von $10 \mu\text{m}$ (0.1% des Meßbereiches von 10 mm). Wie in Abb. 5.22 zu sehen ist, mußte die Probe präpariert werden, um die Laserlichtschranke als Dehnungsmessung verwenden zu können.

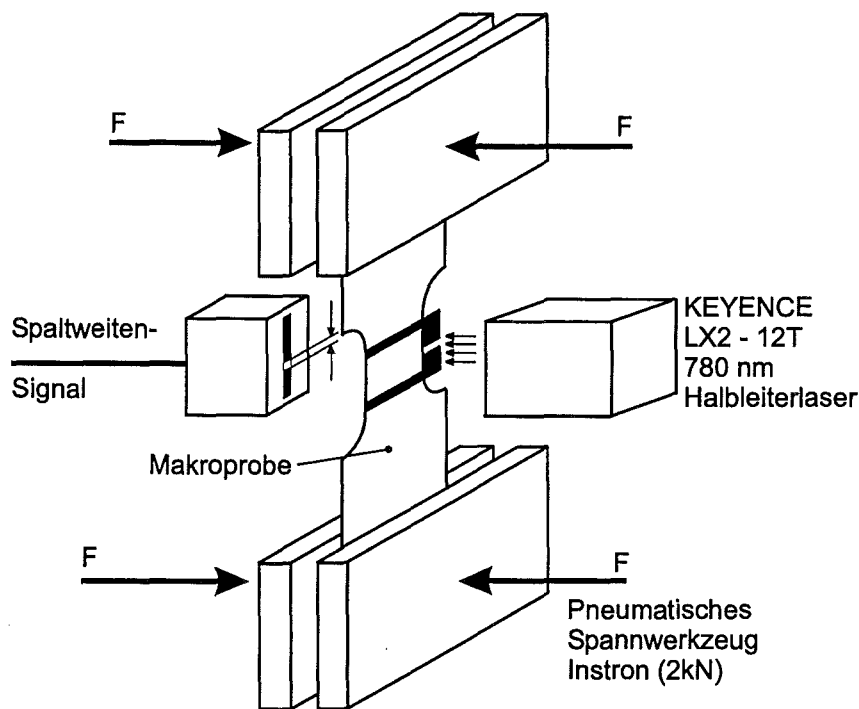


Abb. 5.22: Skizze des Versuchsaufbaus zur Untersuchung von Blechproben unter Verwendung eines berührungslosen Dehnmeßsystems.

Dazu wurden Selbstklebeetiketten wie in Abb. 5.23 zu sehen, präzise zurecht geschnitten und innerhalb des Gleichmaßbereiches wie in der Abb. 5.23 zu sehen ist, aufgeklebt. Vorversuche haben gezeigt, daß die aufgeklebten Streifen bei den gewählten Streifenbreiten während der Verformung der Probe auf dem aufgeklebten Platz blieben. Ähnlich wie das optische Wegmeßsystem, welches zur Dehnungsmessung an den Mikroproben verwendet wird (siehe Abschnitt 3.4.3), arbeitet auch dieses Meßsystem nach einem Schattenprojektionsprinzip.

Die beiden aufgeklebten Markierungen schatten die Sensorfläche bis auf den Spalt der Breite l_1 ab. Die durch den Spalt auf den Sensor auftreffende Lichtmenge wird in Form einer analogen Spannung vom Verstärker des Lasermeßsystems ausgegeben. Die abgeschirmte Fläche des Lasersignals ist proportional zur Ausgangsspannung des Verstärkers. Nach einer Kalibration der Meßeinrichtung mit zuvor ausgemessenen definierten Spaltbreiten l_1 , kann jedem analogen Ausgangssignal eine Weglänge zugeordnet werden. Dieses analoge Ausgangssignal aus der Laser-Meßeinrichtung wird als Ist-Signal in den Regelkreis der Prüfmaschine eingespeist. Mit Hilfe der digitalen Steuerung und einer entsprechenden Software ist somit eine Dehnungssteuerung möglich.

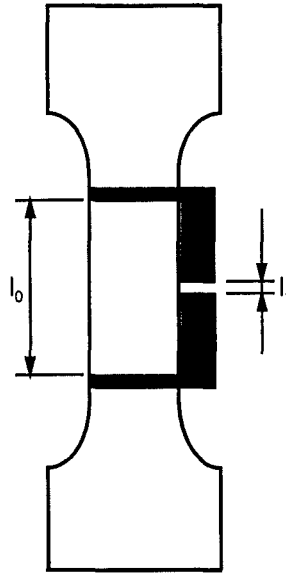


Abb. 5.23:
Makrozugprobe mit aufgeklebten Markierungen

5.6.2 Monotone Zugversuche an Stahl(1.4310)-Makroproben

Alle Makroproben wurden zusammen mit den Stahl-Mikroproben bei $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ 1 Stunde lang im Vakuum-Rohröfen geglüht. Die Versuche wurden dehnungsgesteuert durchgeführt. Zwei exemplarische Ergebnisse aus monotonen Zugversuchen sind in Abb. 5.24 zu sehen. Zu bemerken ist, daß das Material nicht das erwartete Verhalten eines üblichen Stahles zeigt, welcher ab Erreichen der Zugfestigkeit aufgrund der beginnenden Einschnürung einen sichtbaren Nennspannungsabfall aufweist. Die Nennspannung nimmt mit zunehmender Verformung kontinuierlich zu.

Dieses Verfestigungsverhalten, welches bei allen untersuchten Stahl-Makroproben (Materialzusammensetzung siehe Tab. B.8) beobachtet wurde, weist auf eine verformungsinduzierte Martensitbildung hin. Ähnliche Phänomene kontinuierlicher bzw. progressiver Verfestigung mit zunehmender plastischer Verformung der Probe konnten in sogenannten TRIP-Stählen¹ nachgewiesen werden [55], [49], [9], [53]. Betrachtet man die Schlißbilder (siehe Anhang C, Abb. C.10 rechts) der Stahlproben, so zeigte sich selbst nach einer einstündigen Glühdauer

¹Transformation-Induced Plasticity

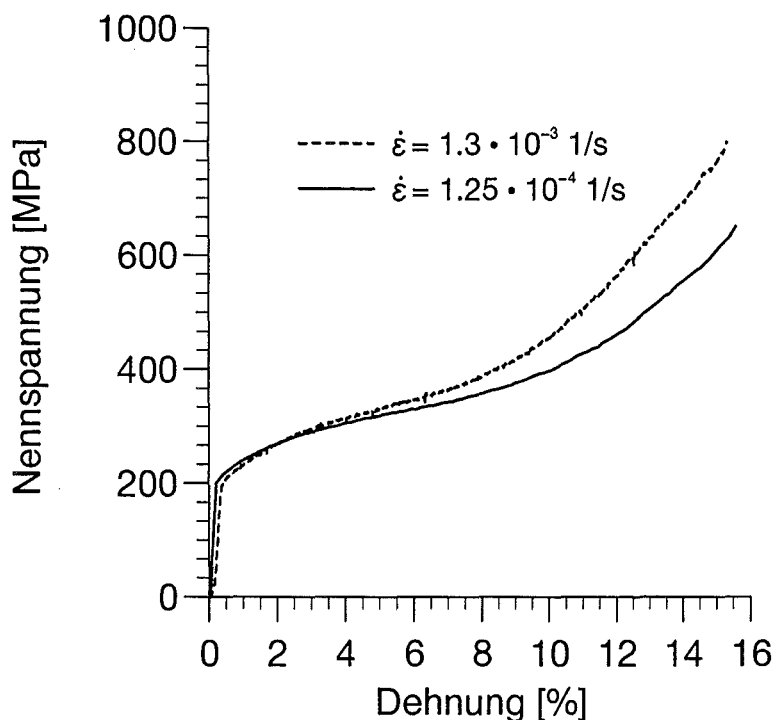


Abb. 5.24: Dehnungsgesteuerte Zugversuche an Makroproben mit unterschiedlicher Abzugsgeschwindigkeit.

bei einer Glühtemperatur von $T_g = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ und sehr langsamer Abkühlung, daß ein unerwartet hoher Martensitanteil zwischen dem austenischen Gefüge vorhanden ist. Grundsätzlich sollte erwähnt werden, daß das Anfertigen von Schlifffbildern des verwendeten Stahles schwierig war, da sich durch unvorsichtiges Schleifen das austenitische Grundgefüge an der Oberfläche in Martensit umwandeln kann. Im Laufe mehrerer Untersuchungen zeigte sich sehr schnell, daß noch sehr viele zusätzliche Gefüge- und Phasenanalysen notwendig sind, um mehr über den gemessenen Effekt der verformungsinduzierten Phasenumwandlung in den verwendeten Stahlproben zu erfahren. Abschließend wurden Zugversuche mit Entlastungen und Wiederbelastungen durchgeführt. Die Proben wurden aber nicht bis zum Bruch verformt, sondern nach einer definierten bleibenden Dehnung ausgebaut und in der Metallographie untersucht. Alle Versuche wurden mit einer konstanten Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 6.2 \cdot 10^{-4} \text{ 1/s}$ durchgeführt. Untersucht wurde hierbei der Verlauf der Mikrohärtete der unterschiedlich verformten Proben. Die Nennspannungs-Dehnungs-Kennlinien der unterschiedlich stark verformten Makroproben sind in Abb. 5.25 links zu sehen. Ein eindeutiges Indiz für die mit zunehmender Verformung stattfindende Phasenumwandlung zeigt der Verlauf der Mikrohärtete² in Abb. 5.25 rechts. Die in der Legende der Abb. 5.25 links gezeigten Zahlenwerte entsprechen der bleibenden plastischen Dehnung, bei welcher die Probe ausgebaut und untersucht wurde.

Die Materialdaten aus den Versuchen an Stahl-Makroproben wurden in der Tab. B.10 zusam-

²Die Mikrohärtete wurde mit einer Prüfkraft von $F=0.49 \text{ N}$ gemessen. Es wurden zehn Einzelmessungen über der Schlifffebene (siehe Abb. A.2) verteilt durchgeführt und gemittelt.

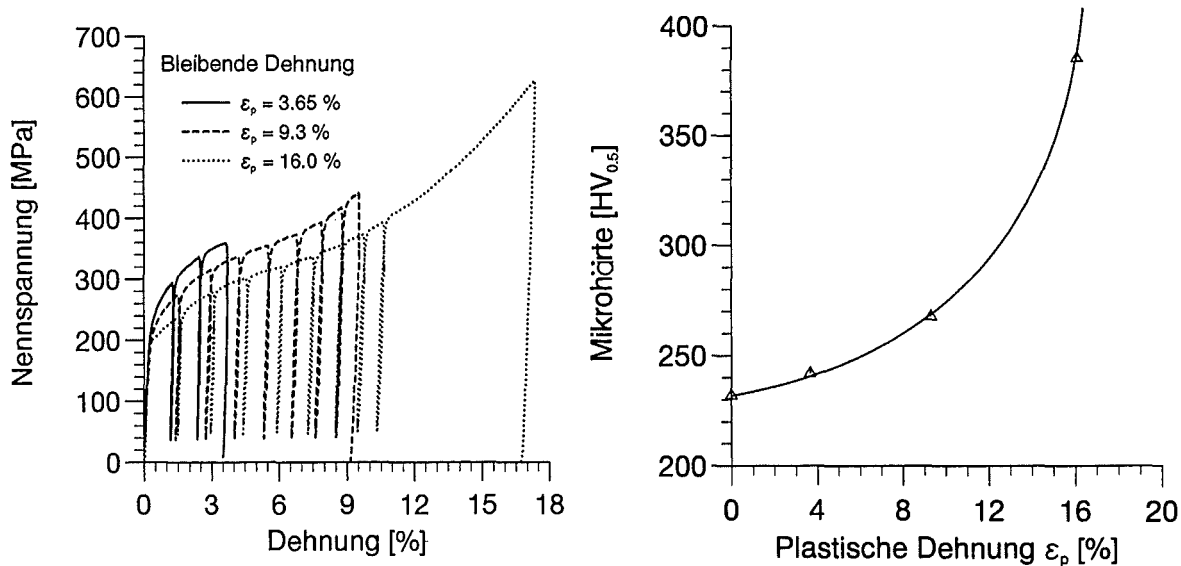


Abb. 5.25: Einfluß der plastischen Verformung auf die Mikrohärtigkeit.

mengefaßt. Das Bruchverhalten der Stahl-Makroprobe war in allen Fällen spröde. Die Proben sind alle in einem Winkel von $45^\circ \pm 3^\circ$ zur Zugrichtung gebrochen. Eine Einschnürung war, wie auch das Nennspannungs-Totaldehnungs-Diagramm zeigt, an der Probe nicht zu erkennen. Auf den Probenoberflächen zeigten sich Gleitlinien in einer X-Anordnung wie die Bruchkante in einem Winkel von $45^\circ (\pm 3^\circ)$. Die Bruchoberfläche (siehe Abb. C.13) zeigt auf einer Bruchseite ausgeprägte Lippen an den Probenoberflächen. Ausgeprägte Wabenstrukturen weisen auf den vorhandenen Martensit hin (Vergleiche dazu auch entsprechende REM-Bilder in [15]).

5.6.3 Vergleich zwischen Mikro- und Makroversuchen an einem CrNi-Stahl

Vergleicht man die Ergebnisse der Zugversuche an Mikroproben mit denen der Makroproben so zeigten die Mikroproben im Mittel in allen meßbaren Größen höhere Werte (siehe Tab. 5.2). Die Untersuchung des Phänomens der verformungsinduzierten Phasenumwandlung bei den Makroproben und der Frage, weshalb die Mikroproben kein ähnliches Verhalten zeigen, würde den Rahmen dieser Arbeit überschreiten. Es müßte vorab sicher gestellt werden, daß die Gefüge im unverformten Zustand bei beiden Probenformen die Gleichen sind. Da aber die Gefüge, bzw. die Gefügebestandteile abhängig sind von

- a.) der chemischen Zusammensetzung
- b.) der Wärmebehandlung
- c.) einer zuvor stattgefundenen Kaltverformung

und diese die Eigenschaften des Stahles in maßgeblicher Weise beeinflussen, kann rückblickend gesagt werden, daß zu Vergleichszwecken zwischen dem Materialverhalten der Mikro- und Makroprobe der untersuchte austenitische CrNi-Stahl sich als nur bedingt geeignet erwiesen hat. In den folgenden Abschnitten werden Mikro- und Makroproben aus dem LIGA-Werkstoff Nickel auf ihr Materialverhalten hin untersucht.

	Streckgrenze $R_{p0.2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	E-Modul [MPa]	Gleichmaßdehnung δ_{gl} [%]	Bruchdehnung δ [%]
Mikroprobe	248	840	182500	9.5	17.6
Makroprobe	184	727	141250	= δ	15

Tab. 5.2: Gegenüberstellung der Mittelwerte der gemessenen Materialdaten an wärmebehandelten Stahl(1.4310)-Mikro- und Makroproben

5.7 Experimente an Einsteg-Mikroproben aus Nickel (LIGA) unter Verwendung des optischen Dehnmeßsystems

Im Gegensatz zu den Stahl-Mikro- und Makroproben wurden die Nickelproben alle galvanisch hergestellt (siehe Abschnitt 4.1). Anhand dieser Einstegproben soll das Werkstoffverhalten sowohl der galvanisch abgeschiedenen Mikroproben im Ausgangszustand, als auch nach einer Wärmebehandlung, ermittelt werden. Wie bei den Teststrukturen aus Stahl wurden unterschiedliche Experimente an den mikrostrukturierten Proben durchgeführt. Vor dem Ablösen der Mikroproben vom Wafer (siehe Herstellungsbeschreibung in Abschnitt 4.1.1) wurden die Strukturhöhen der einzelnen Proben abgetastet (siehe Abschnitt 4.3.5). Die Strukturbreiten lagen im Gleichmaßbereich bei $100\mu\text{m}$. Die aus den beiden Maßen errechenbare Querschnittsfläche dient als Quotient zur Berechnung der Nennspannung. Die im folgenden gezeigten Experimente wurden wie im Fall der Stahl-Mikroproben traversengesteuert durchgeführt. Die Proben wurden alle dem Wafer W7023 entnommen. Die Glühungen wurden wie bei den LIGA-Vierstegproben unter Berücksichtigung des Rekristallisationsverhaltens (siehe Abschnitt C.1.1) bei $450\text{ }^\circ\text{C}$ und bei $800\text{ }^\circ\text{C}$ jeweils 13 Minuten lang im Vakuumrohrföfen geöhlt. Die Gefügedaten der untersuchten Probenlose des Wafers W7023 werden im Anhang C.4 gezeigt.

5.7.1 Zugversuche an LIGA-Nickelmikroproben (Einstegproben)

Unbehandelte Nickel-Mikroproben

Wie in Abschnitt 2.1.2 zu sehen, liegt bei den unbehandelten Nickel-Mikroproben im Anlieferungszustand ein anisotropes, nanokristallines Gefüge vor. In Abb. C.14 links ist ein Schlibfbild (Schlibfebene³ C-C des Rahmenmaterials) der aufgalvanisierten Nickelstruktur zu sehen. In Abb. 5.26 ist exemplarisch ein Dehnungs-Zeit-Verlauf eines traversengesteuerten Zugversuchs einer unbehandelten Mikroprobe der Wafercharge W7023 dargestellt. Die Dehnung im Gleichmaßbereich der Probe (gemessen mit dem optischen Wegmeßsystem) zeigt im Gegensatz zu den traversengesteuerten Zugversuchen an geglühten Stahlproben (siehe Abschnitt 5.6.2) ein nichtlineares Verhalten während des gesamten Versuches. Man kann somit nicht von Zugversuchen mit konstanter Dehnrade sprechen. Die zeitlichen Verläufe der gemessenen Dehnungen sind in Abb. 5.27 links, die Nennspannungs-Dehnungs-Kennlinien in Abb. 5.27 rechts zu sehen. Die gemessenen Materialkennwerte sind aus Tab. B.11 zu entnehmen.

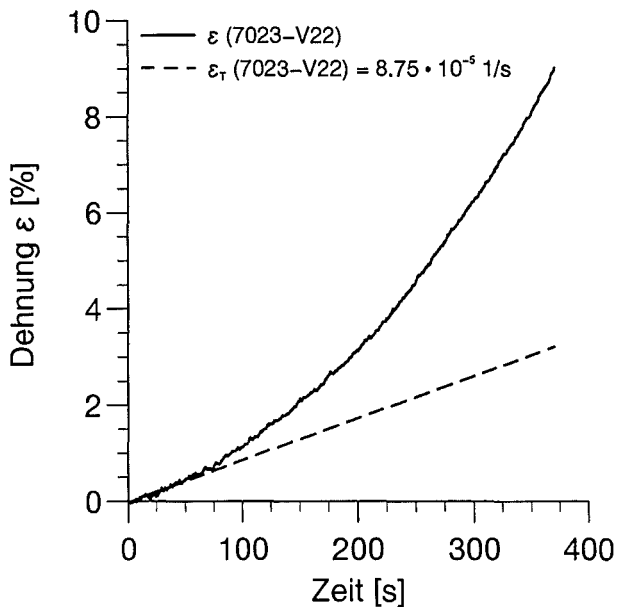


Abb. 5.26:

Dehnungs-Zeitverläufe eines traversengesteuerten Zugversuchs an einer unbehandelten Nickel-Mikroprobe.

Im Fall der unbehandelten Nickel-Mikroproben (Anlieferungszustand) hatte die Belastungsgeschwindigkeit kein Einfluß auf die Festigkeitswerte. Die Werte der Zugfestigkeit lagen in einem Bereich, wie sie bei den Viersteg-Mikroproben an der Wafercharge W1876 gemessen wurden.

Nickel-Mikroproben nach einer 450 °C/13min. Wärmebehandlung

Im Gegensatz zu den unbehandelten Nickel-Mikroproben liegt bei den wärmebehandelten Mikroproben ein polykristallines Gefüge mit einem mittleren Korndurchmesser von $\bar{D}_{Korn} = 8.4\mu\text{m}$

³Die Schlibfebene sind analog zu denen der Viersteg-Mikroproben (siehe Anhang A, Abb. A.1) beschrieben.

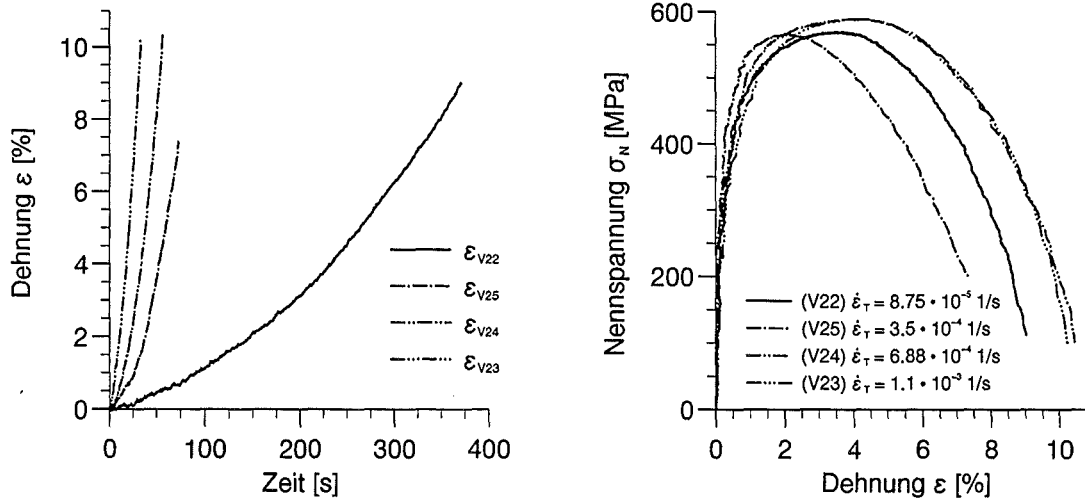


Abb. 5.27: Traversengesteuerte Zugversuche mit unterschiedlichen Abzugsgeschwindigkeiten an unbehandelten galvanisch abgeschiedenen Nickel-Mikroproben. Links: Zeitliches Verhalten der gemessenen Dehnung. Rechts: Nennspannungs-Dehnungs-Verläufe.

vor. Abb. 5.28 zeigt das Verhalten der gemessenen Dehnung bei konstanter Traversendehnrates.

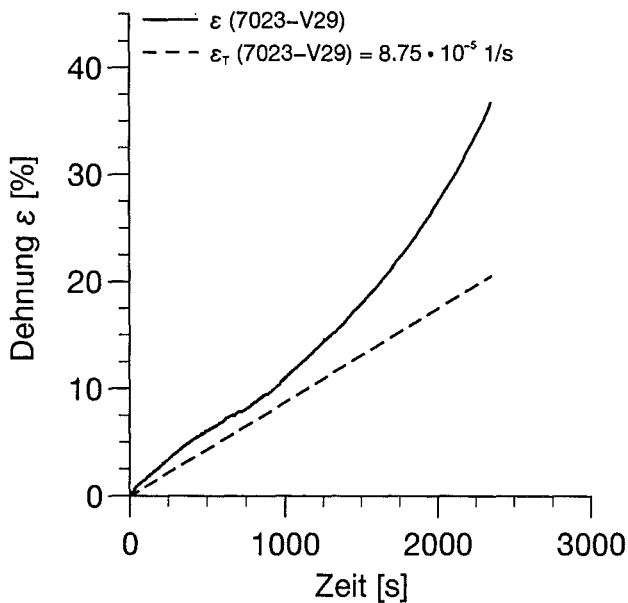


Abb. 5.28: Dehnungs-Zeitverläufe eines traversengesteuerten Zugversuchs an einer bei 450°C (13 min.) wärmebehandelten Nickel-Mikroprobe.

Im Vergleich zu den gemessenen Dehnungsverläufen unbehandelter Nickel-Mikroproben zeigt das polykristalline Nickel einen Verlauf, wie man ihn auch bei den geglühten Stahl-Mikroproben erkennen konnte. Zu Beginn des Versuches ist die gemessene Dehnrates annähernd konstant und geht erst ab einer bestimmten Verformung in einen progressiven Dehnratesverlauf über. Der Spannungs-Dehnungs-Verlauf von Zugversuchen mit unterschiedlichen traversengesteuerten

Abzugsraten ist in Abb. 5.29 zu sehen. Die ermittelten Materialdaten sind der Tab. B.11 zu entnehmen.

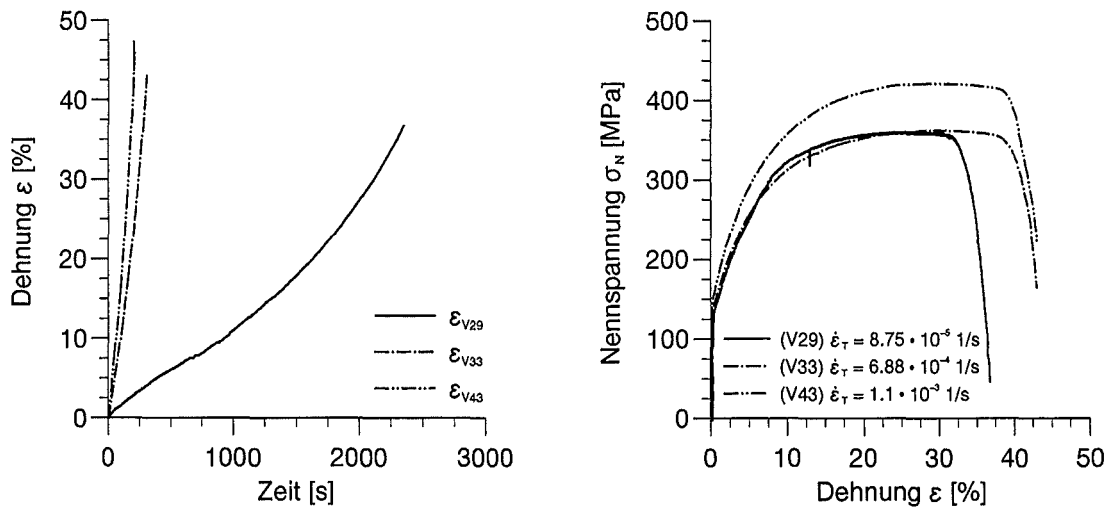


Abb. 5.29: Traversengesteuerte Zugversuche mit unterschiedlichen Abzugsgeschwindigkeiten an wärmebehandelten ($450\text{ }^{\circ}\text{C}/13\text{min.}$) Nickel-Mikroproben. Links: Zeitliches Verhalten der gemessenen Dehnung. Rechts: Spannungs-Dehnungs-Verläufe.

Im Vergleich zu den unbehandelten Nickel-Mikroproben ist hier ein leichter Einfluß der Abzugsgeschwindigkeit auf das Verfestigungsverhalten zu erkennen. Erwähnenswert sind die sehr hohen Bruchdehnungen und ein ausgeprägtes Plateau maximaler Zugfestigkeit. Die Proben verhalten sich über 10% Totaldehnung annähernd ideal plastisch. Die Verformung ab dem Beginn der Einschnürung der Probe war bei den wärmebehandelten Nickel-Mikroproben deutlich geringer. Zur näheren Untersuchung der Einschnürung einer wärmebehandelten Nickel-Mikroprobe zeigt Abb. C.4.1 REM-Aufnahmen einer Mikroprobe, welche kurz vor dem Bruch bei einer Nennspannung von $\sigma_N=60\text{ MPa}$ aus dem Zugversuch genommen wurde. Es ist deutlich zu erkennen, daß die Strukturverformung der polykristallinen Nickel-Mikroprobe senkrecht zu einer Scherebene im Bruchzentrum verläuft. Im Vergleich zu Bruchflächen unbehandelter galvanisch abgeschiedener Nickel-Mikroproben (siehe Abb. C.6) zeigt sich eine starke Verformung der Körner in Bruchnähe. Bei 7000-facher Vergrößerung der Bruchfläche in der Scherebene werden Gleitebenen sichtbar (siehe Abb. C.4.1 links unten). Die globularen Teilchen auf der Strukturoberfläche bestehen aus Kalzium und stammen aus einem versehentlichen Spülvorgang mit nicht destilliertem Wasser nach dem Freiätzen der aufgalvanisierten Strukturen vom Wafer (siehe Abschnitt 4.1.1).

Nickel-Mikroproben nach einer 800 °C/13min. Wärmebehandlung

Wie bei den Viersteg-Mikroproben wurde auch bei den LIGA-Einsteg-Mikroproben aus Nickel eine Wärmebehandlung bei einer Glüh­temperatur von 800 °C und einer Glüh­dauer von 13 Minuten ab Erreichen der Glüh­temperatur durchgeführt.

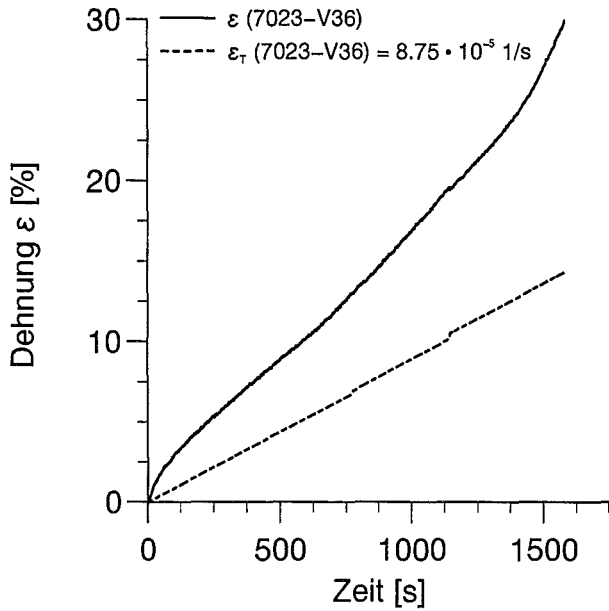


Abb. 5.30:

Dehnungs-Zeitverläufe eines transversengesteuerten Zugversuchs an einer bei 450 °C (13 min.) wärmebehandelten Nickel-Mikroprobe.

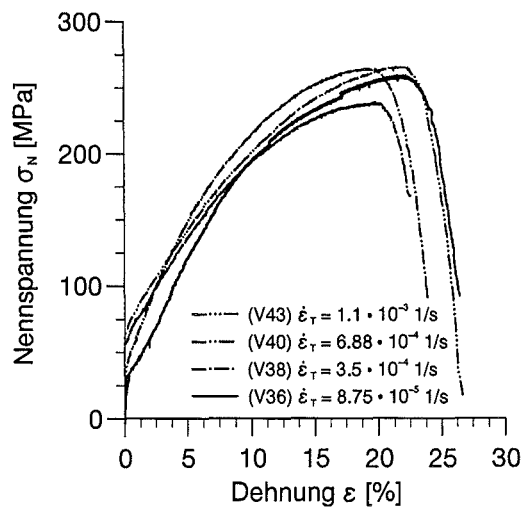
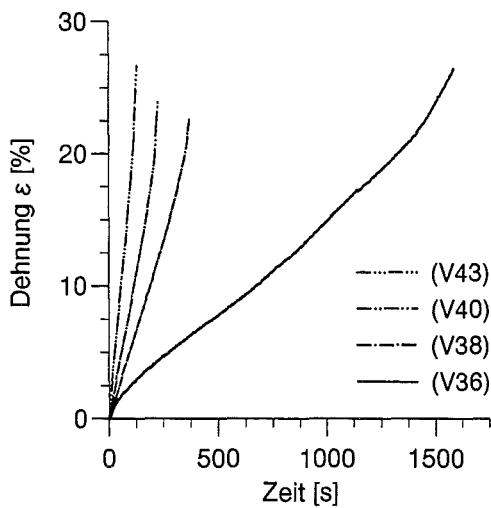


Abb. 5.31: Transversengesteuerte Zugversuche mit unterschiedlichen Abzugsgeschwindigkeiten an wärmebehandelten (800 °C/13min.) Nickel-Mikroproben. Links: Zeitliches Verhalten der gemessenen Dehnung. Rechts: Nennspannungs-Dehnungs-Verläufe.

Die sich einstellende mittlere Korngröße des polykristallinen Gefüges liegt bei 35 μm. Wie bei

allen vorangegangenen Experimenten wurden auch diese Versuche traversengesteuert durchgeführt. Ein exemplarischer Dehnungsverlauf der gesteuerten Traversendehnung und der gemessenen Dehnung im Gleichmaßbereich der Mikroprobe ist in Abb. 5.30 zu sehen. Betrachtet man die Spannungs-Dehnungs-Kennlinien dieser grobkörnigen Nickel-Mikroproben (siehe Abb. 5.31), so ist eine sehr niedrige Streckgrenze und ein sehr frühzeitiges plastifizieren mit anschließender starker Verfestigung erkennbar. Wie bei den bei $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ wärmebehandelten Nickel-Mikrostrukturen ist die Verformung ab dem Zeitpunkt der Einschnürung geringer als bei unbehandelten Nickel-Mikroproben. Im Vergleich zu den feinkörnigeren, bei $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ geglühten Mikroproben sind zudem die Werte der Bruchdehnung deutlich kleiner.

5.7.2 Zugversuche mit Entlastungen an LIGA-Nickelmikroproben (Einstegproben)

Analog zu Abschnitt 5.5.3 wurden traversengesteuerte Zugversuche mit Entlastungen durchgeführt. Bei den Auftragungen relativ zu der Dehnung (gemessen mit dem optischen Meßsystem), wurden im Rahmen einer Mittelung die Meßpunkte der Ent- und Wiederbelastungskurven zu einer Geraden zusammengefaßt. Aus diesen Geradensteigungen wurde der Elastizitätsmodul errechnet. Vor jeder Ent- und Wiederbelastung wurden 5-minütige Haltezeiten aufgebracht.

Unbehandelte Mikroproben

In Abb. 5.32 ist das gesteuerte Traversendehnungssignal und das gemessene Dehnungssignal über der Zeit aufgetragen. Die entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Kennlinien sind in Abb. 5.33 zu sehen. Die ermittelten Materialdaten sind in Tab. B.11 vermerkt. Aus der Steigung der Ent- und Belastungsgeraden wurde in diesem Versuch ein Elastizitätsmodul in Höhe von $E=157000\text{ MPa}$ errechnet. Die Angaben der Elastizitätsmoduln sollten in Anbetracht der Auflösungsgrenze des optischen Meßsystems und der geringen Versuchsanzahl als erste Anhaltswerte gesehen werden. Außerdem kann durch eine ungeschickte Mittelung der Ent- und Wiederbelastungsgeraden der Wert des Elastizitätsmoduls um bis zu 20000 MPa von den in Tab. B.11 angegebenen Werten abweichen.

Wärmebehandelte Nickel-Mikroproben ($450\text{ }^{\circ}\text{C}/13\text{min.}$)

Die Zugversuche wurden, analog zu den im vorangegangenen Abschnitt gezeigten Untersuchungen an unbehandelten Nickel-Mikroproben, traversengesteuert mit Be- und Entlastungen durchgeführt. Abb. 5.34 zeigt das Nennspannungs-Dehnungs-Verhalten der geglühten Nickel-

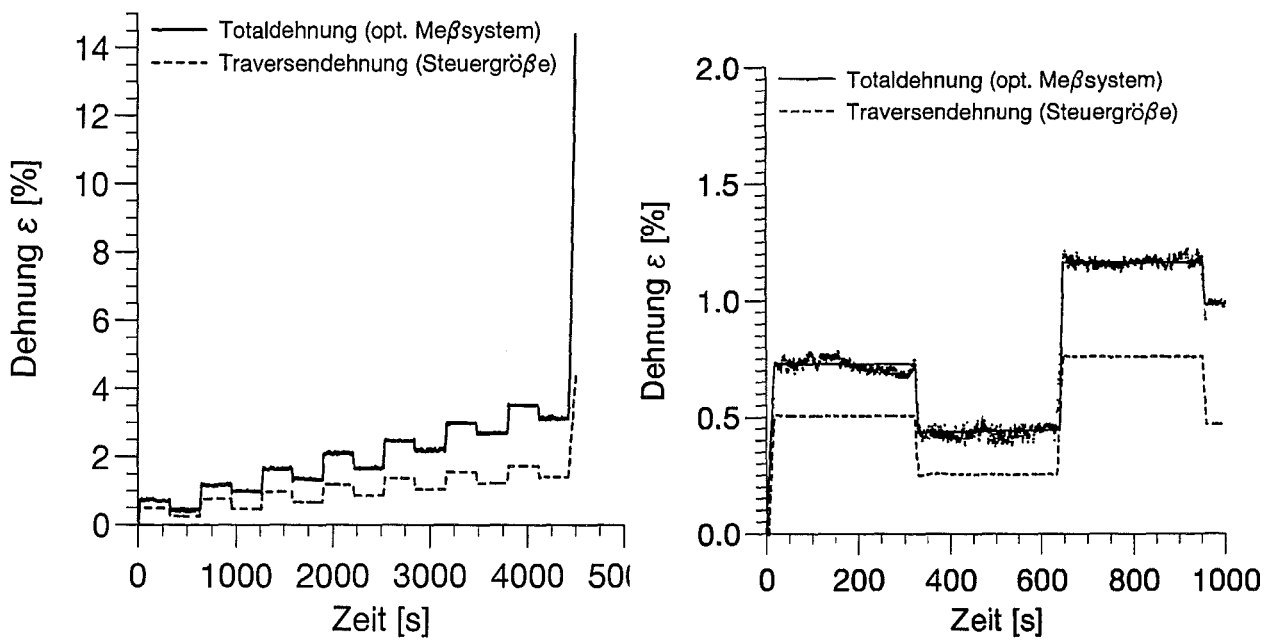


Abb. 5.32: Zeitlicher Verlauf der gesteuerten Traversendehnung und der mit dem opt. Meßsystem gemessenen Totaldehnung einer unbehandelten Nickel-Mikroprobe (V20).

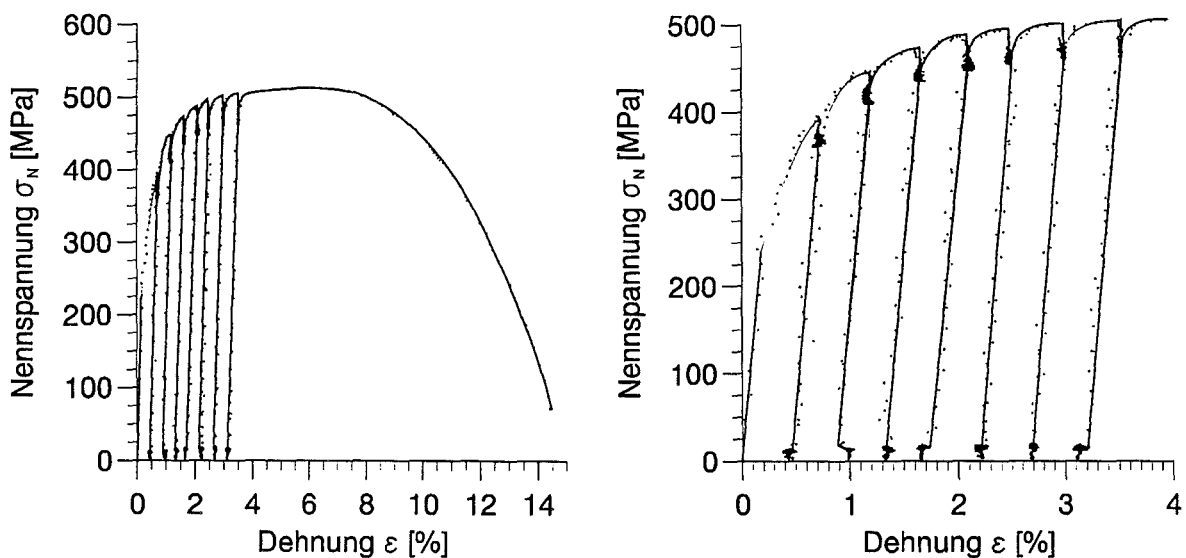


Abb. 5.33: Nennspannungs-Dehnungsverlauf eines Zugversuches mit Be- und Entlastungen an einer unbehandelten Nickel-Mikroprobe.

Mikroprobe (V27). Aus den Steigungen der Ent- und Wiederbelastungsgeraden konnte für diesen Versuch ein Elastizitätsmodul von $E=169000$ MPa errechnet werden.

Betrachtet man die Ergebnisse der E-Modulbestimmung zwischen den unbehandelten und

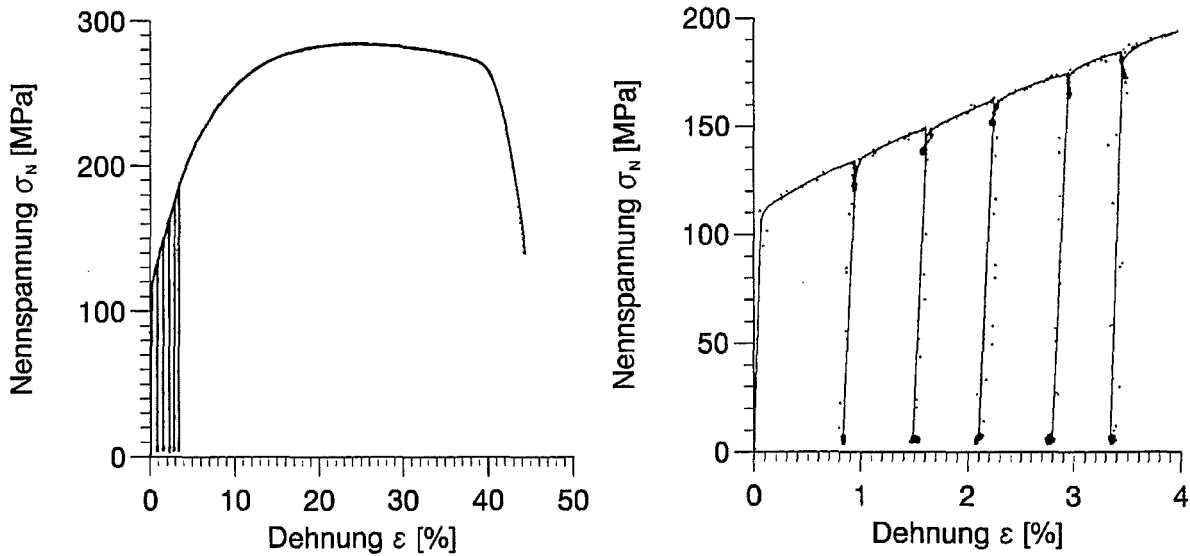


Abb. 5.34: Spannungs-Dehnungsverlauf eines Zugversuches mit Be- und Entlastungen an einer wärmebehandelten ($450\text{ }^{\circ}\text{C}/13\text{min.}$) Nickel-Mikroprobe.

wärmebehandelten Nickel-Mikroproben (siehe auch Tab. B.11), so ist zu vermerken, daß die ermittelten Werte sich nur wenig voneinander unterscheiden. Abschließend sollte gesagt werden, daß zur eindeutigen Bestimmung des Elastizitätsmoduls weitaus mehrere Experimente notwendig sind. Die in der Tab. B.11 angegebenen Werte sollten als erste Anhaltswerte betrachtet werden.

5.8 Experimente an LIGA-Nickel-Makroproben

Zur Untersuchung der Nickel-Makroproben wurde der in Abb. 5.22 dargestellte Versuchsaufbau verwendet. Wie bei den Stahl-Makroproben wurden die Nickel-Makroproben (Probengeometrie siehe Abb. 4.15) vor Versuchsbeginn zur Dehnungsmessung präpariert. Die Versuche wurden dehnungsgesteuert durchgeführt. Untersucht wurden Nickelproben, welche aus aufgalvanisierten Folien heraserodiert wurden. Die Strukturhöhe wurde mittels eines Oberflächenrauheits-Meßgeräts [7] ermittelt. Zur Untersuchung der Auswirkung unterschiedlicher Badzusammensetzungen der Galvanik auf das Materialverhalten wurden Nickelfolien in Bädern unterschiedlicher Zusammensetzung aufgalvanisiert.

Zur Ermittlung der Elastizitätsmoduln wurden dehnungsgesteuerte Zugversuche mit Haltezeiten, Entlastungs- und Wiederbelastungszyklen durchgeführt. Ein exemplarisches Dehnungssignalverhalten ist in Abb. 5.35 links oben, das entsprechende Materialverhalten rechts oben und links unten zu sehen. Die gemessenen Materialdaten sind in Tab. B.12 zusammengefaßt. Zu Vergleichszwecken wurden drei der Makroproben bei $450\text{ }^{\circ}\text{C}$, 13 min. lang mit den Mikroproben (siehe Abschnitt 5.7.1) im Vakuum-Rohröfen gegläht. Die im Experiment ermittelten

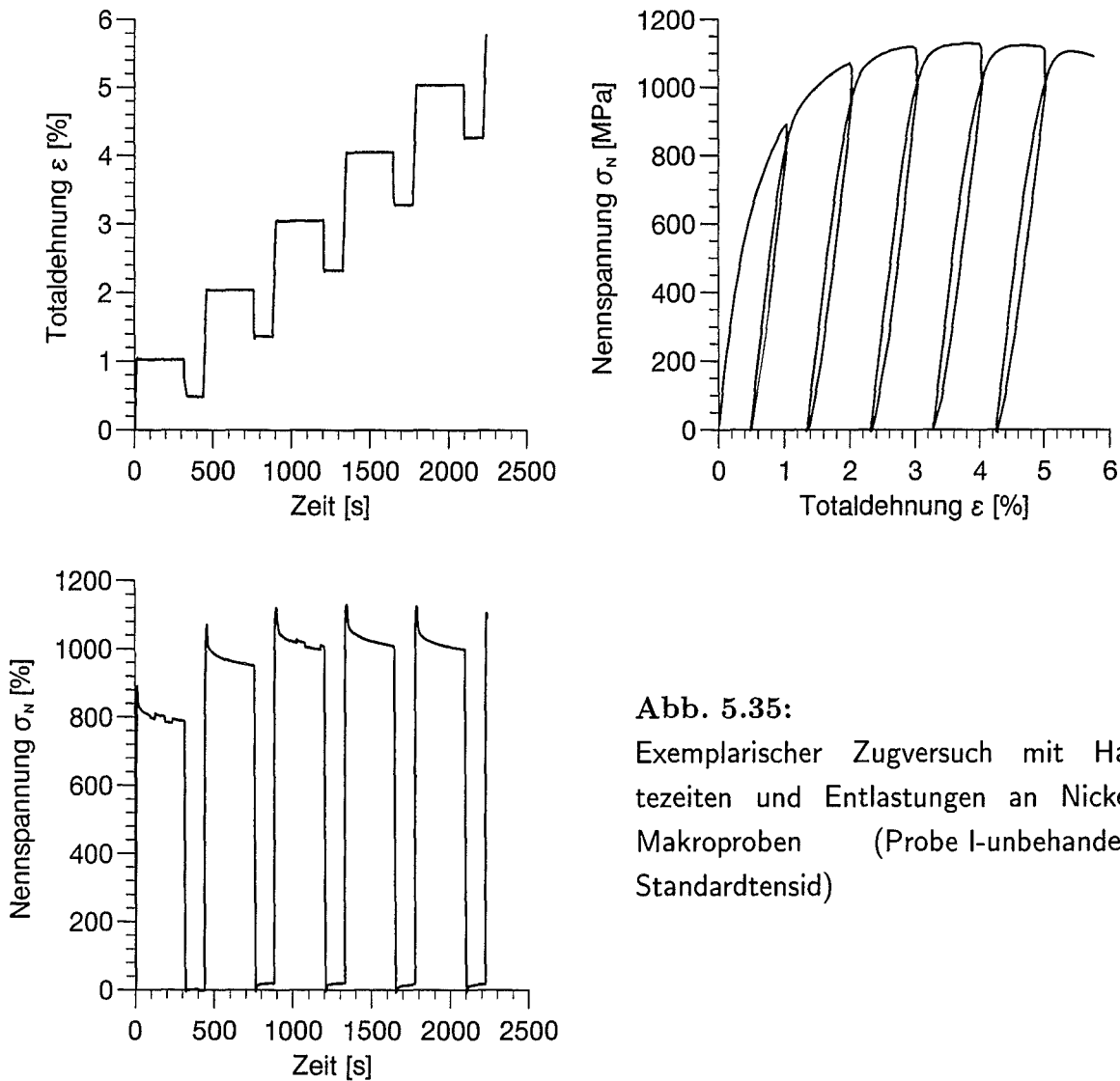


Abb. 5.35:
 Exemplarischer Zugversuch mit Haltezeiten und Entlastungen an Nickel-Makroproben (Probe I-unbehandelt, Standardtensid)

Nennspannungs-Dehnungs-Kennlinien dieser beiden geglähten Nickel-Makroproben werden im folgenden Abschnitt den in der gleichen Glühcharge wärmebehandelten Nickel-Mikroproben gegenübergestellt.

5.8.1 Vergleich zwischen Nickel-Mikro- und Makroversuchen

Mit der Wärmebehandlung der Makro- und Mikroproben in einer Charge konnte ein annähernd gleiches Ausgangsgefüge hergestellt werden. Durch die bei der Wärmebehandlung einsetzende Rekristallisation mit anschließendem Kornwachstum (siehe Abschnitt C.1.1) waren in den Nickelstrukturen ungefähr gleiche mittlere Korndurchmesser eingestellt ($\bar{D}_{Ni-Mikro} = 8.4\mu\text{m}$, $\bar{D}_{Ni-Makro} = 8.2\mu\text{m}$). In Abb. 5.36 wurden Ergebnisse von vier monotonen Zugversuchen verglichen. Die Angaben der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ bei den Mikroproben beziehen sich auf den annähernd konstanten Bereich der Dehnrates zu Beginn der traversengesteuerten Versuche (siehe Abb.

5.28).

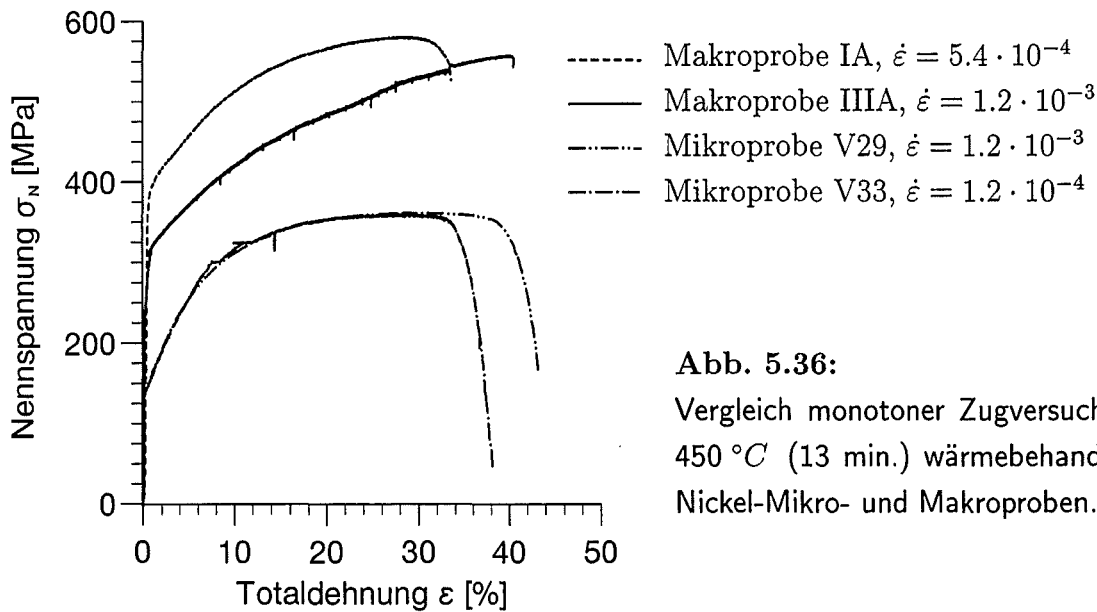


Abb. 5.36:

Vergleich monotoner Zugversuche an 450 °C (13 min.) wärmebehandelten Nickel-Mikro- und Makroproben.

Der aus den Zugversuchen resultierende Unterschied zwischen den Nickel Mikro- und Makroproben liegt vor allem in den niedrigeren Festigkeitswerten der mikrostrukturierten Proben gegenüber den Makroproben. Beide Probengruppen zeigen ein ähnliches Bruchverhalten und eine ausgeprägte Scherebene (siehe Abb. C.4.1 und C.16). Die Makroproben besitzen kaum eine Verformung in Dickenrichtung (Richtung der Aufgalvanisierung) und ihre Bruchoberfläche weist auf einen Spröbruch hin. Die Mikroproben hingegen zeigen trotz einer ausgebildeten Scherebene treppenförmige Duktilbrüche hinab zu der Hauptscherebene in Dickenrichtung (siehe REM-Bild rechts oben in Abb. C.4.1). Ein weiterer Unterschied zwischen den Mikro- und Makroproben aus Nickel besteht in den Bruchspannungen. Bei den Makroproben liegt die Bruchfestigkeit nur wenige MPa unter der Zugfestigkeit, bei den Mikroproben hingegen annähernd bei Null.

In Tab. (5.3) werden die Mittelwerte aller gemessenen Materialdaten von unbehandelten und bei 450 °C wärmebehandelten Nickelversuche an Mikroproben des Wafers 7023 den Makroproben gemäß Abb. 4.15 gegenübergestellt. Aufgrund der unterschiedlichen Herstellungsbedingungen der Nickel-Makroproben ist ein direkter Vergleich der Ergebnisse zwischen unbehandelten Nickel-Mikro- und Makroproben nicht sinnvoll. Wie in Abb. 5.5 an Viersteg-Proben gezeigt, besitzt die Herstellung einen beträchtlichen Einfluß auf die Festigkeiten der Strukturen. Vergleicht man die Ergebnisse der wärmebehandelten Mikro- und Makroproben miteinander, so zeigt sich, anders als beim Stahl (siehe Tab. C.1), ein unterschiedliches Verhalten. Im Fall der Nickelproben zeigten die Makroproben eindeutig höhere Festigkeiten als die Einsteg-Mikroproben. Die Werte liegen allerdings im unteren Bereich der an Nickel Viersteg-Mikroproben (Wafer 1876) gemessenen Festigkeiten. Grundsätzlich verschieden sind auch das

Verfestigungs- und Bruchverhalten.

Abschließend kann gesagt werden, daß zur Erforschung der Verformungsphänomene von LIGA-mikrostrukturierten Materialien weitaus mehr Experimente im Bereich der Gefügeanalyse notwendig sind, um gleiche Voraussetzungen für die Materialuntersuchungen zu schaffen (siehe auch Abschnitt 5.6.3). Nur so kann ein eventueller Unterschied der Materialdaten sicher mit der Größe und Form der Proben korreliert werden.

	WB ¹	gem. grenze $\bar{R}_{p0,2}$ [MPa]	gem. Zugfestigkeit \bar{R}_m [MPa]	gem. Gleichmaßdehnung $\bar{\delta}_{gl}$ [%]	gem. Bruchdehnung $\bar{\delta}$ [%]
Ni-Mikroproben	–	392	580	4.12	11.23
Ni-Makroproben	–	645	1093	2.15-5.4	6.62
Ni-Mikroproben	450/13	138	389	28.9	39
Ni-Makroproben	450/13	322	569	$\sim \bar{\delta}$	36.5

Tab. 5.3: Vergleich der gemittelten Materialdaten zwischen Nickel-Mikro- und Makroproben.

¹Wärmebehandlung angegeben in Glüh Temperatur[°C]/Glühdauer[min.] ab Erreichen der Glüh Temperatur

6 Bewertung der Ergebnisse

6.1 Probenform

In den vorangegangenen Abschnitten wurden Untersuchungen an vier unterschiedlichen Probenformen aus unterschiedlichen metallischen Werkstoffen vorgestellt. Gemäß der Entwicklung der Prüfvorrichtung und der dazugehörigen Meßsysteme wurden nach Optimierung der Kraftmessung vor allem Festigkeitsuntersuchungen an LIGA-Vierstegproben aus Nickel, Permalloy und Kupfer durchgeführt. Zur Erhöhung der Stabilität gegenüber der Knickempfindlichkeit bei Experimenten mit zyklischer Belastung wurde neben einer Viersteg-Mikroprobe mit ausgeprägtem Gleichmaßbereich eine Viersteg-Mikroprobe mit einer "hourglas"-Form entwickelt. Trotz dieser neuen Form und der vier parallel angeordneten Stege konnte im Fall der "hourglas"-Viersteg-Mikroprobe eine maximale Drucklast von nur 2 N aufgebracht werden. Größere Lasten führen zu einem sichtbaren Beulen der Mikroprobe. Aus diesem Grund können Experimente mit zyklischer Belastung nur im Zugschwellbereich durchgeführt werden. Zur Berechnung der Dehnung wurde als Ausgangslänge die Distanz zwischen den Probenschultern herangezogen. Die Viersteg-Mikroprobe mit ausgeprägtem Gleichmaßbereich dient zu Untersuchungen der Festigkeit bei monotoner Belastung. Zur Berechnung der Dehnung wird als Ausgangslänge die Länge des Gleichmaßbereiches verwendet.

Mit der Realisierung einer Dehnungsmessung mittels eines berührungslosen optischen Wegmeßsystems und zur Ermittlung einer Spannungs-Dehnungs-Beziehung wurde das Konzept der Viersteg-Mikroprobe durch eine Einsteg-Mikroprobe ersetzt. Durch einen sehr vorsichtigen Umgang beim Einbau der Mikroprobe in die Prüfvorrichtung konnte die erhöhte Gefahr der Vordeformierung der Mikroprobe zum Teil umgangen werden. Geeignete Markierungen im Gleichmaßbereich ermöglichen mit Hilfe der berührungslosen Wegmeßeinrichtung die Ermittlung der Totaldehnung. Hergestellt wurden die Einsteg-Mikroproben sowohl mittels der LIGA-Technik als auch zu Versuchszwecken durch Laserschneiden aus einem Stahlblech.

Neben den Experimenten an Mikroproben wurden zu Vergleichszwecken Untersuchungen an Makroproben (Flachproben) durchgeführt. An diesen Makroproben wurde im Gegensatz zu den Einsteg-Mikroproben die Totaldehnung nicht nur gemessen, sondern auch gesteuert. Zur Dehnungsmessung war eine Präparation der Makroprobe notwendig. Hergestellt wurden die Makroproben sowohl galvanisch als auch aus Stahlblechen. Durch funkenerosives Trennen wurde die Probenform aus diesen Halbzeugen heraufgerodiert.

6.2 Wegmessung

In der Mikrozugprüfvorrichtung wurden fünf getrennte Wegmeßsysteme eingebaut. Mittels vier induktiver Weggeber wird die Verschiebung der Kraftmeßdose gegenüber dem Lastrahmen gemessen. Diese induktiven Weggeber dienen zur Detektion einer eventuell auftretenden Biegebelastung der Mikroprobe während eines Versuches. Ein Wirbelstromsensor mißt und steuert die Probenverlängerung zwischen den Einspannstellen (Traversensteuerung). Im Fall der Einsteg-Mikroproben wird zusätzlich mit der berührungslosen optischen Meßeinrichtung die Probenverlängerung im Gleichmaßbereich gemessen und zur Berechnung der Totaldehnung verwendet. Aufgrund elektronischer Probleme ist dieses Signal als Regelgröße im momentanen Entwicklungsstadium der Prüfvorrichtung nicht verwendbar.

Zur Messung der Verformung der Makroproben wurde ein Laser-Wegmeßsystem aufgebaut. Mit einer geeigneten Probenpräparation wurde eine Dehnungsmessung im Gleichmaßbereich der Makroprobe und eine Dehnungsregelung ermöglicht.

6.3 Belastungsmöglichkeiten

Mit Hilfe der Traversensteuerung sind Zugversuche mit unterschiedlichen Verformungsgeschwindigkeiten, Haltezeiten und Entlastungen möglich. Druckbelastungen sind wie in Abschnitt 6.1 erwähnt aufgrund des Beulens bei den "hourglas"-Viersteg-Mikroproben nur bedingt und bei den Einsteg-Mikroproben nicht möglich. Eine Regelung der Kraftsignale aus den Kraftmeßdosenhälften ist ebenfalls möglich, wurde aber in dieser Arbeit nicht explizit aufgeführt.

6.4 Werkstoffe der LIGA-Technik

Untersucht wurden LIGA-Mikroproben aus Nickel, Permalloy und Kupfer. Die Verformungsrichtung lag senkrecht zur Abscheiderichtung der Metalle in der Galvanik. Im Fall nicht wärmebehandelter Mikroproben konnte bei allen drei Metallen eine hohe Festigkeit gemessen werden. Festigkeitsuntersuchungen an Nickel-Viersteg-Mikroproben aus unterschiedlichen Herstellungschargen zeigten eindeutig, daß die Zusammensetzung des Galvanikbades, die Temperatur und die Stromdichte während der Abscheidung einen entscheidenden Einfluß auf das Werkstoffverhalten der abgeschiedenen Strukturen hat. Betrachtet man die Nennspannungs-Dehnungs-Diagramme der Nickel-Einsteg-Mikroproben so wird eine geringe Bruchdehnung der nicht wärmebehandelten Nickel-Mikroproben erkennbar. Durch gezielte Wärmebehandlungen konnte die Bruchdehnung deutlich erhöht werden. Die durch die Rekristallisation und dem anschließenden Kornwachstum erzeugten isotropen polykristallinen Nickel-Mikroproben wei-

sen jedoch je nach Gefüge deutlich geringere Zugfestigkeiten als die nicht wärmebehandelten Mikroproben auf.

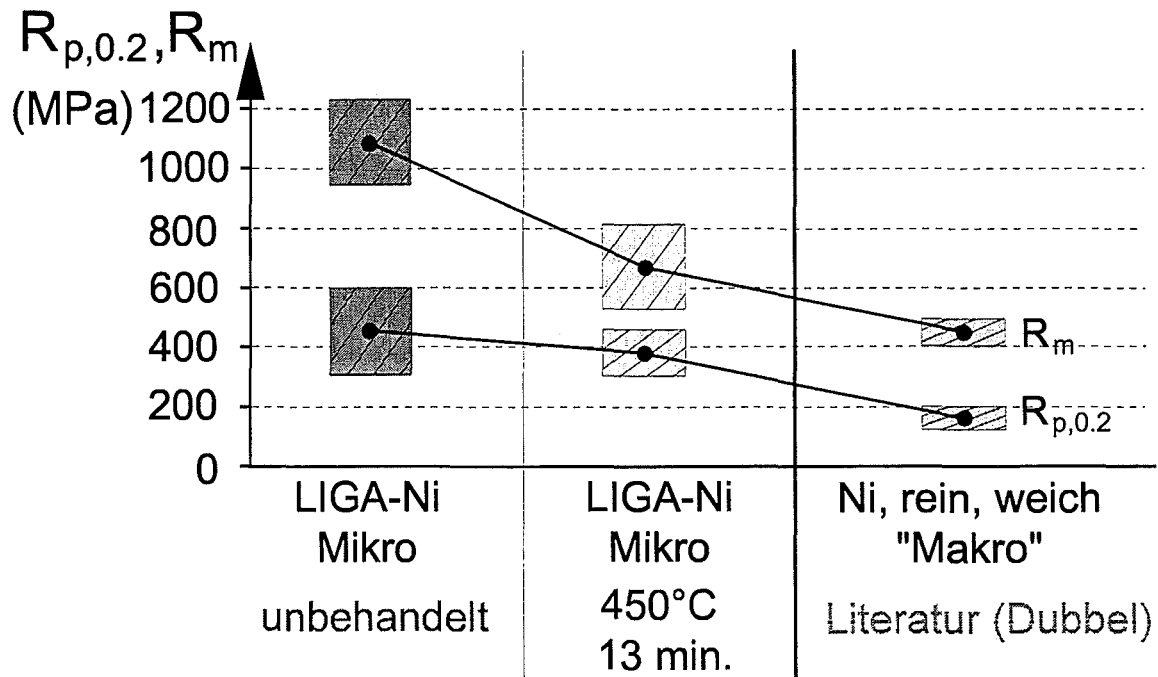


Abb. 6.1: Vergleich der an Mikroproben gemessenen Zugfestigkeiten und Streckgrenzen mit Werten aus der Literatur, ermittelt an Rein-Nickel (98.5-99.98%), weich.

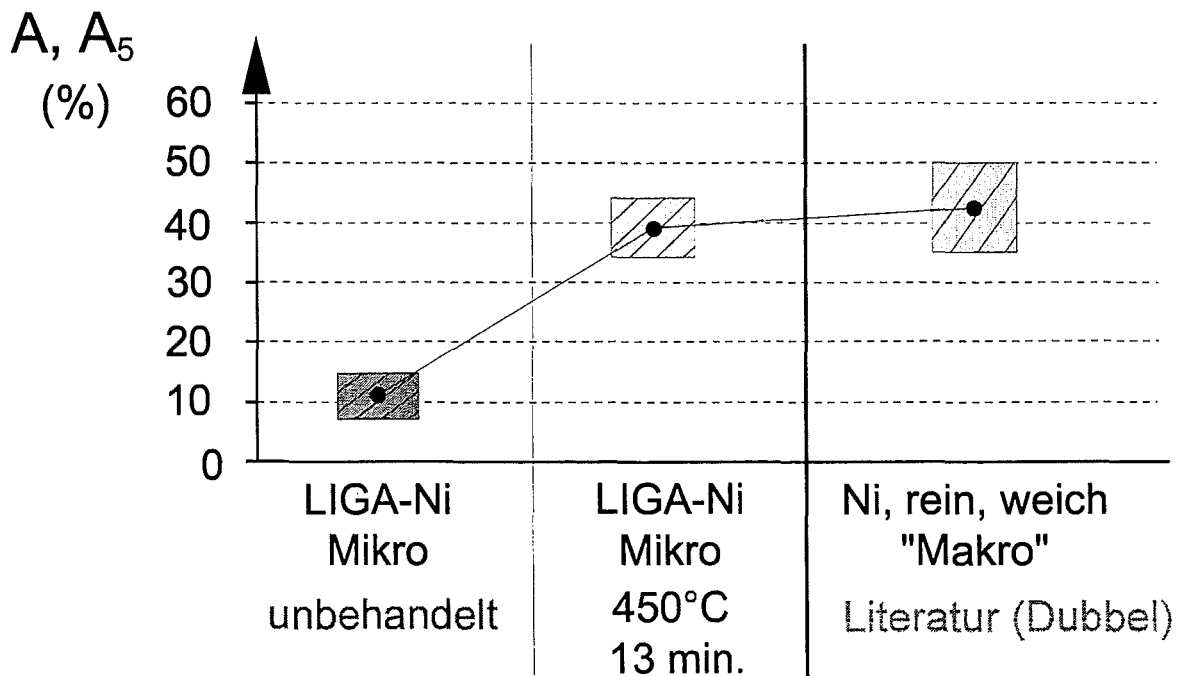


Abb. 6.2: Vergleich der an Mikroproben gemessenen Bruchdehnung mit Werten aus der Literatur (ermittelt an Rein-Nickel 98.5-99.98% weich).

In Abb. 6.1 sind die Werte der Zugfestigkeit und der Streckgrenze aller Versuche an mikrostruk-

turierten LIGA-Nickel-Mikroproben den an wärmebehandelten LIGA-Nickel-Mikroproben gemessenen und aus der Literatur für „Makro-Materialien“ entnommenen Werten gegenübergestellt. In Abb. 6.2 werden die gleichen Gegenüberstellungen für die Werte der Bruchdehnung gezeigt.

Weiter zeigten Gefügeanalysen an wärmebehandelten Permalloy-Mikroproben die Besonderheit einer durch die Wärmebehandlung hervorgerufenen Poren- und Rißbildung (siehe Abschnitt C.2).

6.5 Abschließende Bemerkungen zum Werkstoffverhalten

Im Rahmen dieser Arbeit war es nicht möglich, ausführliche Untersuchungen zum Verhalten von Mikroproben durchzuführen und eventuelle Abweichungen zu Makroproben zu analysieren. Aus den vorliegenden Ergebnissen kann geschlossen werden, daß vor allem die Herstellungsbedingungen die mechanischen Eigenschaften stark beeinflussen. Die Ergebnisse aus den Untersuchungen der Mikro- und Makroproben aus einem CrNi-Stahlblech sind mit Vorbehalt zu betrachten. Weshalb die Ergebnisse aus den Versuchen an Makroproben auf eine verformungsinduzierte Phasenumwandlung hinweisen und die Ergebnisse der Mikroproben nicht, konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden. Sicher ist jedoch, daß das Heraustrennen der Einsteg-Mikroproben aus dem Stahlblech mittels eines Lasers einen starken Einfluß auf die Konturrauheit besitzt. Ebenso kann davon ausgegangen werden, daß die Aufschmelzvorgänge beim Laser-Schneiden eine Gefügeveränderung in der Schneidezzone mit sich bringen. In welchem Maße eine solche Gefügeveränderung einen Einfluß auf die anschließende Wärmebehandlung hat, muß mit Hilfe von Gefüge- und Phasenanalysen an den Mikro- und Makroproben nach der Wärmebehandlung ermittelt werden. Zukünftige Untersuchungen müssen zudem zeigen, inwieweit ein Größeneinfluß auf das Werkstoffverhalten vorhanden ist.

7 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Prüfeinrichtung zur Untersuchung des Materialverhaltens von mikrostrukturierten Proben vorgestellt. Verschiedene Systemkomponenten der Prüfeinrichtung wie z.B. die Kraftmeßdose mit der integrierten oberen Probeneinspannung wurden innerhalb eines Entwicklungsprozesses optimiert. Mit der Wahl einer Aluminiumlegierung als Kraftmeßdosenmaterial und der optimalen Anordnung der Dehnungsmeßstreifen konnte eine Kraftmessung mit einer Auflösung bis in den mN-Bereich durchgeführt werden. Der Hauptanteil der Entwicklung lag im Aufbau eines Dehnungsmeßsystems und der sich daraus ergebenden Neuentwicklung einer geeigneten Probengeometrie. Die Anforderung an eine gute Dehnungsmessung bzw. einer Dehnungssteuerung der Versuche konnte nur zum Teil erfüllt werden. Mit den kleinen Abmessungen der Mikrostrukturen werden Anforderungen an die Meßtechnik gestellt, die mit den zur Zeit vorhandenen Mitteln keine Dehnungssteuerung im Echtzeitmodus ermöglichen. Es wurde jedoch in einem ersten Schritt gezeigt, daß eine Dehnungsmessung mit dem berührungslosen optischen Meßsystem durchführbar ist. Gesteuert wird die Prüfeinrichtung über ein weiteres Wegmeßsystem. Dieses Wegmeßsystem registriert den Abstand zwischen den Einspannstellen der Mikroprobe. Hiermit wurden die Versuche transversengesteuert geregelt. Die Probenverlängerung im Gleichmaßbereich konnte mittels des optischen Wegmeßsystems gemessen werden. Parallel zum Aufbau des Dehnungsmeßsystems wurden Mikroproben mit geeigneten Markierungen entwickelt. Mittels FE-Simulationen wurden die Einflüsse dieser zur Messung notwendigen Markierungen auf die Spannungen und Dehnungen im Gleichmaßbereich der Probe studiert. Analysiert wurden die Probengeometrien unter Verwendung eines Viskoplastizitätsmodells für große Deformationen. Bei der ausgewählten Probengeometrie, entspricht die an den Markierungen berechnete Dehnung annähernd der im Gleichmaßbereich der Probe vorhandenen Dehnung. Für eine Entwicklung einer endgültigen Probengeometrie, die eine sehr genaue Realisierung eines homogenen Zugexperimentes erlauben wird, sind weitere numerische und experimentelle Untersuchungen erforderlich. Solche Untersuchungen würden aber über den Rahmen dieser Arbeit, für die das primäre Ziel die Entwicklung und Inbetriebnahme einer Mikrozugprüfeinrichtung gewesen ist, hinausgehen.

Festigkeits- und Gefügeuntersuchungen an LIGA-Viersteg-Mikroproben, welche Vorläufer der später entwickelten LIGA-Einsteg-Mikroprobe waren, zeigten den Einfluß des Materialgefüges auf die Festigkeit. Untersuchungen zum Rekristallisationsverhalten von galvanisch abgeschiedenem Nickel zeigten den Einfluß der Wärmebehandlungsparameter (Glühtemperatur und Glühdauer) auf die Korngröße und die Härte des Gefüges. Unter Verwendung lasergeschnittener Stahl-Einsteg-Mikroproben und galvanisch abgeschiedener LIGA-Viersteg-Mikroproben konnte gezeigt werden, daß mit der entwickelten Prüfeinrichtung monotone Zugversuche mit

Haltezeiten, Zugversuche mit Ent- und Wiederbelastungen und zyklische Versuche durchführbar sind. Die zyklischen Experimente konnten aufgrund der geringen Knicklast der Mikroprobe nur im Zugschwellbereich durchgeführt werden.

Versuche an LIGA-Einsteg-Mikroproben der neuen Geometrie wurden entsprechenden Makroexperimenten gegenübergestellt. Im Fall der geglähten Nickel-Mikro- und Makroproben konnte ein beträchtlicher Unterschied in der Festigkeit und dem Verfestigungsverhalten gezeigt werden.

Literaturverzeichnis

- [1] 50125, DIN: *Prüfung metallischer Werkstoffe - Zugproben - Richtlinien für die Herstellung*. Deutscher Normenausschuss, Berlin, (1986).
- [2] BARGEL, H.-J. und G. SCHULZE: *Werkstoffkunde*. Schroedel-Verlag, (1978).
- [3] BAUD, R.V.: *Beiträge zur Kenntnis der Spannungsverteilung in prismatischen und keilförmigen Konstruktionselementen mit Querschnittsübergängen, Bericht 29 (Bericht 83 d. Eidg. Mat. Prüf.-Anst. Zürich)*. Schweiz. Verb. f. Mat.-Prüf. d. Techn., (1934).
- [4] BECKER, E.W., W. EHRFELD, P. HAGMANN, A. MANER, and D. MÜNCHMEYER: *Fabrication of microstructures with high aspect ratios and great structural heights by synchrotron radiation lithography, galvanofarming, and plastic moulding (liga process)*. Microelectronic Engineering, 4, 35–56, (1986).
- [5] BEITZ, W. und K.H. KÜTTNER: *Dubbel, Taschenbuch für den Maschinenbau*. Springer-Verlag, (1987).
- [6] BEST VENTIL + FITTING GMBH, 76694 FORST: *Swagelok - Hauptkatalog*.
- [7] BETRIEBSANLEITUNG, ASMETO AG, CH-RICHTERSWIL: *Oberflächenrauheitsmeßgerät, Diavite DT-100*.
- [8] BREITMEIER, U.: *Normgerecht. Kontrolle - Qualitätssicherung in der Produktion*, 5, 4–6, (1995).
- [9] CHANANI, G.R., V.F. ZACKAY, and R. PARKER: *Tensile properties of 0.05 to 0.20 pct c trip steels*. Metallurgical Transactions, 2, 133–139, (1970).
- [10] DATALOG SYSTEME ZUR MESSWERTERFASSUNG GMBH: *DASYLab Meßwerterfassungs- und Analyseprogramm, V3.0*.
- [11] DIEGELE, E.: *Studium grundlegender Eigenschaften einfacher Modelle der Elastizität und Inelastizität unter besonderer Berücksichtigung von Effekten zweiter Ordnung*. Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), (1997).

- [12] DIEGELE, E., W. JANSOHN, and CH. TSAKMAKIS: *Viscoplasticity using dual variables*. In BATRA, R.C., T.W. WRIGHT, G.S. BHAT, and T.S. SRIVATSAN (editors): *Proceedings of the ASME Materials Division*, volume 1, pages 449–467, (1995).
- [13] DIEGELE, E., W. JANSOHN, and CH. TSAKMAKIS: *Integration of finite deformation plasticity and viscoplasticity laws exhibiting nonlinear hardening rules*. (wurde zur Veröffentlichung eingereicht), (1997).
- [14] EHRFELD, W., H.J. BAVING, D. BEETS, P. BLEY, F. GÖTZ, J. MOHR, D. MÜNCHMEYER, and W. SCHEIB: *Progress in deep-etch synchrotron radiation lithography*. *J. Vac. Sci. Technol.*, 6, 178–182, (1988).
- [15] ENGEL und KLINGELE: *Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen von Metallschäden*. Gerling Institut für Schadenforschung und Schadenverhütung GmbH, (1974).
- [16] FEIT, K.: *Persönliche Mitteilungen*. IMT, Forschungszentrum Karlsruhe, (1997).
- [17] FLEIG, TH. und B. SCHINKE: *Entwicklung einer LCF-Probe für die Mikrostrukturtechnik*. Institut für Materialforschung II, Kernforschungszentrum Karlsruhe, (1992).
- [18] GAMER LASERTECHNIK GMBH, 76646 BRUCHSAL-HELMSHEIM: *Laserschneiden von Mikrostrukturen*.
- [19] GÖLDNER, H. und W. PFEFFERKORN: *Technische Mechanik*. VEB Fachbuchverlag Leipzig, (1987).
- [20] GRAF, P. und W. SCHNEIDER: *Persönliche Mitteilungen*. IMF I, Forschungszentrum Karlsruhe, (1995).
- [21] HAESSNER, F.: *Recrystallization of metallic materials*. Dr. Riederer Verlag, Stuttgart, (1978).
- [22] HANDREG, I. und P. KLIMANEK: *Schichtdickenabhängigkeit von Textur und Gefüge in galvanischen Kupferschichten*. *Galvanotechnik*, 7, 2161–2168, (1996).
- [23] H., GRÄFEN: *Lexikon Werkstofftechnik*. VDI-Verlag, (1991).
- [24] HIBBIT, KARLSSON & SORENSEN: *ABAQUS user's manual version, 5.2*.
- [25] ILZHÖFER, A., B. RITTER, and CH. TSAKMAKIS: *Development of passive microvalves by the finite element method*. *J.Micromech.Microeng.*, 5, 226–230, (1995).
- [26] INSTITUT FÜR WERKSTOFFKUNDE I, UNIVERSITÄT KARLSRUHE (TH): *Vorlesung der Werkstoffkunde von Herrn Prof. Dr. rer. nat. O. Vöhringer an der Universität Karlsruhe (TH)*.

- [27] INSTRON SCHENK TESTING SYSTEMS GMBH: *Instron Handbook for Model 1362*.
- [28] INSTRUMENTS, OXFORD RESEARCH: *SEM Tensile Stages*. OXFORD Instruments, Scientific Research Division, Eynsham Witney Oxon OX8 1TL, (1996).
- [29] JANSOHN, W.: *Formulierung und Integration von Stoffgesetzen zur Beschreibung großer Deformationen in der Thermoplastizität und -viskoplastizität*. Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), (1997).
- [30] KEYENCE DEUTSCHLAND GMBH, LEINFELDEN-ECHTERDINGEN: *Laser Scanner LS-3033(SO 8073)/LS-3100 Betriebsanleitung*.
- [31] KEYENCE DEUTSCHLAND GMBH, LEINFELDEN-ECHTERDINGEN: *Modellreihe LX, Photoelektrische Laser-Lichtschranke - Betriebsanleitung*.
- [32] KRÖNERT, W. und A. RAITH: *Festigkeitsuntersuchungen an einzelnen Fasern im REM*. Mat.-wiss. und Werkstofftech., 20, 142–148, (1989).
- [33] KRÖNERT, W. and A. RAITH: *In situ tensile measurements of single fibers by scanning electron microscopy*. J. Am. Ceram. Soc., 73(7), 1189–92, (1990).
- [34] LÄMMER, H.: *Thermoplastizität und Thermoviskoplastizität mit Schädigung bei kleinen und großen Deformationen*. FZKA-Bericht 6053, Forschungszentrum Karlsruhe, (1998).
- [35] MACHERAUCH, E.: *Praktikum in Werkstoffkunde*. Vieweg, (1987).
- [36] MARKOWSKI, W.: *Ein neues Prinzip der Werkstoffprüfmaschine*. Materialprüfung, 32, 144–148, (1990).
- [37] MATTHECK, C.: *Engineering Components grow like trees*. Kernforschungszentrum Karlsruhe, Bericht No. KfK4648, (1989).
- [38] MAZZA, E., S. ABEL, and J. DUAL: *Experimental determination of mechanical properties of ni and ni-fe microbars*. Micro System Technologies, 2, 197–202, (1996).
- [39] MAZZA, E., G. DANUSER, and J. DUAL: *Light optical deformation measurements in microbars with nanometer resolution*. Micro System Technologies, 2, 226–230, (1996).
- [40] MENZ, W.: *Physikalische Mikrokomponenten für die Mikrosystemtechnik*. In GMBH, FORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE (Herausgeber): *2. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik*, Seiten 11–14. FZKA 5670, (1995).
- [41] MENZ, W. und P. BLEY: *Mikrosystemtechnik für Ingenieure*. VCH Verlagsgesellschaft mbH, (1993).

- [42] MICRO-EPSILON MESSTECHNIK GMBH & Co. KG, ORTENBURG: *multiNCDT100 Berührungslose Kompakt-Wegmeßsysteme auf Wirbelstrombasis*.
- [43] OGAWA, H., Y. ISHIKAWA, and T. KITAHARA: *Micro tensile testing of small-sized thin sheet metals*. 2nd Japan-France Congress on Mechatronics, Nov.1-3, Takamatsu, Japan, pages 465–468, (1994).
- [44] OGAWA, H., Y. ISHIKAWA, T. KITAHARA, and S. KANEKO: *Tensile testing of micro-fabricated thin films*. Proc. 5th International Conf. on Micro Electro, Opto, Mechanical Systems and Components, Potsdam, pages 229–234, (1996).
- [45] OTTO FUCHS METALLWERKE: *Werkstoffinformation - Aluminium und Aluminiumlegierungen*.
- [46] RAITH, A.: *Bruchphänomene und Festigkeitsverhalten keramischer Einzelfasern*. Dissertation, RWTH Aachen, (1990).
- [47] RAUB, E.: *Die Grundlagen der galvanischen Abscheidung von Legierungen*. Galvanotechnik, 71, 326–334, (1980).
- [48] RAUB, E.: *Grundlagen der Metallabscheidung*. Galvanotechnik, 71, 214–221, (1980).
- [49] REMY, L. and A. PINEAU: *Twinning and strain-induced f.f.c \rightarrow h.c.p. transformation in the fe-mn-cr-c system*. Materials Science and Engineering, 28, 99–107, (1977).
- [50] SCHINKE, B., H. SCHNEIDER und A. ILZHÖFER: *Vorrichtung zur einachsigen Untersuchung von Mikrozugproben-Patent DE 19520071*. Deutsches Patentamt, (1995).
- [51] SCHNEIDER, M., I. HANDREG und P. KLIMANEK: *Untersuchung galvanischer Kupferschichten mit der Rastersondenmikroskopie*. Galvanotechnik, 7, 2154–2160, (1996).
- [52] SCHOMBURG, W. K.: *Persönliche Mitteilungen*. IMT, Forschungszentrum Karlsruhe, (1997).
- [53] SIPOS, K., L. REMY, and A. PINEAU: *Influence of austenite predeformation on mechanical properties and strain-induced martensitic transformations of a high manganese steel*. Metallurgical Transactions A, 7A, 857–864, (1976).
- [54] STEINCHEN, W., L. YANG, M. SCHUTH und G. KUPFER: *Dehnungsmessung mit digitaler Shearografie*. Technisches Messen, 62, 337–341, (1995).
- [55] TAMURA, I.: *Deformation-induced martensitic transformation and transformation-induced plasticity in steels*. Metal Science, 16, 245–253, (1982).
- [56] UBM MESSTECHNIK GMBH, ETTLINGEN: *Optisches Meßsystem Microfocus V.20;6/93*.

- [57] UTS TESTSYSTEME GMBH, ULM-EINSINGEN: *Drahterodierte kardanische Adapter*.
- [58] VERLAG STAHLSCHLÜSSEL WEGST GMBH: *Stahlschlüssel 1992*.
- [59] VOLLERTSEN, F. und S. VOGLER: *Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur*. Carl Hanser Verlag, (1989).
- [60] WALTER, M.: *Entwicklung und Aufbau eines Meßsystems zur Erfassung von Konturen gekerbter Zugproben (Diplomarbeit)*. Institut für Materialforschung II, Forschungszentrum Karlsruhe, (1997).
- [61] ZIMMER GMBH, ROSSDORF/DARMSTADT: *Bedienungsanleitung zum Universal-Dimensionsmesser UDM5000*.

A Schliffebenen

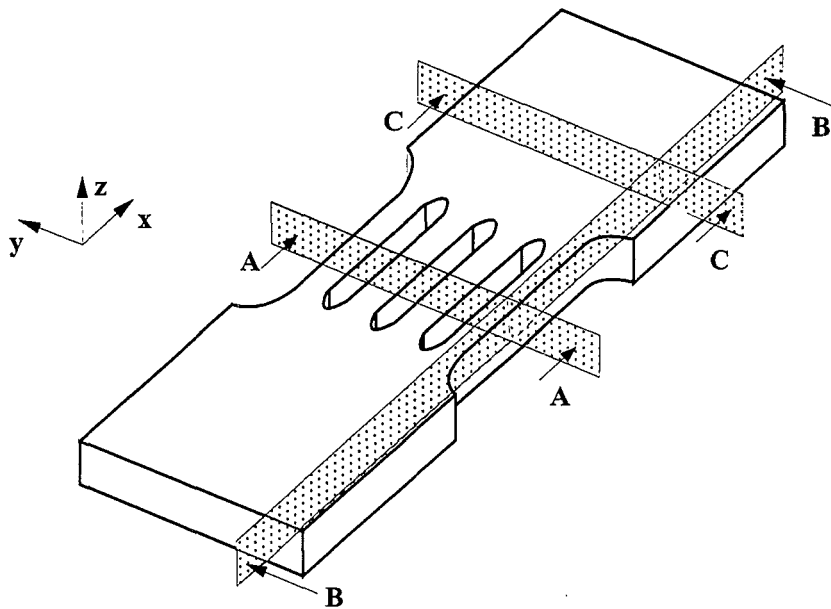


Abb. A.1: Beschreibung der Schliffebenen an LIGA-Mikroproben. Die Schliffflächen liegen bei den Einsteg-Mikroproben analog zu den Viersteg-Mikroproben.

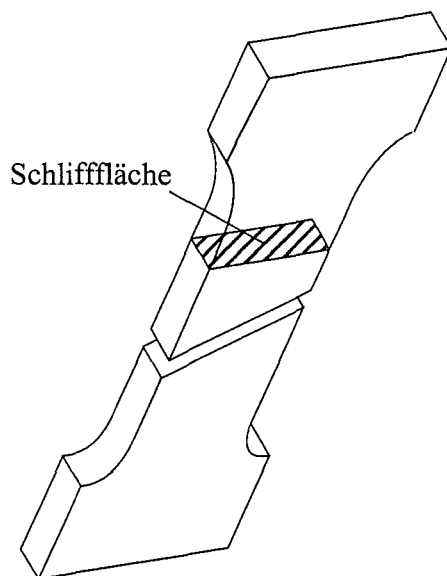


Abb. A.2: Beschreibung der Schliffebene an einer Makroprobe.

B Materialdaten

B.1 Galvanisch abgeschiedenes Nickel (Viersteg-Proben)

Proben- bez.	Wärme- behandlung °C/ min.	mittlerer Korn- durchmesser	Abzugs- geschwindigkeit [1/s]	Streckgrenze $R_{p0.2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	Mikrohärte $HV_{0.02}$
K1	—	?	$2.0 \cdot 10^{-4}$	600	982	285
K13	—	?	$2.96 \cdot 10^{-4}$	580	960	
L2	—	?	$3.1 \cdot 10^{-4}$	420	940	
L3	—	?	$3.1 \cdot 10^{-4}$	560	980	
K2	450/13	8.4 μm	$2.4 \cdot 10^{-4}$	460	818	118
K4	450/13	8.4 μm	$2.8 \cdot 10^{-4}$	380	680	
K10	450/13	8.4 μm	$3.48 \cdot 10^{-4}$	320	538	
K11	450/13	8.4 μm	$3.48 \cdot 10^{-4}$	330	558	
L4	450/13	8.4 μm	$2.86 \cdot 10^{-4}$	370	720	
L11	450/13	8.4 μm	$2.29 \cdot 10^{-4}$	310	562	
L12	450/13	8.4 μm	$3.48 \cdot 10^{-4}$	330	570	
K5	800/13	11.8 μm	$3.48 \cdot 10^{-4}$	100	333	105
K8	800/13	11.8 μm	$3.48 \cdot 10^{-4}$	82	328	
K9	800/13	11.8 μm	$3.48 \cdot 10^{-4}$	80	310	
L8	800/13	11.8 μm	$2.29 \cdot 10^{-4}$	85	278	
L9	800/13	11.8 μm	$3.48 \cdot 10^{-4}$	75	300	

Tab. B.1: Nickel-Materialdaten aus monotonen Zugversuchen an Viersteg-Mikroproben (Wafer 4146).

Proben-bez.	Wärme-behandlung °C/ min.	mittlerer Korn- durchmesser	Abzugs- geschwindigkeit [1/s]	Streckgrenze $R_{p0.2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	Mikrohärte $HV_{0.02}$
K8	—	?	$8.7 \cdot 10^{-5}$	408 MPa	1000 MPa	264
K9	—	?	$1.0 \cdot 10^{-3}$	410 MPa	1036 MPa	
K12	—	?	$6.8 \cdot 10^{-4}$	520 MPa	1220 MPa	
L8	—	?	$8.7 \cdot 10^{-5}$	405 MPa	962 MPa	
L9	—	?	$6.2 \cdot 10^{-4}$	480 MPa	1041 MPa	
L10	—	?	$7.6 \cdot 10^{-4}$	490 MPa	1042 MPa	
L11	—	?	$3.5 \cdot 10^{-4}$	360 MPa	1044 MPa	
K4	450 °C/13min.	8.8 μm	$3.5 \cdot 10^{-4}$	405 MPa	650 MPa	107
K5	450 °C/13min.	8.8 μm	$3.5 \cdot 10^{-4}$	330 MPa	646 MPa	
K6	450 °C/13min.	8.8 μm	$8.6 \cdot 10^{-5}$	400 MPa	640 MPa	
K7	450 °C/13min.	8.8 μm	$1.0 \cdot 10^{-3}$	398 MPa	654 MPa	
L4	450 °C/13min.	8.8 μm	$3.5 \cdot 10^{-4}$	400 MPa	646 MPa	
L5	450 °C/13min.	8.8 μm	$3.5 \cdot 10^{-4}$	400 MPa	643 MPa	
L6	450 °C/13min.	8.8 μm	$8.6 \cdot 10^{-5}$	364 MPa	600 MPa	

Tab. B.2: Nickel-Materialdaten aus monotonen Zugversuchen an Viersteg-Mikroproben (Wafer 4174).

Proben-bez.	Wärme-behandlung °C/ min.	mittlerer Korn- durchmesser	Abzugs- geschwindigkeit [1/s]	Streckgrenze $R_{p0.2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	Mikrohärte $HV_{0.02}$
K3	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	310 MPa	661 MPa	256
K4	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	398 MPa	834 MPa	
K6	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	304 MPa	679 MPa	
K7	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	318 MPa	680 MPa	
K8	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	308 MPa	673 MPa	
K12	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	335 MPa	624 MPa	
L3	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	316 MPa	625 MPa	
L4	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	332 MPa	614 MPa	
L5	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	310 MPa	596 MPa	
L6	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	380 MPa	712 MPa	
L11	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	330 MPa	612 MPa	
L12	—	?	$2.85 \cdot 10^{-4}$	420 MPa	856 MPa	

Tab. B.3: Nickel-Materialdaten aus monotonen Zugversuchen an Viersteg-Mikroproben (Wafer 1876).

B.2 Galvanisch abgeschiedenes Permalloy

Proben- bez.	Wärme- behandlung °C/ h	mittlerer Korn- durchmesser	Abzugs- geschwindigkeit [1/s]	Streckgrenze $R_{p0.2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]
L1	—	?	$8.7 \cdot 10^{-5}$	640	1860
L2	—	?	$3.4 \cdot 10^{-4}$	820	1920
L3	—	?	$6.8 \cdot 10^{-4}$	1000	2016
L4	—	?	$1.0 \cdot 10^{-3}$	1100	2200

Tab. B.4: Permalloy (Ni80Fe20)-Materialdaten aus monotonen Zugversuchen an unbehandelten Viersteg-Mikroproben (Wafer 4154).

Proben- bez.	Wärme- behandlung °C/ h	mittlerer Korn- durchmesser	Abzugs- geschw. [1/s]	obere Streckgrenze R_{eH} [MPa]	untere Streckgrenze R_{eL} R_{eL} [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]
L10	870/24	20.12 μm	$8.7 \cdot 10^{-5}$	160 MPa	140 MPa	389 MPa
L6	870/24	20.12 μm	$3.4 \cdot 10^{-4}$	178 MPa	160 MPa	415 MPa
L7	870/24	20.12 μm	$6.8 \cdot 10^{-4}$	153 MPa	143 MPa	360 MPa
L8	870/24	20.12 μm	$1.0 \cdot 10^{-3}$	172 MPa	160 MPa	430 MPa

Tab. B.5: Permalloy (Ni80Fe20)-Materialdaten aus monotonen Zugversuchen an wärmebehandelten Viersteg-Mikroproben (Wafer 4154).

B.3 Galvanisch abgeschiedenes Kupfer

Proben- bez.	Wärme- behandlung °C/ min.	Abzugs- geschwindigkeit [1/s]	Streckgrenze $R_{p0.2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]
L1	—	$8.7 \cdot 10^{-5}$	113	297
L2	—	$3.4 \cdot 10^{-4}$	142	298
L3	—	$6.8 \cdot 10^{-4}$	157	297
L4	—	$1.0 \cdot 10^{-3}$	165	266
L5	450 / 15	$8.7 \cdot 10^{-5}$	82	165
L6	450 / 15	$3.4 \cdot 10^{-4}$	89	169
L7	450 / 15	$6.8 \cdot 10^{-4}$	85	174
L8	450 / 15	$1.0 \cdot 10^{-3}$	86	194
L9	800 / 15	$8.7 \cdot 10^{-5}$	38	156
L10	800 / 15	$3.4 \cdot 10^{-4}$	39	163
L11	800 / 15	$6.8 \cdot 10^{-4}$	44	166
L12	800 / 15	$1.0 \cdot 10^{-3}$	38	164

Tab. B.6: Kupfer-Materialdaten aus monotonen Zugversuchen an wärmebehandelten Viersteg-Mikroproben (Wafer 1875).

Proben- bez.	Wärme- behandlung °C/ min.	Abzugs- geschwindigkeit [1/s]	Streckgrenze $R_{p0.2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]
L1	—	$8.7 \cdot 10^{-5}$	176	268
L2	—	$3.4 \cdot 10^{-4}$	178	272
L3	—	$6.8 \cdot 10^{-4}$	177	274
L4	—	$1.0 \cdot 10^{-3}$	181	278
L5	470 / 23	$8.7 \cdot 10^{-5}$	93	196
L6	470 / 23	$3.4 \cdot 10^{-4}$	83	203
L7	470 / 23	$6.8 \cdot 10^{-4}$	97	202
L8	470 / 23	$1.0 \cdot 10^{-3}$	94	204

Tab. B.7: Kupfer-Materialdaten aus monotonen Zugversuchen an wärmebehandelten Viersteg-Mikroproben (Wafer 4153).

B.4 Chrom-Nickel-Stahl 1.4310

B.4.1 Chemische Analyse

C	Cr	Ni	Si	Mn	T	S	Mo
< 0.15%	18.4 ± 0.05%	7.2 ± 0.05%	< 1.5%	< 2%	< 0.045%	< 0.03%	< 0.8%

Tab. B.8: Zusammensetzung in Massen-% eines CrNi-Stahles¹ der Bezeichnung 1.4310 .

¹Die Massengehalte der Chrom- und Nickelbestandteile wurden am Institut für Materialforschung I des Forschungszentrums Karlsruhe mittels eines ICP-OES (Induktiv gekoppeltes Plasma-optisches Emissionsspektrometer) gemessen.

B.4.2 An Mikroproben gemessene Materialdaten

	Versuchsart	Dehnrate $\dot{\epsilon}$ [1/s]	Streckgrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	E-Modul [MPa]	Gleichmaßdehnung δ_{gl} [%]	Bruchdehnung δ [%]
M1	BE	$1.25 \cdot 10^{-4}$	260	820	188000	12	17.4
M3	BE	$1.0 \cdot 10^{-3}$	280	860	185000	8.0-9.2	17.9
M4	ZR	$1.25 \cdot 10^{-4}$	265	810	-	8.5	14.2
M5	ZR	$5.4 \cdot 10^{-4}$	250	849	-	8.9	18.8
M6	BE	$1.0 \cdot 10^{-3}$	180	708	175000	8.8	17.4
M7	ZV	$1.0 \cdot 10^{-3}$	220	842	182000	11.6	19.4
M8	ZR	$1.2 \cdot 10^{-3}$	260	858	-	9.7	18
M9	ZR	$1.25 \cdot 10^{-4}$	240	840	-	10.4	17.4
M10	ZR	$1.25 \cdot 10^{-4}$	220	860	-	9.1	15.2
M11	ZR	$1.25 \cdot 10^{-4}$	260	856	-	9.2	16.7
M12	MZ	$1.25 \cdot 10^{-4}$	255	880	-	9.0	16.8
M13	MZ	$5.4 \cdot 10^{-4}$	240	842	-	11	18.9
M14	MZ	$1.2 \cdot 10^{-3}$	248	870	-	12	19.7
M15	MZ	$2.06 \cdot 10^{-3}$	250	872	-	12.3	19.0

Tab. B.9: Stahl (1.4310)-Materialdaten aus mehreren Experimenten an wärmebehandelten Mikroproben (1000 °C/1h). Die Abkürzungen der Versuchsdurchführung lauten: MZ: Monotoner Zugversuch, ZV: Zyklischer Versuch(Zugschwellbereich), BE: Experimente mit Be- und Entlastungen, ZR: Zugversuch mit Haltezeiten.

B.4.3 An Makroproben gemessene Materialdaten

	Versuchsart	Dehnrate $\dot{\epsilon}$ [1/s]	Streckgrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	E-Modul [MPa]	Gleichmaßdehnung δ_{gl} [%]	Bruchdehnung δ [%]
MA1	MZ	$1.25 \cdot 10^{-4}$	186	731	—	13.9	
MA2	MZ	$1.3 \cdot 10^{-3}$	204	681	—	—	15.1
MA3	BE	$1.3 \cdot 10^{-4}$	182	728	—	—	14.8
MA5	BE	$6.2 \cdot 10^{-4}$	208	771	161000	—	16.2
MA6	BE	$6.2 \cdot 10^{-4}$	191	—	130000	—	—
MA7	BE	$6.2 \cdot 10^{-4}$	172	—	134000	—	—
MA8	BE	$6.2 \cdot 10^{-4}$	146	—	140000	—	—

Tab. B.10: Stahl(1.4310)-Materialdaten aus mehreren Experimenten an wärmebehandelten Makroproben (1000 °C/1h). Die Abkürzungen der Versuchsdurchführung lauten: MZ: Monotoner Zugversuch, BE: Experimente mit Be- und Entlastungen.

B.5 Galvanisch abgeschiedenes Nickel (Einsteg-Proben)

B.5.1 Nickel-Mikroproben (Wafer7023)

	VA ¹	WB ²	Dehn- rate $\dot{\epsilon}$ [1/s]	Dehn- grenze $R_{p0,2}$ [MPa]	Zug- festigkeit R_m [MPa]	E- Modul [MPa]	Gleichmaß- dehnung δ_{gl} [%]	Bruch- dehnung δ [%]
V19	BE	–	$2.6 \cdot 10^{-3}$	n.b. ³	598	187000	5.07	13.5
V20	BE	–	$2.6 \cdot 10^{-3}$	400	516	157000	5.8	14.4
V21	ZR	–	$2.6 \cdot 10^{-3}$	410	636	–	5.7	13.1
V22	MZ	–	$8.75 \cdot 10^{-5}$	352	568	–	3.2	9.9
V25	MZ	–	$3.5 \cdot 10^{-4}$	460	565	–	1.6	7.2
V24	MZ	–	$6.88 \cdot 10^{-4}$	380	588	–	3.7	10.3
V23	MZ	–	$1.1 \cdot 10^{-3}$	350	587	–	3.8	10.2
V6	BE	450/13	$2.6 \cdot 10^{-3}$	125	350	155000	25-30	34.5
V27	BE	450/13	$2.6 \cdot 10^{-3}$	136	364	169000	37-38	44
V27	ZR	450/13	$2.6 \cdot 10^{-3}$	165	480	–	28-29.5	34
V29	MZ	450/13	$8.75 \cdot 10^{-5}$	128	360	–	21.8-26.4	36.8
V33	MZ	450/13	$6.88 \cdot 10^{-4}$	133	362	–	27.5-31.3	42.1
V43	MZ	450/13	$1.1 \cdot 10^{-3}$	142	418	–	24.1-30.8	42.6
V36	MZ	800/13	$8.75 \cdot 10^{-5}$	11	258	–	21.3	26
V38	MZ	800/13	$3.5 \cdot 10^{-4}$	56	237	–	19.5	22.1
V40	MZ	800/13	$6.88 \cdot 10^{-4}$	21	263	–	18.7	23.6
V43	MZ	800/13	$1.1 \cdot 10^{-3}$	60	265	–	21.5	26.5
V42	MZ	800/13	$7.8 \cdot 10^{-3}$	65	280	–	25	30.5
V44	MZ	800/13	$7.8 \cdot 10^{-3}$	60	350	–	25	28.5

Tab. B.11: Nickel(W7023)-Materialdaten aus mehreren Experimenten. Die angegebenen Wärmebehandlungen wurden im Vakuum-Rohröfen durchgeführt. Die Abkürzungen der Versuchsdurchführung lauten: MZ: Monotoner Zugversuch, ZV: Zyklischer Versuch(Zugschwellbereich), BE: Experimente mit Be- und Entlastungen, ZR: Zugversuch mit Haltezeiten.

¹Versuchsart.

²Wärmebehandlung (Glühtemperatur[°C]/Glühdauer[min.] ab Erreichen der Glühtemperatur.

³n.b. ~ Aus Versuchsgründen nicht bestimmbar.

B.5.2 Nickel-Makroproben

	VA ¹	Bez. vom Hersteller ²	Dehnrate $\dot{\epsilon}$ [1/s]	Dehngrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	E-Modul [MPa]	Gleichmaßdehnung δ_{gl} [%]	Bruchdehnung δ [%]
I-B	BE	ST	$6.2 \cdot 10^{-4}$	568	1136	169200	3.17	5.3
II-B	BE	ST	$6.2 \cdot 10^{-4}$	780	1144	200000	3.05-3.45	4.6
III-B	BE	ST	$6.2 \cdot 10^{-4}$	580	1231	236000	2.15	5.22
IV-A	BE	ST/GG	$6.2 \cdot 10^{-4}$	620	1040	184166	2.4-4.3	9.2
V-B	BE	ST/FAG	$6.2 \cdot 10^{-4}$	460	802	176400	5.4	8.65
VI-A	BE	KST, FAG	$6.2 \cdot 10^{-4}$	860	1204	151000	2.15-3.35	6.75

Tab. B.12: Nickel-Materialdaten gemessen an Makroproben. Die Abkürzungen der Versuchsdurchführung lauten: BE: Experimente mit Be- und Entlastungen. Die Abkürzungen zu den Herstellungsbedingungen lauten: ST: Standardtensid, KST: Kein Standardtensid, GG: Gealtertes Galvanikbad, FAG: Frisch ange-setztes Galvanikbad.

	VA ¹	WB ³	Dehnrate $\dot{\epsilon}$ [1/s]	Dehngrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	E-Modul [MPa]	Gleichmaßdehnung δ_{gl} [%]	Bruchdehnung δ [%]
I-A	MZ	450/13	$5.4 \cdot 10^{-4}$	262	557	–	–	40
III-A	MZ	450/13	$1.2 \cdot 10^{-3}$	383	581	–	28.5	33.1

Tab. B.13: Nickel-Materialdaten gemessen an wärmebehandelten Makroproben. Die Abkürzungen der Versuchsdurchführung lauten: MZ: Monotoner Zugversuch.

¹Versuchsart.

²Hinweise des Herstellers auf die Badzusammensetzung.

³Wärmebehandlung (Glühtemperatur[°C]/Glühdauer[min.] ab Erreichen der Glühtemperatur).

C Mikrostrukturanalysen

C.1 Galvanisch abgeschiedenes Nickel

C.1.1 Rekristallisationsverhalten

Zu diesen Untersuchungen wurden keine Mikroproben sondern Rahmenmaterial verwendet, welches mit den Mikroproben im Galvanikbad abgeschieden wurde. Dieser Rahmen ist eigentlich als Trägerkonstruktion gedacht, so daß die Proben nach dem Freiätzen vom Wafer geordnet und undeformiert transportiert und gehandhabt werden können. Dieses Rahmenmaterial besitzt im Ausgangszustand nach dem Galvanisationsprozess die gleiche Struktur wie die zu untersuchenden Mikroproben (siehe Abb. C.1)¹.

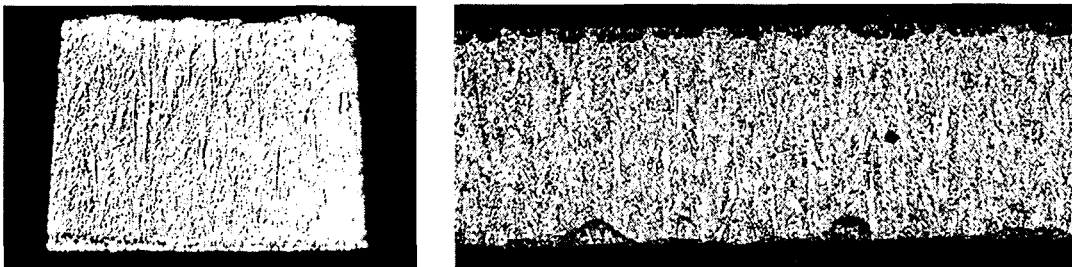


Abb. C.1: Schlibfbilder der Schlibfebene A-A. Links durch den Probenquerschnitt, rechts durch das Rahmenmaterial bei einer 200-fachen Vergrößerung.

Alle Wärmebehandlungen wurden in einem Vakuumofen ($p < 4 \cdot 10^{-5}$ bar) durchgeführt. Als Glühdauer wird die Zeit ab Erreichen der Solltemperatur bis zum Beginn der Abkühlphase bezeichnet. In Abb. C.2 wird ein Glühzyklus mit einer Glühdauer von 13 min. bei $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ gezeigt.

Wie schon in Abb. 2.3 exemplarisch für die Glühtemperaturen $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ gezeigt wurde, können durch unterschiedliche Glühtemperaturen bei einer konstanten Glühdauer unterschiedliche Gefügestrukturen eingestellt werden. Um sowohl die Übergangstemperatur, bei welcher Rekristallisation einsetzt, als auch die Korngrößen zu bestimmen wurden Wärmebehandlungen bei unterschiedlichen Temperaturen und Glühdauern durchgeführt. Abb. C.3 zeigt die Gefügeentwicklung bei konstanter Glühdauer und ansteigender Glüh­temperatur. Zu diesen Untersuchungen wurde ausschließlich galvanisch abgeschiedenes Nickel des Wafers Nr.:1876 verwendet. Mit Hilfe einer rechnergestützten Bildanalyse² wurden die Schlibfbilder ausgewertet und die prozentuelle Anzahl von Körnern mit definierten Korndurchmessern bestimmt. Abb. C.4 (links) zeigt das Diagramm für die Wärmebehandlungen von $450\text{ }^{\circ}\text{C}$, $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $800\text{ }^{\circ}\text{C}$.

¹Zur eindeutigen Zuordnung der Position der Schlibfebenen zur Lage in der Mikroprobe siehe Anhang A

²Zur Bildanalyse wurde die Software AnalySIS der Fa. SIS verwendet.

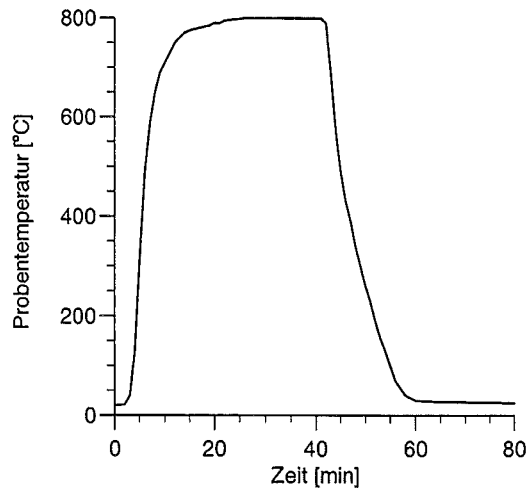


Abb. C.2:
Temperaturverlauf einer Probe während einer Wärmebehandlung bei $T=800\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Die Schliffbilder der Wärmebehandlungen unter $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ konnten nicht mit dem Bildanalyse-system ausgewertet werden, da die Korndurchmesser selbst bei 1000-facher Vergrößerung zu klein für das Korngrenzenerfassungsprogramm waren. Trägt man die aus der Bildanalyse gewonnenen Daten der mittleren und maximalen Korndurchmesser über der Glüh Temperatur auf, ergibt sich das in Abb. C.4 rechts gezeigte Diagramm.

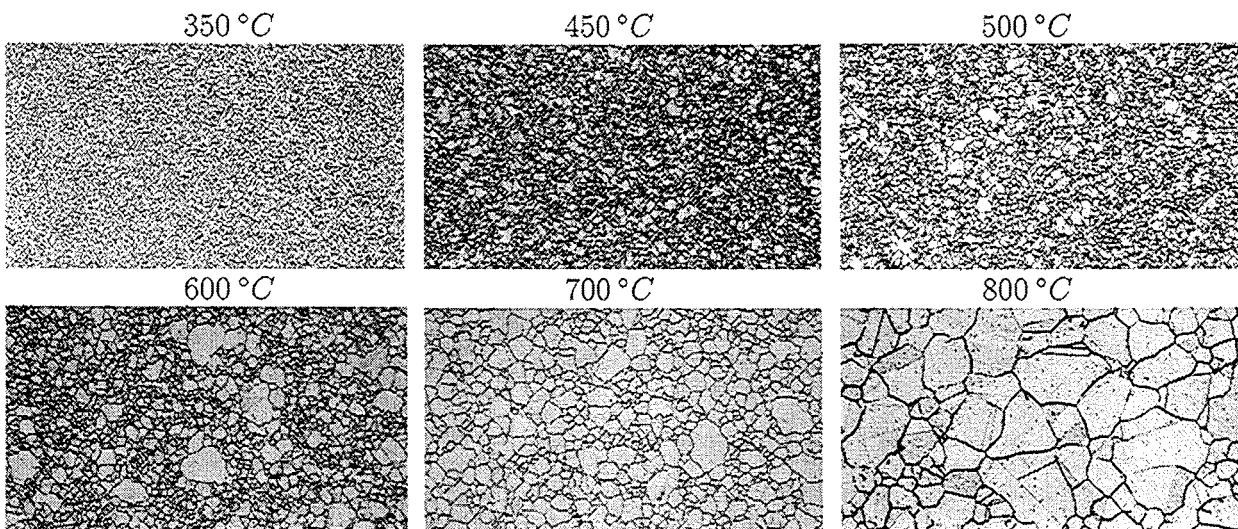


Abb. C.3: Schliffbilder der Schliffebene C-C. Die Glüh Temperaturen bei welchen sich die gezeigten Kornstrukturen einstellen stehen über den Bildern. Die Glühdauer betrug bei allen Wärmebehandlungen 13 min. ab Erreichen der Glüh Temperatur.

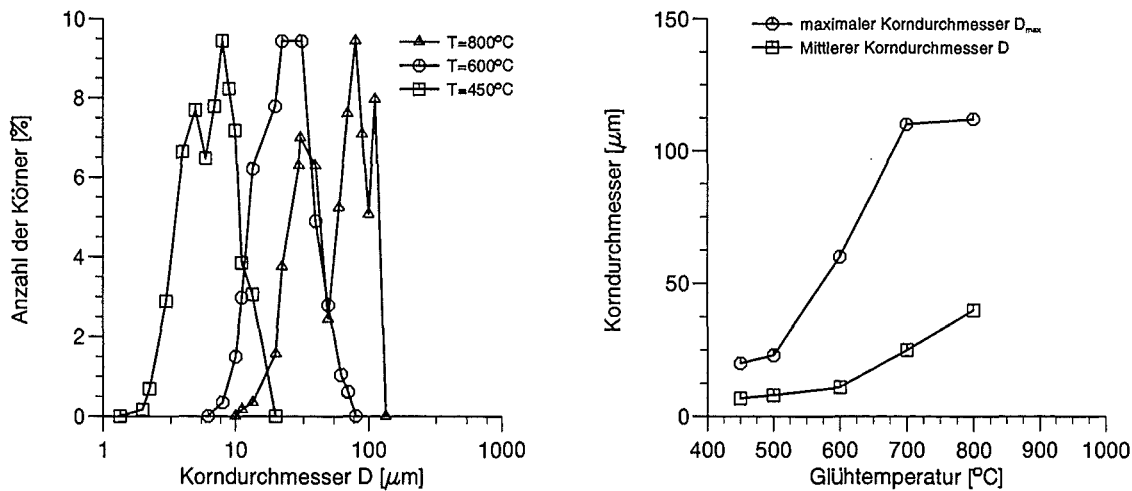


Abb. C.4: Kornwachstum infolge einer Wärmebehandlung mit einer Glühdauer von 13 Minuten.

Betrachtet man neben dem Anstieg des mittleren Korndurchmessers den Verlauf der auf den Schlifflieben gemessenen Mikrohärtigkeit³ über der Glühtemperatur (siehe Abb. C.5 links oben) so liegt die Übergangstemperatur der Rekristallisation zwischen 350 °C und 450 °C. Wird die Glühtemperatur auf die Schmelztemperatur $T_S=1453$ °C von Nickel [5] bezogen, so kann man dem Diagramm in Abb. C.5 rechts oben entnehmen, daß die primäre Rekristallisation⁴ bis ca. $T = 0.4 \cdot T_S$ abgeschlossen ist und ab dieser Temperatur die Kornvergrößerung einsetzt [59],[21].

Der gleiche Effekt des Mikrohärtigkeitabfalls wird bei der Variation der Glühdauer (siehe Abb. C.5) erkennbar. Ab einer Glühtemperatur von 450 °C und ca. 10min. Glühdauer nimmt die Mikrohärtigkeit nur noch schwach ab. Weshalb bei den vorhandenen, galvanisch abgeschiedenen Nickel-Strukturen im Anlieferungszustand die Werte der Mikrohärtigkeit deutlich höher sind als nach der Rekristallisation kann nur vermutet werden. Unwahrscheinlich ist jedoch die Ursache einer erhöhten Versetzungsdichte infolge von Verformungen wie sie z.B. beim Kaltwalzen von Blechen auftritt. Aufgrund der sehr feinkristallinen und anisotropen Gefügestruktur wäre denkbar, daß die hohe Anzahl von Korngrenzen sowie die dendritisch geartete Stengelstruktur einem Eindringen eines Prüfkörpers mehr Widerstand entgegensetzen als die nach der Rekristallisation vorhandenen Kornstrukturen. Dies würde zum Teil auch die im folgenden Abschnitt gezeigten Ergebnisse höherer Zugfestigkeit erklären. Zusammenfassend soll erwähnt werden, daß es weitaus mehrerer Untersuchungen zum Rekristallisationsverhalten von galvanisch abgeschiedenen Materialien bedarf, um mehr über die Keimbildungsmechanismen und die daraus resultierenden Gefüge zu erfahren.

³Die Ermittlung der Härte erfolgte nach DIN 50133 (Vickers) mit einem Prüfgewicht von 20g und einer Einwirkdauer von 15 s. Verwendet wurden nur A-A und C-C Schlifflieben (beide senkrecht zur Verformungsrichtung liegend). An jeder Probe wurden mindestens zehn Einzelmessungen durchgeführt und ein Mittelwert gebildet.

⁴Die primäre Rekristallisation ist ein thermisch aktivierter Vorgang, der ausgehend von einer Erholungsphase hauptsächlich aus einer Keimbildungsphase besteht.

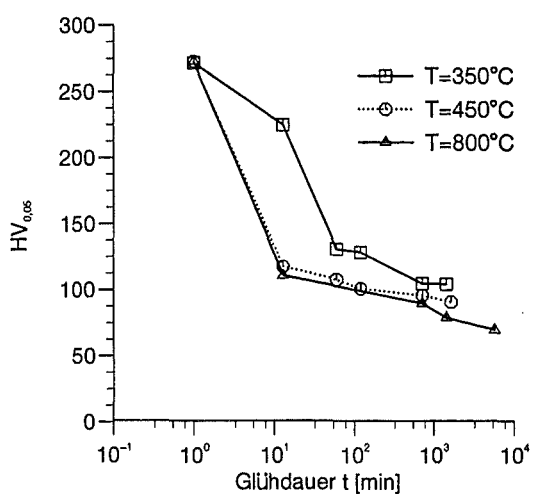
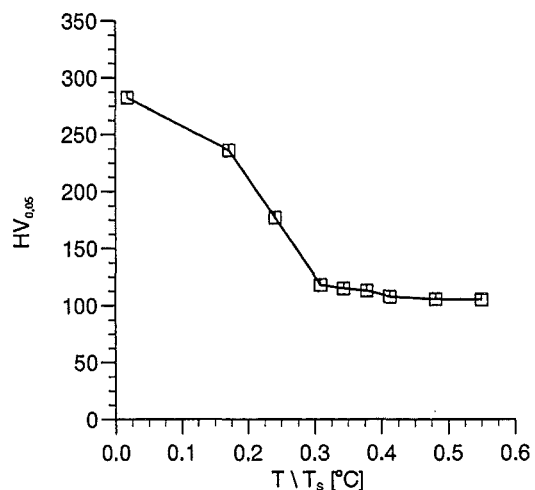
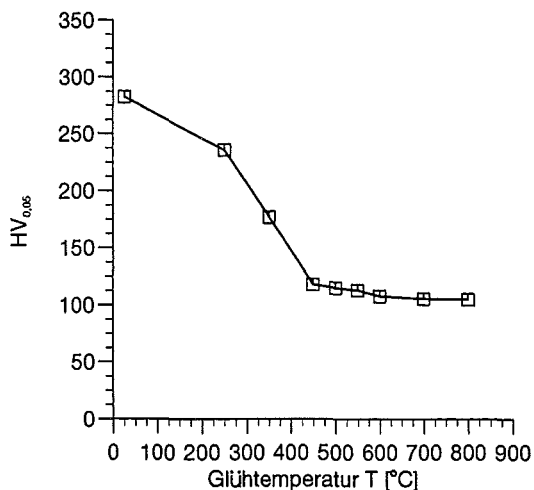


Abb. C.5:
 Abfall der Härte infolge von Rekristallisationsvorgängen. Links und rechts oben bei konst. Glühdauer und steigender Glüh Temperatur; Links unten bei konst. Glüh Temperatur und steigender Glühdauer.

C.1.2 Bruchphänomene von Nickel Viersteg-Mikroproben

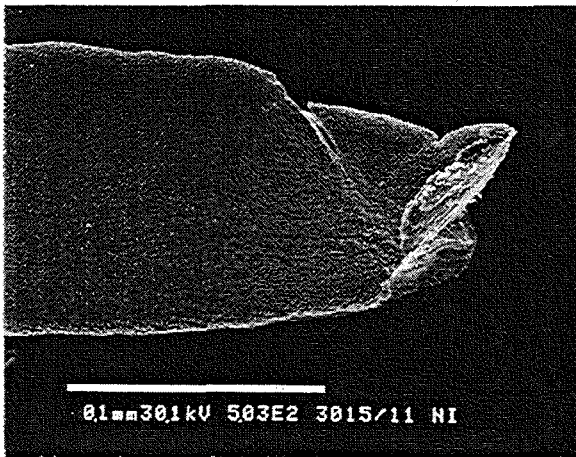
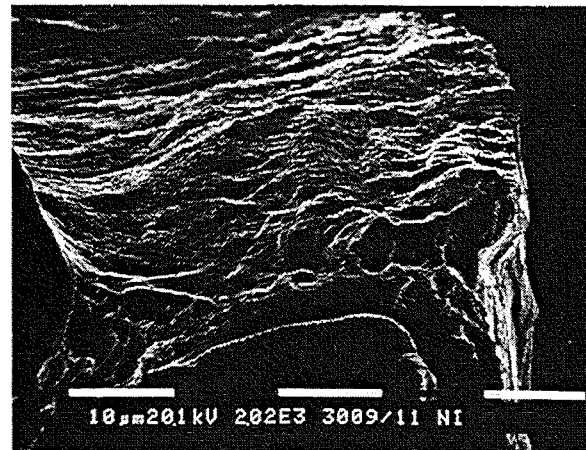


Abb. C.6:
Bruchverformungen eines Steges einer Nickel Viersteg-Mikroprobe. L.o.: Einer unbehandelten Mikroprobe. R.o. und r.u. einer bei 800 °C, 13 min. wärmebehandelten Nickel-Mikroprobe.



C.2 Galvanisch abgeschiedenes Permalloy

In allen Schliffebeneen zeigte sich eine sehr feine Nanostruktur (siehe Abb. C.7), welche der Nickel-Mikrostruktur aus Abb. 2.3 ähnelt. Wie im Falle der unbehandelten Nickelstrukturen kann auch hier die Korngröße mit den vorhandenen Mitteln nicht ermittelt werden.

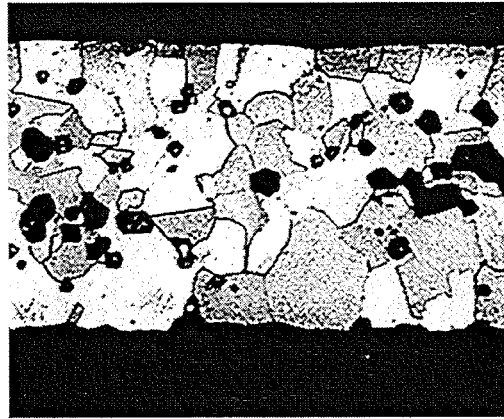
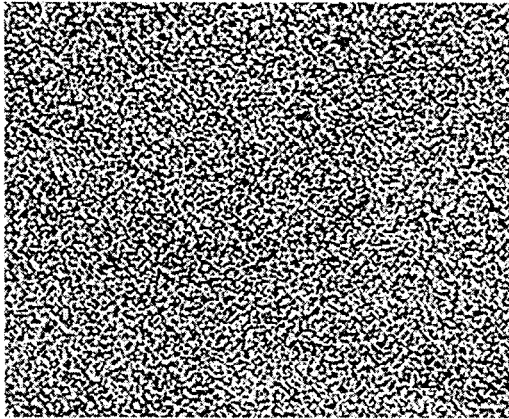
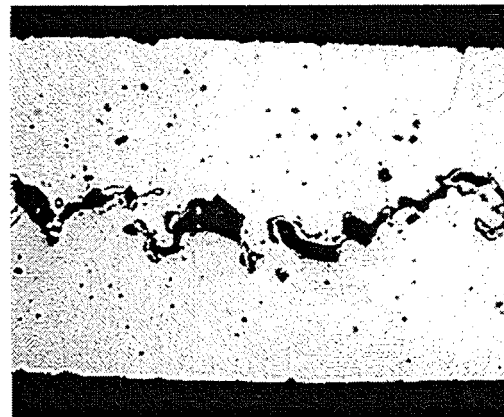


Abb. C.7:

L.o.: Permalloy Mikrostruktur (Schliffebene C-C) im Anlieferungszustand. R.o. und r.u.: Permalloy Mikrostruktur nach einer Wärmebehandlung ($870\text{ }^{\circ}\text{C}/24\text{h}$).



Wie aus den Schlifffbildern der geglühten Permalloy-Strukturen (siehe Abb. C.7 rechts) ersichtlich wird, wurden im Zuge der Rekristallisation und dem anschließenden Kornwachstum Gase freigesetzt, welche an den Korngrenzen Poren bilden. Diese Poren können sich im Laufe des Tempervorganges zu interkristallinen Rissen (siehe Abb. C.7 rechts unten) zusammenschließen. Es wird angenommen [16], daß sich in diesem Fall organische Substanzen aus dem Elektrolytbad während des Galvanisationsprozesses zwischen dem abgeschiedenen Material einlagert und während des Glühprozesses in einen gasförmigen Zustand übergeht. Dies führt zu einem Auseinandersprennen der Korngrenzen und einer sichtbaren Poren- und Rißbildung. Mit voranschreitendem Kornwachstum werden diese Poren auch in die Körner eingeschlossen und bilden sowohl inter- als auch transkristalline Risse. Beobachtet wurde dieses Phänomen laut [16] ebenfalls bei der Abscheidung von Kupferstrukturen aus einem $\text{Cu}(\text{BF}_4)_2$ -Elektrolyten. Bei Betrachtung der folgenden Festigkeitsuntersuchungen sollten im Fall der wärmebehandelten

Mikroproben die Festigkeitswerte immer im Zusammenhang mit der geschädigten Mikrostruktur betrachtet werden.

C.2.1 Bruchphänomene von Permalloy Viersteg-Mikroproben

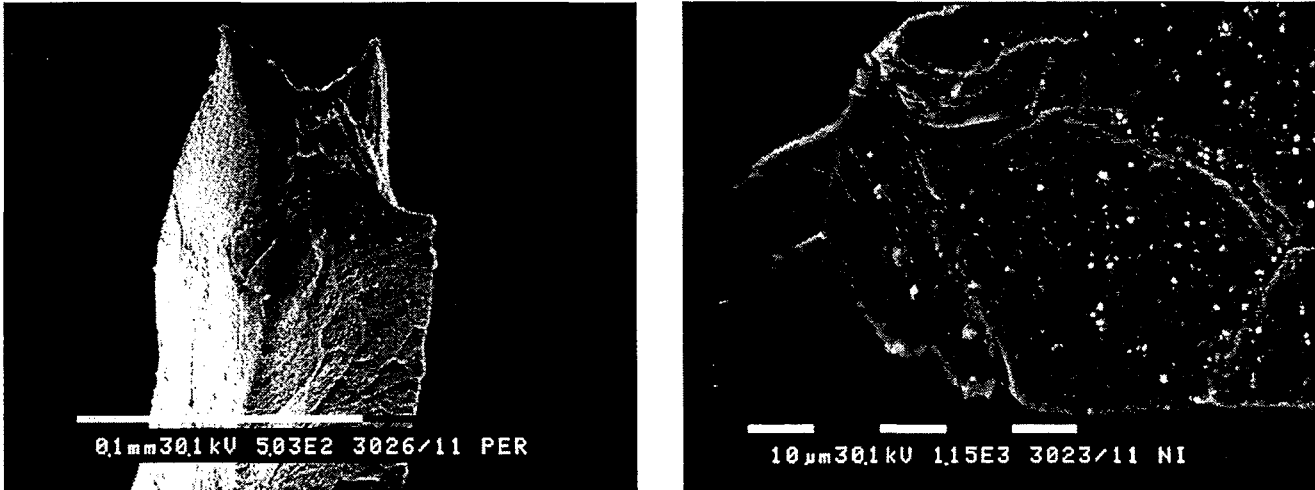


Abb. C.8: Bruchverformungen eines Steges einer wärmebehandelten ($870^{\circ}\text{C}/24\text{h}$) Permalloy Viersteg-Mikroprobe. Links: Draufsicht auf die Bruchfläche. Rechts: Seitenansicht (entlang des Steges).

C.3 Metallographische Untersuchungen an Stahl-Mikro- und Makroproben

Wie in Kap.5.5 erläutert, wurden zu Versuchszwecken der optischen Dehnmeßeinrichtung und zu Vergleichszwecken Mikro- und Makroproben aus nichtrostendem Federtahl der Bezeichnung 1.4310 verwendet. Die Mikroprobe (Die Probengeometrie ist in Abb. 4.12 zu sehen) wurde mittels eines YAG-Lasers aus dem gleiche Stahlblech geschnitten wie die drahterodierten Makroproben (Geometrie siehe Abb. 4.15). Eine chemische Analyse ergab bei den angelieferten Blechfolien der Stärke 0.1mm einen Chromgehalt von 18.4 ± 0.05 Massen-% und einen Nickelgehalt von 7.2 ± 0.05 Massen-%. Alle weiteren Bestandteile lagen innerhalb der Angabe des Materialdatenblatts [58] (siehe Tabelle B.8).

Wie in Abschnitt C.1.1, wurden auch im Falle der Stahlfolien Untersuchungen zum Rekristallisationsverhalten durchgeführt. Dazu wurden die Stahlfolien im Vakuum-Rohröfen unterschiedlich wärmebehandelt. Die Glühdauer beginnt wie bei den Nickel-Glühungen (siehe Abb. C.2) ab Erreichen der Soll-Temperatur. Die Schlibfbilder in Abb. C.10 zeigen exemplarisch den Ausgangszustand (nicht wärmebehandelt) und zwei typische Gefüge nach einer Wärmebehandlung. Das Gefüge der unbehandelten Stahlfolie zeigt einen sehr hohen Deformationsgrad der infolge des Kaltwalzens entstanden ist. Nach einer Glühung bei $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$ und einer Glühdauer von 5 min. ist die Walztextur noch zu erkennen. Sichtbar werden ebenfalls erholte Zonen aus Grundgefüge.

Betrachtet man das Gefügeschaubild von Cr-Ni-Stählen nach Maurer (siehe Abb. C.9)[2] so kann davon ausgegangen werden, daß das Grundgefüge aus γ -Mischkristallen (Austenit) und einem kleinen Anteil an Ferrit besteht (das verwendete Material wurde mit seiner Zusammensetzung im Diagramm mit einem Punkt gekennzeichnet). Mit zunehmender Glühtemperatur wachsen diese Bereiche mit austenitischem Grundgefüge an. Erstaunlich ist, daß trotz der relativ langsamen Abkühlung⁵ relativ viel Rest-Martensit vorhanden ist (siehe Abb. C.10). Ebenso erstaunlich ist der Verlauf der Mikrohärtemesseungen bezogen auf die wärmebehandelten Stahlgefüge (siehe Abb. C.11). Analog zu den Ergebnissen, wie sie aus den Rekristallisationsuntersuchungen von Nickel zu entnehmen sind, müßte die primäre Rekristallisation bei einer Wärmebehandlung von ca. $900\text{ }^{\circ}\text{C}/5\text{ min.}$ abgeschlossen sein. Das heißt, daß das Gefüge im Schlibfbild hauptsächlich austenitische Körner zeigen sollte. Tatsächlich ist das Gefüge sowohl der Mikro- als auch der Makroproben selbst bei Glühdauern von 24h und einer Glühtemperatur von $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ nach sehr langsamer Abkühlung im Ofen noch stark mit Martensit durchwachsen (ähnlich dem Schlibfbild in Abb. C.10 rechts). Erschwerend kommt noch hinzu, daß die nach dem Schleifen, Polieren und Anätzen sichtbaren Gefüge der Makroproben und der Mikroproben aus der gleichen Glühcharge unterschiedlich waren.

Wie schon in Abschnitt 5.6.3 erwähnt wurde, kann im Fall der lasergeschnittenen und wärmebehandelten Mikro- und der erodierten und wärmebehandelten Makroproben aus Stahl kein direkter Vergleich angestellt werden. Erstaunlich bleibt trotzdem, daß die Werte der Streckgrenzen und Zugfestigkeit der Mikroprobe annähernd drei mal so groß waren wie die der Makroproben, bei annähernd gleichen Bruchdehnungen. Im Gegensatz zu den Mikroproben zeigten die Makroproben ein Vefestigungsverhalten wie sie vorwiegend bei TRIP⁶-Stählen auftreten (siehe dazu [55], [9], [26]). Die Frage, weshalb die mikrostrukturierten Stahlproben keine

⁵Die Mikroproben werden unter Vakuum in der Glasröhre belassen. Die Glasröhre wird aus dem Rohröfen genommen und an Luft abgekühlt. Der Temperaturabfall liegt im Mittel bei ca. $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min.}$

⁶TRransformation Induced Plasticity.

ähnlichen Verfestigungseigenschaften wie die Makroproben zeigten, bleibt offen. Es bedarf weitaus mehrerer Gefügeuntersuchungen und Phasenanalysen bei gezielt eingestellten Verformungszuständen, um in diesem Fall eine Aussage über die Unterschiede im Materialverhalten zwischen Mikro- und Makroproben machen zu können.

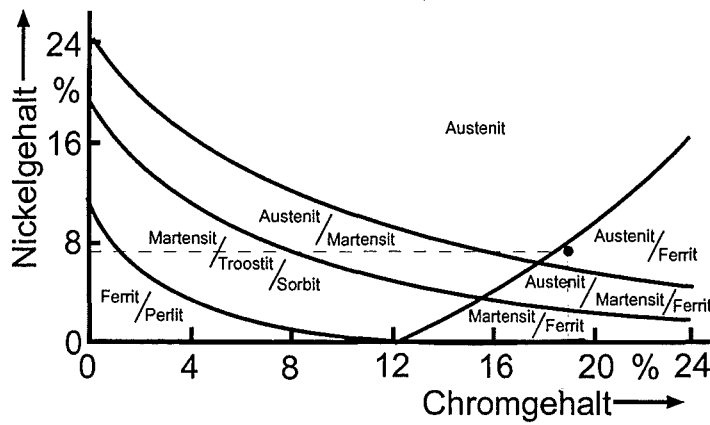


Abb. C.9: Gefügeschaubild der Cr-Ni-Stähle ($C \approx 0.2\%$) nach dem Abschrecken von $1000\text{ }^\circ\text{C}$ in Wasser (nach Maurer)

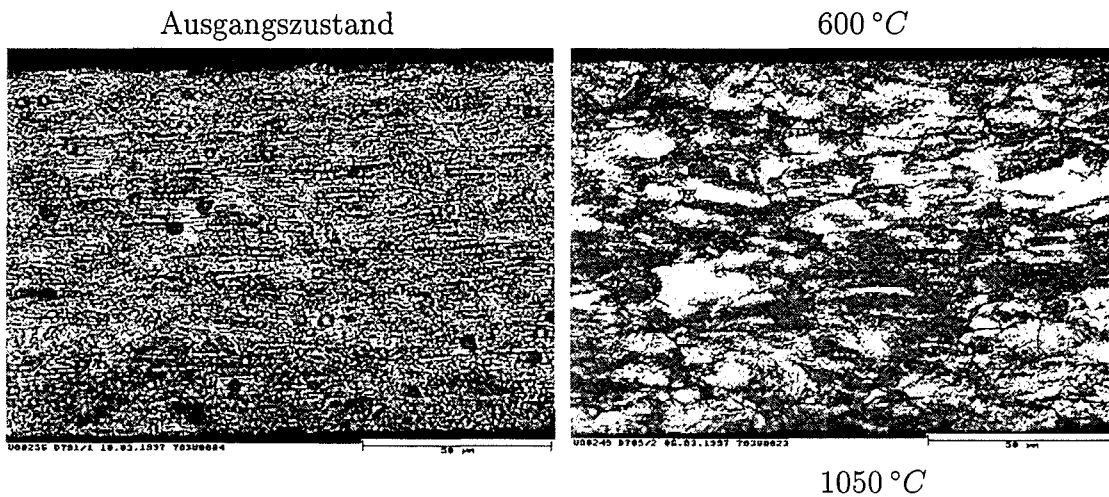
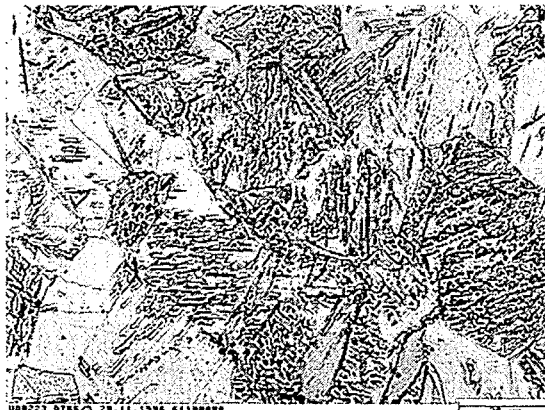


Abb. C.10: Schlibfbilder der Schlibffebene C-C. Die Glühtemperaturen bei welchen sich die gezeigten Kornstrukturen einstellen stehen über den Bildern. Die Glühdauer betrug bei allen Wärmebehandlungen 5 min. ab Erreichen der Glüh-temperatur.



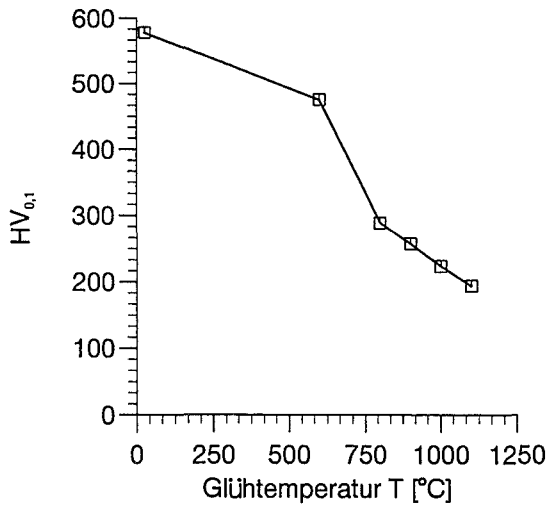


Abb. C.11:
Verlauf der Mikrohärtigkeit über der Glühtemperatur bei einer konstanten Glühdauer von 5 min. ab Erreichen der Glühtemperatur.

C.3.1 Bruchphänomene von Einsteg-Mikro- und Makroproben aus wärmebehandelten Stahlblechen

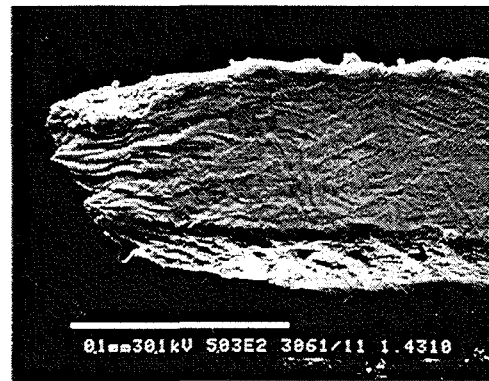


Abb. C.12: Bruchverformungen einer wärmebehandelten (1000 °C/1h) Einsteg-Mikroprobe aus austenitischem CrNi-Stahl. Links: Draufsicht auf die Bruchfläche. Rechts: Seitenansicht (entlang des Steges).

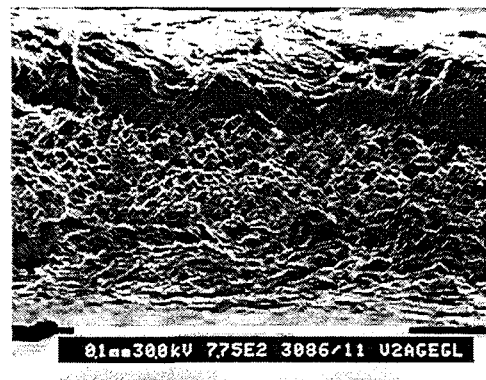
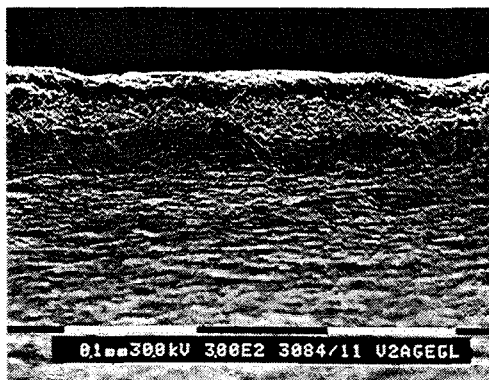


Abb. C.13: Bruchverformungen einer Makroprobe aus austenitischem CrNi-Stahl. Links: Draufsicht auf die Bruchfläche. Rechts: Vergrößerung der Bruchoberfläche mit sichtbarer Wabenstruktur im Talgrund und schroffer Randlippe.

C.4 Metallographische Untersuchungen an LIGA-Nickel-Einstegproben (Wafer W7023)

Aus dem Grund der beschränkten Probenanzahl wurden die Gefügeuntersuchungen an Rahmenmaterial durchgeführt, welches auf dem gleichen Wafer mit den untersuchten Mikroproben galvanisch hergestellt und anschließend den entsprechenden Glühungen beigelegt wurde. Im folgenden sind exemplarisch sowohl die Schlibfbilder als auch die Gefügedaten der drei untersuchten Probenlose gezeigt.

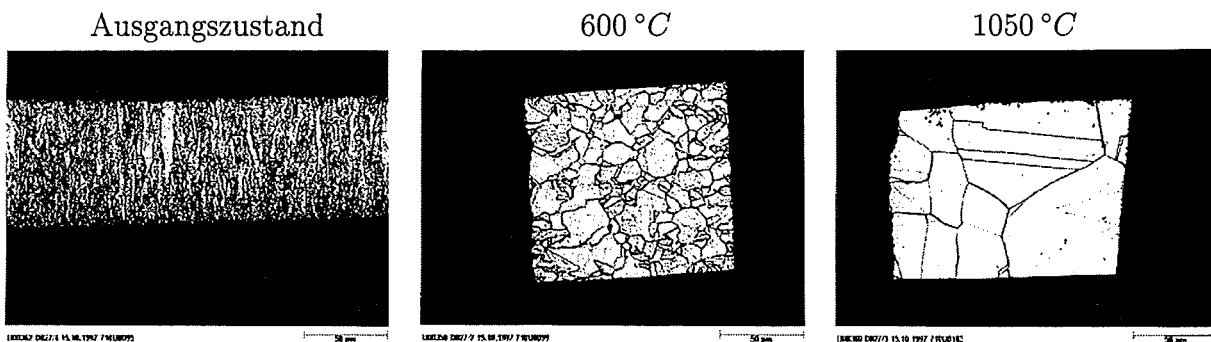


Abb. C.14: Schlibfbilder der Schlibfebene C-C des Rahmenmaterials des Nickel-Wafers W7023. Die Glühtemperaturen bei welchen sich die gezeigten Kornstrukturen einstellen stehen über den Bildern. Die Glühdauer betrug bei allen Wärmebehandlungen 13 min. ab Erreichen der Glühtemperature.

	mittlere Korngröße [μm]	Mikrohärte [$HV_{0.1}$]
unbehandelt	–	193
geglüht bei 450 °C/13 min.	8.4	116
geglüht bei 800 °C/13 min.	35	113

Tab. C.1: Einfluß der Wärmebehandlung auf die galvanisch abgeschiedenen Nickel-Strukturen. Angegeben werden die Mittelwerte aus mehreren metallographischen Untersuchungen an galvanisch abgeschiedenem Rahmenmaterial des Wafers 7023.

C.4.1 Bruchphänomen einer Einsteg-Mikroprobe aus wärmebehandeltem Nickel

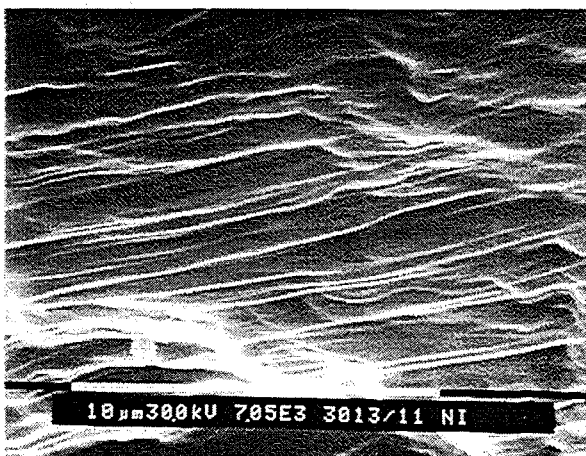
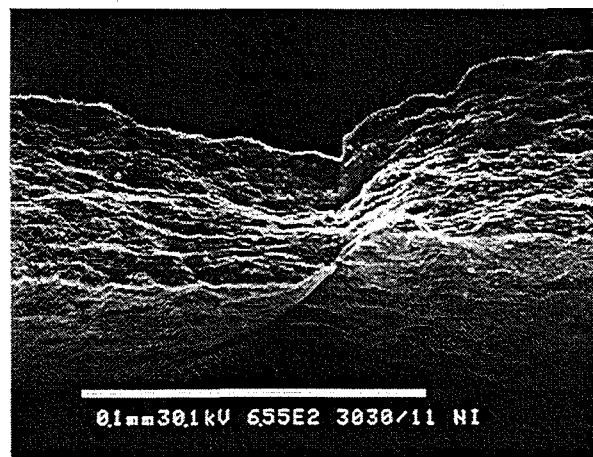
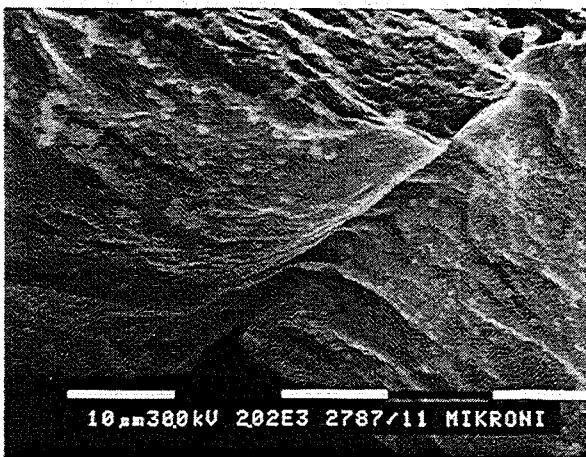
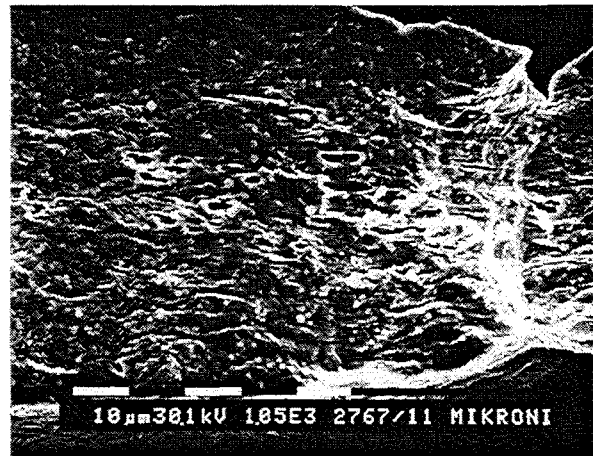
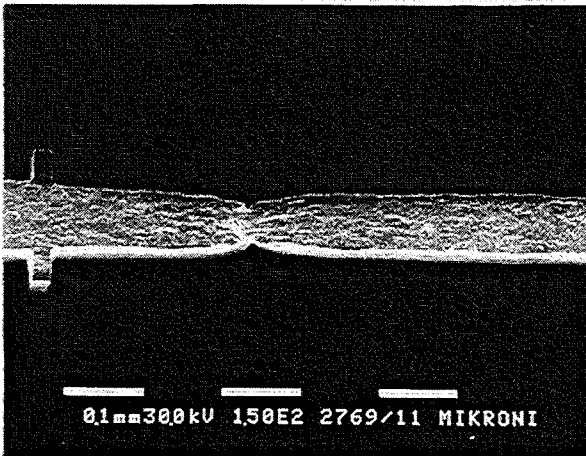


Abb. C.15:
Wärmebehandelte (450 °C /13min.)
Nickel-Mikroprobe kurz vor dem Bruch.
Die Mikroprobe wurde nach der Ein-
schnürung bei einer Kraft von 0.588 N
(60 MPa) aus dem Zugversuch genom-
men.

C.5 Bruchbild einer galvanisch abgeschiedenen Nickel-Makroprobe

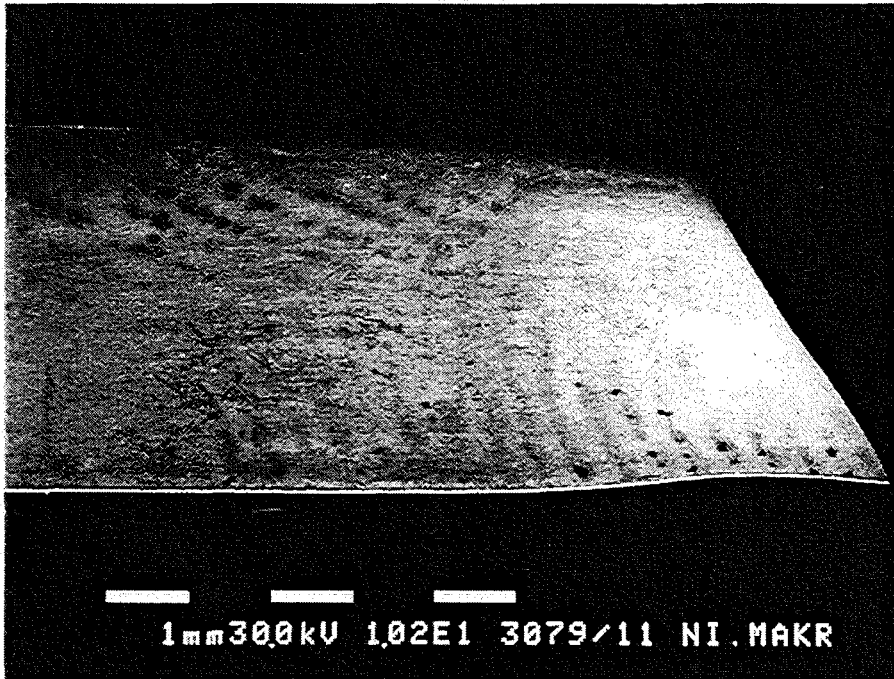


Abb. C.16: Bruchbild einer galvanisch abgeschiedenen Nickel-Makroprobe.