

KfK 5322
April 1994

**Einfluß unterschiedlicher
Fügeflächengeometrien auf die
Eigenspannungen und die
Festigkeit von gelöteten
Keramik - Metall - Verbunden**

R. Kußmaul
Institut für Materialforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Institut für Materialforschung

KfK 5322

**Einfluß unterschiedlicher Fügeflächengeometrien
auf die Eigenspannungen und die Festigkeit von
gelöteten Keramik - Metall - Verbunden**

Rainer Kußmaul

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt.
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor.
Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH

Einfluß unterschiedlicher Fügeflächengeometrien auf die Eigenspannungen und die Festigkeit von gelöteten Keramik - Metall - Verbunden

Kurzfassung

Bei großen Unterschieden im Wärmeausdehnungsverhalten der beiden Verbundpartner Keramik und Metall können entsprechend aufwendige Fügeflächengeometrien helfen hohe lokale Zugeigenspannungen in der Keramik am singulären Materialübergang Keramik / Lot zu vermeiden. Das Versagen durch thermisch induzierte Eigenspannungen beim Abkühlen bereits bei der Herstellung kann dadurch nicht verhindert werden, da an anderer Stelle des Fügequerschnittes hohe Zugeigenspannungen im Lot und in der Keramik auftreten, wie es z.B. für den Verbund zwischen dem Vergütungsstahl Ck45 und einer Al_2O_3 - Keramik hier aufgezeigt wurde. Die singulären Spannungen werden für die experimentell untersuchten Probengeometrien berechnet und mit dem Konzept des Spannungsintensitätsfaktors K beschrieben.

Mit der Eisen - Nickel - Legierung (Ni42), die der Keramik im Wärmeausdehnungsverhalten angepaßt ist, wurden durch Aktivlötten mechanisch prüfbare Keramik - Metall - Verbunde unterschiedlicher Fügeflächengeometrien hergestellt. Festigkeitsuntersuchungen im Vierpunkt-biegeversuch und im Zugversuch wurden für diese Keramik - Metall - Verbunde durchgeführt und im Hinblick auf die mit der Finite Elemente Methode (FEM) berechneten Eigenspannungen diskutiert.

Residual stresses and strength of brazed ceramic - metal joints of various interface geometries

Abstract

With a largely differing thermal expansion behaviour of the ceramics and metals to be joined, suitable interface geometries may help to prevent high local residual stresses from occurring at the singular ceramic - braze material transition. In the course of fabrication already failure due to thermally induced residual stresses during cooling cannot be avoided, as high residual tensile stresses of the braze and the ceramics exist at another point of the joint cross - section. This has been demonstrated by the joint of Ck45 steel and Al_2O_3 ceramics. The singular stresses of the experimentally investigated specimen geometries are calculated and described by means of the stress intensity factor K .

The iron - nickel alloy (Ni42) has a thermal expansion behaviour similar to that of the Al_2O_3 ceramics. Using this alloy, ceramic - metal joints of various interface geometries have been manufactured by activ brazing technology. Four - point bending tests and tensile tests have been performed with a view to determine the strength of the joints. Furthermore, their strength is discussed taking into consideration the residual stresses calculated using the finite element method (FEM).

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Problemstellung	1
2. Stand der Technik	3
2.1. Fügetechniken	3
2.1.1. Schweißen	4
2.1.2. Löten / Aktivlöten	5
2.2. Dreischicht - Plattenverbunde	8
2.2.1 Analytische Berechnung der Eigenspannungen außerhalb des freien Randbereiches	8
2.2.2. Probengeometrien	12
2.2.3. Eigenspannungsmessungen	13
2.2.4. Eigenspannungsberechnungen	14
2.2.4.1 Annahmen, Vereinbarungen	14
2.2.4.2. Elastoplastische FE - Rechnungen	16
2.2.4.3 Elastische und Elastoplastische FE - Rechnungen	18
2.2.5. Vergleich von gemessenen mit FEM gerechneten Eigenspannungen	19
2.3. Spannungssingularitäten	23
2.3.1 Zweischichtverbunde	23
2.3.1.1 Zielsetzung	23
2.3.1.2 Berechnung der singulären Spannungen	24
2.3.1.3 Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors K	28
2.3.2. Spannungsintensitätsfaktoren am Übergang Lot / Keramik im Dreischicht -Verbund verschiedener Randgeometrien	33
2.3.2.1 Der ($90^\circ / -90^\circ$) - Verbund mit rechtwinkligen Grenzflächen	33
2.3.2.2 Der ($-45^\circ / 135^\circ$) - Verbund	36
2.3.2.3 Der ($135^\circ / -45^\circ$) - Verbund	38
3. Keramik - Metall - Aktivlötverbunde	40
3.1. Verbundmaterialien	40
3.1.1. Metallegierungen	40
3.1.2. Aktivlot	41
3.1.3. Keramik	43
3.1.4. Mechanische Materialkennwerte	43
3.2. Werkstoffverbundgeometrien	44
3.2.1. Rechteckige Verbundproben	44
3.2.2. Zylindrische Verbundproben	48
3.2.2.1. Globale Probengeometrie	48
3.2.2.2. Fügeflächengeometrien	48
3.3. Aktivlöten von Keramik mit Metall	50
3.3.1. Präparation der Verbundmaterialien	50
3.3.2. Aktivlötversuche	50

3.4.	Charakterisierung der Verbundsysteme.....	51
3.4.1.	Präparation aktivgelöteter Keramik - Metall - Verbindungen.....	51
3.4.2.	Gefügeuntersuchungen mit dem REM und EDX.....	52
3.4.2.1.	System: Aktivlot - Keramik.....	52
3.4.2.2.	System: Vergütungsstahl - Aktivlot - Keramik.....	53
3.4.2.3.	System: Eisen - Nickel - Legierung - Aktivlot - Keramik.....	54
4.	Versagensverhalten eines Keramik - Metall - Verbundsystems durch thermische Belastung.....	55
4.1.	Stumpfe Stirnverbundgeometrie.....	55
4.1.1.	Stumpfe Stirnverbundprobe mit planen Stirnseiten.....	55
4.1.2.	FE - Rechnungen zur Ausbreitung der Eigenspannungsschädigung.....	59
4.1.3.	Stumpfe Stirnverbunde verschiedener Randkonfigurationen.....	62
4.2.	Stumpfe Stirnverbundprobe mit lasertexturierter Fügefläche der Keramik.....	64
4.3.	Stirnverbundproben mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen.....	68
4.3.1.	Innenfase Keramik / Außenfase Metall.....	68
4.3.2.	Außenfase Keramik / Innenfase Metall.....	70
4.4.	Stirnverbundproben mit halbkugelförmigen Fügeflächen.....	70
4.4.1.	Innenhalbkugel Keramik / Außenhalbkugel Metall.....	70
4.4.2.	Außenhalbkugel Keramik / Innenhalbkugel Metall.....	72
5.	Vierpunktbiegeversuche an Keramik - Metall - Verbunden.....	74
5.1.	Versuchskonzept.....	74
5.2.	Biegefestigkeiten verschiedener Stirnverbunde.....	77
5.2.1.	Stumpfe Stirnverbundprobe.....	77
5.2.2.	Stirnverbundproben mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen.....	78
5.3.	Diskussion der Ergebnisse.....	80
6.	Zugversuche an Keramik - Metall - Verbunden.....	82
6.1	Versuchskonzept.....	82
6.1.1	Anforderungen an die Prüfvorrichtung.....	82
6.1.2	Prüfvorrichtung mit Kevlarseilen.....	82
6.2	Einkleben / Klebehülsen.....	84
6.3	Schraubhülse.....	85
6.4	Fehlermessungen und ihre theoretische Bewertung.....	86
6.4.1.	Fertigungsfehler bei den gelöteten Verbundproben.....	86
6.4.2.	Winkelfehler zwischen Verbundprobe und Klebehülse.....	87
6.4.3.	Zugseile der Zugvorrichtung.....	89
6.4.4.	Schraubverbindung mit dem metallischen Fügepartner.....	90
6.5	Untersuchungen mit DMS beklebten Verbundproben.....	90

6.6.	Ergebnisse	91
6.6.1.	Stumpfe Stirnverbundprobe	92
6.6.2.	Stumpfe Stirnverbundprobe mit lasertexturierter Fügefläche der Keramik	95
6.6.3.	Stirnverbundproben mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen	97
6.6.3.1	Innenfase Keramik / Außenfase Metall	97
6.6.3.2	Außenfase Keramik / Innenfase Metall	97
6.6.4.	Stirnverbundproben mit halbkugelförmiger Fügefläche	99
6.6.4.1	Innenhalbkugel Keramik / Außenhalbkugel Metall	99
6.6.4.2	Außenhalbkugel Keramik / Innenhalbkugel Metall	99
6.6.5	Statistischer Vergleich von Biege- und Zugversuch.....	101
6.6.6.	Diskussion der Ergebnisse.....	103
7.	Zusammenfassung.....	106
8.	Anhang.....	110
A1	K - Faktoren für den rechtwinkligen Zwei- und Dreischichtverbund.....	110
A2	K - Faktoren für den Zwei- und Dreischichtverbund mit $\theta_j - \theta_i = \pi$	111
A3	Meßmethode und Auswertung zur Bestimmung des Winkelfehlers α	112
A4	Theoretische Abschätzung des im Zugversuch auftretenden Biegeanteils aufgrund des Winkelfehlers α zwischen Keramik und Metall.....	116
A5	Abschätzung des durch die Kombination der Winkelfehler α und β verursachten Biegeanteils	118
A6	Anordnung und Verschaltung der DMS auf der homogenen Metallprobe	121
A7	Anordnung und Verschaltung der DMS auf Keramik - Metall - Verbundproben	123
A8	Gesamtbiegedehnung ϵ_{bges} aus den Biegedehnungen ϵ_{b1} und ϵ_{b2}	124
A9	Bestimmung des Einflusses einzelner Teile einer Zugvorrichtung auf den Biegeanteil.....	126
9.	Literatur.....	129

1. Einleitung und Problemstellung

Die rasanten technologischen Entwicklungen der vergangenen Jahre stehen im Einklang mit der Entwicklung neuer Werkstoffgruppen, wie z.B. den Hochleistungskeramiken. Die monolithischen Hochleistungskeramiken zeichnen sich vor allem durch geringe Dichte, und durch ihre sehr gute Verschleiß- und Hochtemperaturbeständigkeit aus. Die keramischen Werkstoffe haben im allgemeinen eine geringe elektrische und thermische Leitfähigkeit, woraus ihr Einsatz als Isolator beziehungsweise als Wärmedämmschicht resultiert. Einige Keramiken jedoch sind Halbleiter und werden wie z.B. Graphit, als Heizelemente verwendet. Das Spröbruchverhalten und die großen Streuungen in den mechanischen Festigkeiten schränken die technische Nutzung der Keramik als Konstruktionswerkstoff erheblich ein.

Um das Einsatzgebiet der Keramik zu erweitern, wird es in zunehmendem Maße erforderlich sein geeignete Fügeverfahren zur Herstellung von Keramik - Metall - Verbindungen zur Verfügung zu haben. Dabei wird das Herstellen von Bauteilen in Modulbauweise angestrebt. Dies bedeutet, daß die teure Keramik als Funktionswerkstoff mit einem in der Regel kostengünstigeren metallischen Werkstoff als Trägermaterial stoffschlüssig verbunden wird. So können die Materialien dem jeweiligen Anwendungsfall und den spezifischen Anforderungen entsprechend gezielt eingesetzt werden.

Keramik - Metall - Verbunde haben Anwendung als Bauteile in der Elektroindustrie, in der Hochvakuumtechnik, sowie für die Hochtemperaturanwendung mit Komponenten in Wärmekraftmaschinen (Turbolader) und für den Fusionsreaktor. Keramik - Metall - Verbunde werden oft durch direktes stoffschlüssiges Verbinden bei erhöhten Temperaturen mit den Verfahren der Diffusions- oder Reibschweißung und durch Lötverfahren, z.B. dem Aktivlöten hergestellt.

Bei diesen Verfahren werden beim Abkühlen thermische Eigenspannungen induziert, wenn die Verbundmaterialien Keramik und Metall direkt beziehungsweise über eine oder mehrere Zwischenschichten (z.B. das Lot) fest miteinander verbunden sind. Die unterschiedlichen elastischen Materialeigenschaften, das plastische Fließen der metallischen Komponenten, das vollkommen spröde und rein elastische Materialverhalten der Keramik und vorallem die Unterschiede im Ausdehnungsbeziehungsweise Kontraktionsverhalten, stehen in direktem Zusammenhang mit den auftretenden Eigenspannungen.

Die Festigkeit der Keramik - Metall - Verbunde hängt maßgeblich von den lokal in unterschiedlicher Höhe auftretenden Eigenspannungen ab. Hohe Eigenspannungskonzentrationen im Grenzflächenbereich, insbesondere an den freien Kanten, auch singuläre Stellen genannt, können sogar zum vorzeitigen Versagen in der Keramik direkt nach dem Herstellen führen. Daher ist es erforderlich Zugspannungen, welche die Grundfestigkeit der Keramik übersteigen zu reduzieren oder sie nach Möglichkeit ganz zu vermeiden.

Folgende Maßnahmen zur Spannungsreduktion werden bisher angewandt oder derzeit untersucht:

- 1.) Fügen bei niedrigeren Temperaturen.
- 2.) Anpassen der linearen Ausdehnungskoeffizienten α durch entsprechende Werkstoffauswahl.
- 3.) Einfügen von Zwischenschichten mit niedrigerem E - Modul.
- 4.) Partielles Fügen.
- 5.) Abbau (Relaxation) von thermisch induzierten Eigenspannungen durch:
 - a) Verwenden von Metallen mit niedriger Streckgrenze.
 - b) Volumenänderung bei Phasentransformation.
 - c) Oberflächenbehandlung (Schleifen, Kugelbestrahlung, Ionenimplantation)
- 6.) Reduktion / Vermeidung von Spannungsüberhöhungen durch:
 - a) Lokale Wärmebehandlung.
 - b) Geometrische Veränderungen der Fügeflächen.

Diese Arbeit hatte zum Ziel, den Einfluß der Fügeflächen- und der Randgeometrie auf die lokalen Spannungsüberhöhungen an den Materialübergangsstellen im freien Randbereich (singuläre Stellen) zu untersuchen. Die singulären Spannungen werden für die experimentell untersuchten Probengeometrien berechnet und mit dem Konzept des Spannungsintensitätsfaktors K beschrieben.

Die experimentellen Untersuchungen zum reinen Versagen durch Eigenspannungen nach der Herstellung für die verschiedenen Geometrien der Aktivlötverbindungen zwischen einer Al_2O_3 - Keramik und dem Vergütungsstahl Ck45 werden durch entsprechende Spannungsverteilungen aus Finite Elemente (FE) - Rechnungen gestützt.

Mit der Eisen - Nickel - Legierung (Ni42), die der Keramik im Wärmeausdehnungsverhalten angepaßt ist, wurden durch Aktivlöten mechanisch prüfbare Keramik - Metall - Verbunde unterschiedlicher Fügeflächengeometrien hergestellt. Festigkeitsuntersuchungen im Vierpunkt-biegeversuch und im Zugversuch wurden für diese Keramik - Metall - Verbunde durchgeführt und im Hinblick auf die mit der FE - Rechnung bestimmten Eigenspannungen diskutiert.

2. Stand der Technik

2.1. Fügeverfahren

Die Zuverlässigkeit von Bauteilverbindungen wird hauptsächlich durch die Werkstoffe der Fügepartner, die Art des Fügeverfahrens und durch die konstruktive Gestaltung der Fügestelle bestimmt. Eine Fügeverfahren kann nur dann den Anforderungen genügen, wenn diese Einflußgrößen geeignet gewählt und aufeinander abgestimmt sind.

Einen systematischen Überblick über die Fügeverfahren zum Verbinden von Keramik - Keramik und Keramik - Metall gibt Abbildung 1.

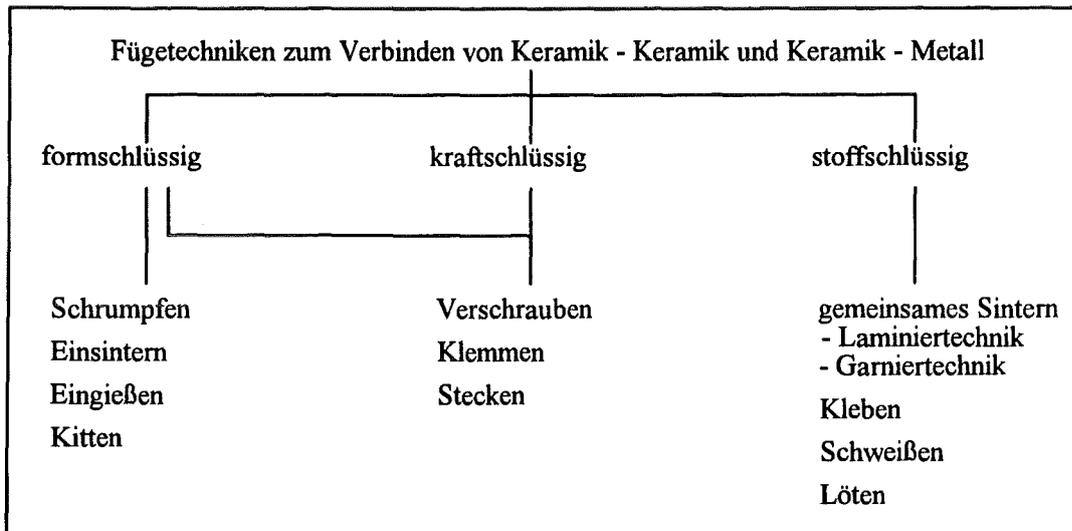


Abbildung 1: Fügeverfahren zum Verbinden von Keramik - Keramik und Keramik - Metall.

Beim Fügen sind prinzipiell form-, kraft- und stoffschlüssige Bauteilverbindungen zu unterscheiden. Bei den reinen **formschlüssigen Fügeverfahren** (Schrumpfen, Einsintern, Eingießen) [1, 2, 3] steht der Keramikformkörper in der Regel durch das Aufschrumpfen eines metallischen Formkörpers unter Druckspannungen. Die Beanspruchung der Keramik auf Druck ist grundsätzlich anzustreben und ist ein ebenso wichtiger konstruktiver Aspekt bei der Gestaltung einer Fügestelle [4, 5].

Das Kitten ist ein Sonderfall der Steckverbindungen, wobei die Kittformmasse zwischen den lose ineinander gesteckten Verbundkörpern nur geringe Adhäsionskräfte überträgt und damit keine mechanische Kraftübertragung ermöglicht. Hochspannungsisolatoren im Freileitungsbau werden so mit Metallkappen verbunden [2].

Formschlüssige Verbindungen, die eine Kraftübertragung ermöglichen werden auch als **kraftschlüssig** bezeichnet. Die Fügepartner werden meist mechanisch zusammengehalten (Verschrauben, Klemmen, Stecken) und sind daher wieder lösbar. Hierbei ist zu beachten, daß linien- und punktförmige Kräfteinleitung in der Keramik vermieden wird und eher eine flächenhafte Kräfteinleitung im Verbindungsbereich angestrebt wird. Die pro Fläche entstehende Beanspruchung reduziert sich dadurch beträchtlich, so daß die niedrige Verformungsfähigkeit der Keramik berücksichtigt wird. Das klassische Beispiel hierfür ist das Klemmen von keramischen Wendeschneidplatten auf metallischen Dreh- und Fräswerkzeugen [3].

Die **stoffschlüssigen** Verbindungen sind in der Regel unlösbare Werkstoffverbunde, die im wesentlichen durch Kleben, Löten und Schweißen entstehen. Die Laminier- und Garniertechnik beziehen sich ausschließlich auf das Verbinden von keramischen Grundkörpern aus dem gleichen Werkstoff. Die eigentliche Bauteilverbindung entsteht erst beim gemeinsamen Sinterprozeß [1, 2].

Beim sogenannten "direkten Bonden" werden das Metall und die Keramik über eine in situ erzeugte, sehr dünne, schmelzflüssige Grenzflächenphase miteinander verbunden. Kupferleitbahnen für Leistungsschaltkreise werden so auf Aluminiumoxidsubstrate aufgebracht.

Eine bedeutendere Rolle gegenüber den vorhergehend genannten stoffschlüssigen Fügeverfahren hat das Kleben. Die universelle Anwendbarkeit für nahezu alle technisch nutzbaren Werkstoffe wird lediglich durch die Betriebstemperatur für geklebte Bauteilverbindungen begrenzt, die im Falle der organischen Klebstoffe bei Temperaturen $T \leq 300^\circ\text{C}$ liegen. Keramische Klebstoffe erlauben Einsatztemperaturen bis zu 1500°C bei nur niedrigen Haftfestigkeiten [1]. Die praktischen Anwendungen für Klebeverbindungen sind sehr zahlreich. Verschleißbauteile für Textil- und Papiermaschinen werden auf diese Weise gefertigt [2, 3, 6]. Aufgrund des hohen Verformungsvermögens der Klebstoffe, sowie der vergleichsweise niedrigen Fügeverfahrenstemperaturen, entstehen beim Kleben von Metall und Keramik trotz deren erheblichen Unterschiede im thermischen Ausdehnungsverhalten, nur geringe Eigenspannungen im Verbund. Diese Tatsache wird genutzt um Rißausbreitungsphänomene in Grenzflächen geklebter Werkstoffverbunde an duktil-ideal spröden Materialübergängen bruchmechanisch zu untersuchen [7].

Für Keramik - Metall - Verbindungen, die mechanisch bei hohen Temperaturen beansprucht werden, kommen ausschließlich die stoffschlüssigen Fügeverfahren der Schweiß- und Lötverfahren zum Einsatz, die in den folgenden Teilkapiteln detaillierter beschrieben werden.

2.1.1. Schweißen

Die Schweißverfahren Schmelz-, Reib- und Diffusionsschweißen zählen zu den direkten stoffschlüssigen Fügeverfahren, da die Verbindungen ohne Zusatzstoffe hergestellt werden.

Beim **Schmelzschweißen**, z.B. dem Laserschweißen, tritt lokal eine schmelzflüssige Phase auf. Nichtoxidkeramiken (Si_3N_4 , SiC) können mit dieser Methode aufgrund von Zersetzungs- bzw. Sublimationsneigung nicht gefügt werden. Bei den oxidkeramischen Werkstoffen ist das Schweißen prinzipiell möglich. So werden dünnwandige Al_2O_3 - Rohre durch Laserschweißen gefügt [8].

Das **Reibschweißen** zur Herstellung von Keramik - Metall - Verbunden befindet sich zum gegenwärtigen Zeitpunkt noch in der Entwicklung. Bisher hergestellte und untersuchte Werkstoffkombinationen sind hauptsächlich Keramik / Aluminiumverbindungen [9, 10]. Aluminium kann mit keinem anderen Schweißverfahren und Hochtemperaturlötverfahren mit Keramik gefügt werden.

Beim Reibschweißen können ausschließlich zylindrische Formkörper miteinander gefügt werden. Die aneinander reibenden Fügeflächen sollten dabei idealerweise planparallel sein. Der Reibphase schließt sich eine Stauchphase an, ehe der entstandene Werkstoffverbund unter atmosphärischen Umgebungsbedingungen rasch abkühlt. Bei der schockartigen Abkühlung werden die induzierten Eigenspannungen teilweise durch das Aluminium abgebaut, so daß eine mechanisch feste Verbindung entstehen kann. Das Hauptproblem beim Reibschweißen besteht darin, die Wärme gleichmäßig in die Formkörper einzuleiten. Vor allem muß die Keramik während der Reib- und Stauchphase hohe thermische und mechanische Belastungen aushalten.

Das **Diffusionsschweißen** hat unter den verschiedenen Schweißverfahren den höchsten Entwicklungsstand. Die Bauteilverbindung entsteht durch Diffusion, einer reinen Festkörperreaktion ohne flüssige Phase, über die Kontaktfläche. Hinsichtlich der zu verbindenden Materialien und je nach Anwendungsprofil sind die Verfahren für das druckbehaftete bzw., drucklose Diffusionsschweißen mit und ohne Zwischenschichten zu unterscheiden [3, 11].

Das Diffusionsschweißen eignet sich zum Verbinden von Oxid- und Nichtoxidkeramiken mit metallischen Werkstoffen. Der wesentliche Vorteil besteht darin, daß die Anwendungstemperatur des Verbundes nur durch die Schmelztemperatur der Formkörper und Zwischenschichten begrenzt ist. Beim Diffusionsschweißen sind die Hauptprozeßparameter Temperatur, Zeit und Druck für jede Materialkombination individuell zu optimieren. Diese Prozeßgrößen haben einen erheblichen Einfluß auf die erreichbaren Festigkeiten und auf die Qualität der Verbindung [12].

Bei Anwendung des **Gasdruckdiffusionsschweißens** in einer Heißisostatischen Presse (HIP) können die Prozeßparameter Druck (100 - 200MPa) und Temperatur (900°C - 1200°C) zeitabhängig reproduzierbar eingestellt werden [13]. Die beiden Formkörper müssen jedoch vor dem Einsetzen in den Autoklaven gekapselt werden. Die Kapseln haben die Aufgabe, den im Reaktionsraum der Heißisostatischen Presse vorhandenen Arbeitsdruck auf die zu verschweißenden Formkörper zu übertragen. Eine aufwendige Gestaltung der Kapselgeometrie ermöglicht das Fügen von großflächigen Bauteilen komplexer Fügeflächengeometrien [13].

Die Entwicklungen haben das Ziel, die sehr gute Hochtemperaturbeständigkeit dieser Verbunde technisch nutzbar zu machen.

2.1.2. Löten / Aktivlöten

Beim Löten sind nach DIN 8505 die drei Lötverfahren **Weich-, Hart- und das Hochtemperaturlöten** zu unterscheiden [14]. Die Verbindung erfolgt dabei durch Diffusions- und chemische Reaktionsvorgänge des flüssigen Lotes mit den festen Grundwerkstoffen.

Beim Löten von Keramik mit Metall sind drei Verfahrensvarianten zu unterscheiden:

- a) das Löten metallisierter Keramik.
- b) das Direktlöten mit Glasloten und keramischen Loten.
- c) das Direktlöten mit metallischen Aktivloten.

Das Löten metallisierter Keramik:

In keramischen Werkstoffen liegen überwiegend kovalente und ionische Bindungen vor, die sich von den metallischen Bindungsstrukturen unterscheiden. Die Oberflächen von keramischen Werkstoffen können deshalb mit konventionellen metallischen Loten nicht benetzt werden. Das Aufbringen einer lötfähigen Metallisierungsschicht auf die Keramikoberfläche ist notwendig.

Bei den **Oxidkeramiken** kommt meist das Molybdän - Mangan - Verfahren [2, 3, 15], und in anfänglichen Versuchen, das Wolfram - Verfahren für das Metallisieren zum Einsatz [16]. Die metallisierte Aluminiumoxidkeramik wird bei der Herstellung verschiedener elektronischer Bauteile mit duktilen, hochsilberhaltigen Loten im Vakuum oder unter Schutzgas gefügt.

Das Metallisieren der Nichtoxidkeramiken gelingt mit Aufdampfverfahren, wie dem Arc - PVD - Verfahren (Physical Vapour Deposition), ein Ionenplattierverfahren mittels Vakuum - Lichtbogen - Verdampfer [17]. In der Regel wird die aufgedampfte Metallisierungsschicht der Reaktivelemente Ti, Hf oder Zr anschließend einer Wärmebehandlung ausgesetzt, so daß die diffusionsgestützten Grenzflächenreaktionen zwischen dem Reaktivmetall und der Keramikoberfläche stattfinden können. Die so metallisierten Keramiken können nun je nach Anwendungsfall und Anforderungsprofil mit konventionellen Weich- oder Hartloten zu Keramik - Keramik - oder Keramik - Metall - Verbindungen gefügt werden.

Beim Löten von metallisierter Keramik spricht man auch vom indirekten Löten, da die Benetzung der Keramik durch das Lot und damit die Lötbarkeit, indirekt erst über den Metallisierungsprozeß möglich wird. Im Unterschied dazu ermöglichen Glaslote, Keramiklote und metallische Aktivlote eine direkte Benetzung der Keramik.

Löten mit Glasloten und Keramikloten:

Die Glas- und Keramiklote sind spezielle Gläser mit niedrigen Erweichungstemperaturen und mit in der Regel günstigem Benetzungsverhalten für keramische Werkstoffe [18, 19].

Die Glaslote werden anhand ihrer Struktur, die sie nach dem Fügen aufweisen in:

- stabile Glaslote, die amorph erstarren,
- kristallisierende Lote (u.a. Keramiklote) und
- Komposit - Glaslote unterteilt.

Die Festigkeiten von Glaslotverbindungen sind niedrig und liegen bei ca. 30 - 60 MPa. Die hohen Eigenspannungen sind für die geringen Festigkeiten verantwortlich, die aus dem stark temperaturabhängigen Ausdehnungsverhalten resultieren.

Bei den Komposit - Glasloten wird durch Beimengung von sogenannten Füllstoffen im wesentlichen eine Erniedrigung des linearen Ausdehnungskoeffizienten bewirkt. Diese Maßnahme trägt dazu bei die thermischen Eigenspannungen in Glaslotverbindungen zu reduzieren. Bisher wurden die elektrisch nichtleitenden Glaslotzwischen-schichten bevorzugt für die Herstellung hochvakuumdichter und hochtemperaturfester Al_2O_3 - Verbunde für Bauteile der Elektroindustrie eingesetzt [20].

Derzeitige Untersuchungen haben zum Ziel, das Einsatzgebiet bestimmter oxidations- und hochtemperaturbeständiger Glaslotsorten neben den reinen Keramik - Keramik- auf Keramik - Metall - Verbindungen zu erweitern [18].

Löten mit metallischen Aktivloten

Das Aktivlöten ist ein wichtiges Verfahren der stoffschlüssigen Hochtemperaturfügeverfahren zum direkten Verbinden von keramischen Werkstoffen untereinander, sowie mit metallischen Grundwerkstoffen. Für Einsatztemperaturen bis $T \leq 400^\circ C$ kommen meist reine Silberbeziehungweise Silber - Kupfer - Basislote der eutektischen Zusammensetzung $AgCu - 72/28$ zum Einsatz, die durch das Zulegieren eines der reaktiven Elemente (Ti, Zr, Hf) das direkte Benetzen der Keramik ermöglichen.

Den Aktivlotverbindungen, die für Einsatztemperaturen oberhalb $700^\circ C$ in Frage kommen, liegen Lotmatrixwerkstoffe auf Basis der Edelmetalle Pd, Au zugrunde, wobei neben Ti als Reaktivbestandteil noch häufig Ni zulegiert ist, um die Oxidationsbeständigkeit zu erhöhen [21].

Die Verbindung zur Keramik erfolgt über eine chemische Redoxreaktion aus der Lotschmelze heraus. Das flüssige Aktivlot benetzt die feste Keramik nur dann, wenn das Reaktivmetall (z.B. Ti) die Grenzflächenenergie soweit herabsetzen kann, daß Benetzungswinkel $\theta \leq 90^\circ$ möglich sind [22, 23, 24]. Gut benetzende Aktivlote bilden Benetzungswinkel im Bereich $15^\circ \leq \theta \leq 20^\circ$ [25].

Mit Ti als reaktivem Bestandteil im Lot kommt es bei den Oxidkeramiken (Al_2O_3 , ZrO_2) zur Bildung von Titan- und Titansuboxiden [23, 26, 27, 28]. Ti wird dabei oxidiert und die Keramikoberfläche reduziert. Bei den Verbindungen von Nichtoxidkeramiken (SiC , Si_3N_4) hingegen bilden sich bevorzugt Nitride sowie Carbide, Silizide und intermetallische Phasen [22, 24, 25, 27, 29, 30, 31]. Diese im Fügebereich auftretenden spröden Phasenanteile wirken sich negativ auf das Festigkeitsverhalten des Verbundes aus.

Ti ist das aggressivste Reaktivmetall, das die Keramik am meisten vorschädigen kann. Hf und Zr zeigen eine wesentlich weniger ausgeprägte Wechselwirkung mit der Keramik und beeinträchtigen deren Grundfestigkeit nur unmerklich [32]. Die hohe Affinität des Ti zu Sauerstoff sowie die sehr empfindlichen metallurgischen Vorgänge in der Fügezone beim Aktivlöten machen es notwendig, in Inertgasatmosphäre besser noch unter Hochvakuum ($p \leq 1 \cdot 10^{-5}$ mbar) zu Löten [33].

Der eigentliche Aktivlötprozeß läßt sich in die drei Phasen: Aufheizzeit, Haltezeit und Abkühlphase unterteilen:

Beim **Aufheizen** auf Löttemperatur ist die Aufheizgeschwindigkeit der Wärmeaufnahme der Keramik anzupassen, da sich die Keramik gegenüber dem Metall langsamer erwärmt. Bei zu schnellem Aufheizen würde das Metall das Lot zum Schmelzen bringen, so daß sich unerwünschte Reaktions- und Diffusionsprozesse zwischen Lot und Metall einstellen, die eine fehlerhafte Benetzung der Keramik zur Folge haben [34].

Eine ausreichende **Haltezeit** auf Löttemperatur ist notwendig, damit die für eine optimale Benetzung zeitabhängigen Grenzflächenreaktionen ablaufen können.

Beim Abkühlen werden im Keramik - Metall - Lötverbund Eigenspannungen induziert, wenn die unterschiedlich stark kontrahierenden Verbundmaterialien Keramik und Metall über die Lotschicht fest miteinander verbunden sind und das Lot erstarrt ist. Hinreichend langsame Abkühlgeschwindigkeiten ($5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ - $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$) helfen die entstehenden Abkühleigenspannungen im Verbund durch plastische Verformungen duktiler Lotbereiche und des Metalles teilweise abzubauen. Die Prozeßführung beim Aktivlöten muß mit jeder Werkstoffkombination neu abgestimmt und optimiert werden.

Beim Aktivlöten von Keramik mit Metall werden bei Bedarf zusätzlich Zwischenschichten eingesetzt, um die Eigenspannungen im Verbund zu reduzieren. Die Nichtoxidkeramiken haben sehr niedrige Wärmeausdehnungskoeffizienten (Si_3N_4 : $2.1 - 4.3 \cdot 10^{-6}\text{K}^{-1}$, SiC : $3.5 - 5.8 \cdot 10^{-6}\text{K}^{-1}$) [35].

Die Wärmeausdehnungskoeffizienten der gängigen Stähle liegen bei ($\alpha \sim 11 - 14 \cdot 10^{-6}\text{K}^{-1}$), so daß Verbunde mit guten mechanischen Festigkeitseigenschaften nur über zusätzliche Zwischenschichten hergestellt werden können. Zwischenschichten aus Nb, Mo und W haben ein den Keramiken angepaßtes Wärmeausdehnungsverhalten und werden von den Loten hervorragend benetzt [36, 37]. Ni - und Cu - Zwischenschichten haben einen hohen Wärmeausdehnungskoeffizienten und werden in der Regel mit den vorausgehend genannten Zwischenschichten (Nb, Mo, W) zusammen verwendet. Ni und Cu sind dafür sehr duktile Materialien mit niedriger Streckgrenze, die durch plastisches Verformen helfen die Eigenspannungen zu minimieren [32, 38].

Ni ist ferner ein diffusionshemmendes Element, so daß sich die Ausbildung der Sprödphasen beim Aktivlöten auf die grenzflächennahe Umgebung Keramik/Lot beschränkt, und damit der überwiegende Teil der Lotnaht duktile Verformungseigenschaften besitzt [17, 25].

Yamada et al. [39] haben den Einfluß der Materialstärke der Zwischenschicht auf die Festigkeit im Al_2O_3 - Stahl - Verbund untersucht, wobei für zunehmende Zwischenschichtstärken im Bereich 0.2 - 2.0 mm die Festigkeiten ebenfalls zunahm. Noch größere Zwischenschichtstärken hatten keinen Einfluß mehr auf die Festigkeit.

Eine Bewertung der verschiedenen Lötverfahren im Hinblick auf die Lötbarkeit und Lötbarkeit sowie eine Gegenüberstellung der Verfahren metallisiertes Löten / Aktivlöten, und die Abgrenzung im Vergleich mit anderen stoffschlüssigen Fügeverfahren, sind von Wielage et al. in [16] zusammengestellt. De With und Klomp zeigen in [15] den Stand der Technik der Schweiß- und Hochtemperaturlötverfahren zum Verbinden von Keramik untereinander und mit Metall auf. Einen aktuellen Stand über die derzeitigen Anwendungsschwerpunkte und Einsatzgebiete für Verbundbauteile mit einem umfassenden Ausblick über mögliche Anwendungen der stoffschlüssigen Fügeverfahren bei hohen Temperaturen in der Zukunft geben Zimmermann und Krappitz in [40].

Die in dieser Arbeit experimentell untersuchten Keramik - Metall - Verbunde wurden mit dem Verfahren des Aktivlötens hergestellt.

2.2. Dreischicht - Plattenverbunde

2.2.1 Analytische Berechnung der Eigenspannungen außerhalb des freien Randbereiches

Die unterschiedlichen elastischen Materialkonstanten und thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Verbundmaterialien Keramik, Lot und Metall sind verantwortlich für das Entstehen von Eigenspannungen im festen Verbund nach einer Temperaturänderung. Im Innern des Verbundes kann der 2 - achsige Eigenspannungszustand ($\sigma_x^i = \sigma_y^i$, $\sigma_z^i = 0$) analytisch berechnet werden. Erste Eigenspannungsberechnungen nach homogener Abkühlung wurden von Timoshenko [41] für den aus zwei Materialien zusammengesetzten Verbundbalken mit 1 - achsigem Spannungszustand ($\sigma_x^i \neq 0$, $\sigma_y^i = \sigma_z^i = 0$) durchgeführt.

Verschiedene Autoren erweiterten diese analytische Lösung der Balkentheorie auf den Dreischicht - Plattenverbund [42, 43], beziehungsweise auf den Mehrschichtverbundkörper allgemein [44, 45]. Im folgenden werden die Bestimmungsgleichungen zur analytischen Berechnung der Eigenspannungen für den Dreischicht - Plattenverbund bereitgestellt.

Die Annahmen und Voraussetzungen leiten sich aus der Bernoulli - Hypothese der allgemeinen Biegebalkentheorie und der Kirchhoffschen Plattentheorie ab [46]:

- 1) thermisches Gleichgewicht im gesamten Werkstoffverbund zu jedem Zeitpunkt der homogenen Abkühlung (praktische Realisierung: hinreichend lange Abkühlzeiten).
- 2) drei verschiedene, homogene, isotrope Materialien mit idealer Haftung der Materialschichten aneinander.
- 3) temperaturunabhängige elastische Materialdaten (E - Modul, α , ν).
- 4) rein linear - elastisches Materialverhalten (Hookesches Gesetz)
- 5) ebene Querschnitte, die senkrecht zur Biegebene liegen.

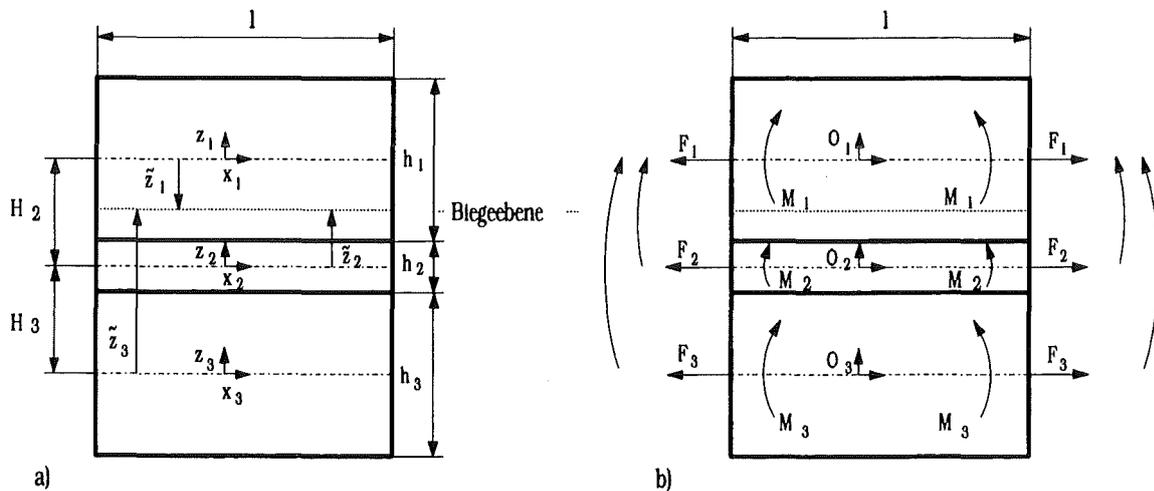


Abbildung 2: Dreischicht - Plattenverbund mit lokalem Koordinatensystem in jeder Schicht (i).

In Abbildung 2(a) ist ein Dreischicht - Materialverbund der Einheitsbreite l mm mit Ursprung eines lokalen kartesischen Koordinatensystems in der Mitte der jeweiligen Materialschicht aufgezeigt. Die einzelnen Materialien ($i = 1,3$) haben die Dicken h_i ($i = 1,3$).

Die totale (kompatible) Gesamtdehnung ε_i in jeder Schicht ($i = 1,3$) setzt sich aus einem elastischen (ε_i^e) und einem thermischen Anteil (ε_i^{th}) zusammen und ergibt:

$$\varepsilon_i = \varepsilon_i^e + \varepsilon_i^{th} \quad (1)$$

Die mechanischen Dehnungen in x - und y - Richtung hängen linear von z ab:

$$\varepsilon_{xi}^e = \varepsilon_i - \varepsilon_i^{th} = \varepsilon_{xi}^0 - \frac{z_i}{R} - \alpha_i \Delta T \quad (2)$$

$$\varepsilon_{yi}^e = \varepsilon_i - \varepsilon_i^{th} = \varepsilon_{yi}^0 - \frac{z_i}{R} - \alpha_i \Delta T \quad (3)$$

mit

$\varepsilon_i^e \equiv$ elastischer Anteil

$\varepsilon_i^{th} \equiv$ thermischer Anteil

$\varepsilon_i^0 \equiv$ Gesamtdehnung in der Mittelebene

$z_i \equiv$ Abstand von der Mittelebene

$R \equiv$ Krümmungsradius des Systems

$\alpha_i \equiv$ linearer Wärmeausdehnungskoeffizient

$\Delta T \equiv T^{RT} - T^* < 0$, homogene Abkühlung von T^* nach T^{RT}

T^* : = z.B. Solidustemperatur Lot, T^{RT} = Raumtemperatur

Aus den elastischen Spannungs - Dehnungs - Beziehungen folgt für den ebenen Spannungszustand ($\sigma_z = 0$):

$$\sigma_x^i = \sigma_y^i = \sigma_i(z_i) = \frac{E_i}{1 - \nu_i} \left(\varepsilon_i^0 - \frac{z_i}{R} - \alpha_i \Delta T \right) \quad (4)$$

Hierbei sind:

$E_i \equiv$ Elastizitätsmoduli, $\nu_i \equiv$ Poisson - Zahlen

Die inneren Kräfte pro Längeneinheit und die inneren Momente in jeder Schicht i sind definiert als (vgl. Abbildung 2 (b)):

$$F_i = \int_{-\frac{h_i}{2}}^{+\frac{h_i}{2}} \sigma_i dz_i \quad (5)$$

$$M_i = \int_{-\frac{h_i}{2}}^{+\frac{h_i}{2}} \sigma_i z_i dz_i \quad (6)$$

Aus den Gln. (4), (5) und (6) können die inneren Kräfte und Momente wie folgt berechnet werden:

$$F_i = \frac{E_i}{1 - \nu_i} h_i \left(\varepsilon_i^0 - \alpha_i \Delta T \right) \quad (7)$$

$$M_i = \frac{E_i}{1 - \nu_i} \frac{h_i^3}{12} \frac{1}{R} \quad (8)$$

Die Summe aller Kräfte und die Summe der Momente muß gleich Null sein:

$$\sum_{i=1}^3 F_i = 0, \quad (9)$$

$$\sum_{i=1}^3 M_i + \sum_{i=2}^3 F_i \left(\sum_{k=2}^3 H_k \right) = 0 \quad (10)$$

Hierbei bedeuten

$$H_k = \frac{1}{2}(h_{k-1} + h_k)$$

die Abstände zwischen den Mittelebenen der Schichten k und $k - 1$ mit $k = 2,3$.

Die Konstanten ε_i^0 mit $i = 1,3$ ergeben sich durch Verknüpfung der Gln. (7) und (8) mit den Gleichgewichtsbedingungen (9) und (10), wobei die geometrische Verträglichkeit der einzelnen Schichten in den Grenzflächen fordert:

$$\varepsilon_i \left(z_i = \frac{h_i}{2} \right) = \varepsilon_{i+1} \left(z_{i+1} = \frac{-h_{i+1}}{2} \right) \quad (11)$$

mit

$$\Delta E = \sum_i E_i^* h_i, \quad \text{mit } E_i^* = \frac{E_i}{1 - \nu_i}$$

$$\Delta \alpha = \frac{\sum_i E_i^* h_i \alpha_i}{\Delta E}$$

errechnen sich die Konstanten ε_i^0 ($i = 1,3$) zu:

$$\varepsilon_1^0 = \Delta T \Delta \alpha + \frac{1}{\Delta E R} \left[E_3^* h_3 (H_2 + H_3) + E_2^* h_2 H_2 \right] \quad (12)$$

$$\varepsilon_2^0 = \Delta T \Delta \alpha + \frac{1}{\Delta E R} \left[E_3^* h_3 H_3 - E_1^* h_1 H_2 \right] \quad (13)$$

$$\varepsilon_3^0 = \Delta T \Delta \alpha - \frac{1}{\Delta E R} \left[E_1^* h_1 (H_2 + H_3) + E_2^* h_2 H_3 \right] \quad (14)$$

Mit den Konstanten ε_i^0 ($i = 1,3$) der Gln. (12 - 14) und unter Berücksichtigung der Bedingung, daß die Gesamtdehnung der neutralen Faser gleich der mittleren thermischen Ausdehnung des Verbundes ist (vgl. Gl. (15),

$$\varepsilon_i(\tilde{z}_i) = \Delta \alpha \Delta T \quad (15)$$

lassen sich die Abstände (\tilde{z}_i) von den Mittelebenen der einzelnen Schichten i zur Biegeebene wie folgt errechnen:

$$\begin{aligned} \tilde{z}_1 &= \frac{1}{\Delta E} \left[E_3^* h_3 (H_2 + H_3) + E_2^* h_2 H_2 \right] \\ \tilde{z}_2 &= \frac{1}{\Delta E} \left[E_3^* h_3 H_3 - E_1^* h_1 H_2 \right] \\ \tilde{z}_3 &= - \frac{1}{\Delta E} \left[E_1^* h_1 (H_2 + H_3) + E_2^* h_2 H_3 \right] \end{aligned} \quad (16)$$

Die Krümmung $1/R$ ist abhängig von der Lage der neutralen Biegefasers des Werkstoffverbundes und ist proportional zur Temperaturdifferenz ΔT . Durch Einsetzen der Kräfte F_i ($i = 1,3$) aus Gl. (7) in Gl. (10) und unter Zuhilfenahme der Gln. (12 - 14) und (16) errechnet sich die Krümmung $1/R$ zu:

$$\frac{1}{R} = \frac{E_3^* h_3 (H_2 + H_3) (\Delta \alpha - \alpha_3) + E_2^* h_2 H_2 (\Delta \alpha - \alpha_2)}{\frac{EJ}{12} - E_3^* h_3 (H_2 + H_3) \tilde{z}_3 - E_2^* h_2 H_2 \tilde{z}_2} \Delta T \quad (17)$$

beziehungsweise

$$\frac{1}{R} = - \frac{E_1^* h_1 (H_2 + H_3) (\Delta\alpha - \alpha_1) + E_2^* h_2 H_3 (\Delta\alpha - \alpha_2)}{\frac{EJ}{12} + E_1^* h_1 (H_2 + H_3) \bar{z}_1 + E_2^* h_2 H_3 \bar{z}_2} \Delta T \quad (18)$$

$$EJ = \sum_i^3 E_i^* h_i^3$$

Für eine gelötete Keramik - Metall - Verbundprobe (Si₃N₄ - Ck45) wurde die Eigenspannungsverteilung in der Symmetrieebene mit dem vorgestellten analytischen Rechenmodell berechnet. Die Rechnungen basieren auf den elastischen Materialkennwerten bei Raumtemperatur (RT = 20°C), die zusammen mit den Materialstärken der einzelnen Verbundkörper in Tabelle 1 enthalten sind.

Materialien	E [GPa]	α [1·10 ⁻⁶ K ⁻¹]	ν	h _i [mm]
Ck45 W. - Nr. 1.1191	2.1	11.1	0.3	3.7
Si ₃ N ₄	2.8	2.5	0.26	0.2
AgCuTi - Aktivlot 70.5/26.5/3	0.72	18.95	0.3	4.0

Tabelle 1: Elastische Materialkennwerte bei Raumtemperatur und die Stärken der einzelnen Verbundmaterialien.

In Abbildung 3 ist die auf die Abkühltemperaturdifferenz von ΔT = -1°C normierte Eigenspannungsverteilung σ_i(z_i) / ΔT in der Symmetrieechse des Keramik - Metall - Lot - Verbundes aufgetragen.

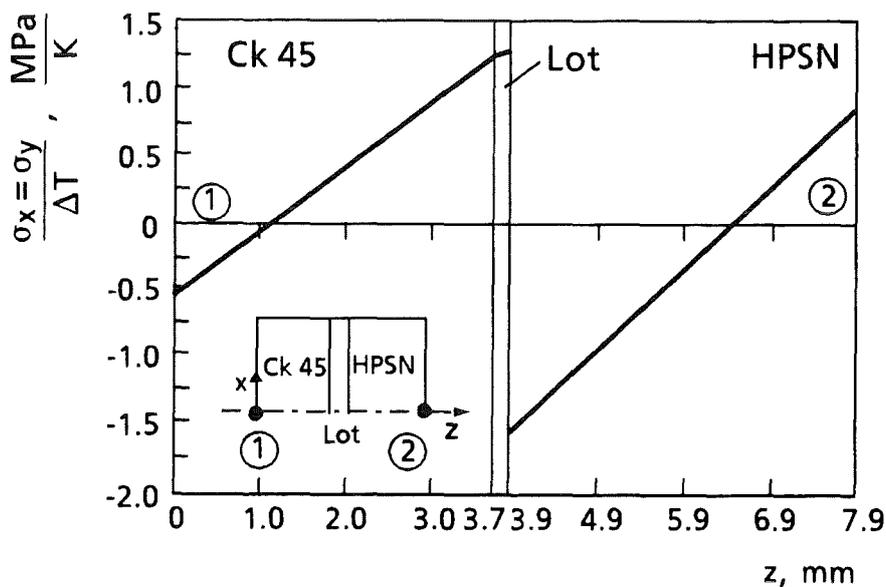


Abbildung 3: Analytisch berechnete Eigenspannungsverteilung in der Symmetrieechse eines Ck45 - Si₃N₄ - Aktivlotverbundes.

Die analytische Rechnung sagt Zugeigenspannungen an der Keramikdeckfläche und Druckspannungen an der Metalldeckfläche voraus. Im Grenzflächenbereich hingegen liegen in der Keramik Druck- und im Metall Zugspannungen vor. Die Spannungsverteilung ist in der Keramik und im Metall linear über die Dicke verteilt. In der Lotschicht selber sind ebenfalls hohe Zugspannungen zu erwarten.

In den Arbeiten von Iancu und Eigenmann [43, 44, 45] werden die analytisch berechneten Eigenspannungen direkt mit gemessenen Eigenspannungen verglichen. Die Eigenspannungen wurden dazu mit dem Verfahren der Röntgenbeugung an den Deckflächen von Keramik und Metall gemessen und mit dem $\sin^2\Psi$ - Verfahren [47] ausgewertet. Die effektive Abkühltemperaturdifferenz ΔT_{eff} wurde über den gemessenen Biegekrümmungsradius (R) mit den Gl. (17) bzw. Gl. (18) und die zugehörigen Spannungen mit Gl. (4) berechnet [43, 44, 45]. Die so bestimmte Temperaturdifferenz ΔT_{eff} ist deutlich geringer als jene Temperaturdifferenz, welche sich aus der Differenz zwischen Raumtemperatur und Loterstarrungstemperatur (T_{solid}) ergibt.

Über sukzessives mechanisches Abtragen durch Polieren der Keramikoberfläche und durch elektrochemischen Abtrag beim Metall wurde mit Röntgenbeugung ein Tiefenverlauf der Eigenspannungen aufgenommen [48]. Deutliche Abweichungen dieses gemessenen Eigenspannungsverlaufes zu den Eigenspannungen aus analytischen Rechnungen traten auf [43, 48]. Ferner wurden mit der Annahme rein linear elastischen Materialverhaltens in der analytischen Rechnung die im Metall und Lot auftretenden plastischen Verformungen nicht berücksichtigt.

Im folgenden werden nun eigene Ergebnisse zu Eigenspannungsberechnungen in verschiedenen Plattenverbunden vorgestellt. Begleitend zu diesen Rechnungen wurden von Eigenmann [49] die Eigenspannungen mit dem Verfahren der Röntgenbeugung an den Materialdeckflächen der aktivgelöteten Keramik - Metall - Plattenverbunde gemessen. Pintschovius [49] hatte mit dem Verfahren der Neutronenbeugung die Eigenspannungsverteilung über den gesamten Querschnitt, im Bereich der Symmetrieachse des Plattenverbundes, gemessen.

2.2.2. Probengeometrien

Für die experimentellen Eigenspannungsuntersuchungen an Keramik - Metall - Plattenverbunden wurden quadratische Keramikplatten ($20 \times 20 \text{ mm}^2$) der Stärke 4 mm durch Aktivlöten auf Metallplatten ($20 \times 20 \text{ mm}^2$) unterschiedlicher Dicke aufgelötet. Heißgepreßte Siliciumnitrid - Keramik (HPSN) wurde einmal mit dem Vergütungsstahl Ck45 (W. - Nr.: 1.1191) in den Plattenstärken 3.7 mm und 10 mm, sowie mit dem warmfesten Stahl 19Mn6 (Fe 52 - 2, W. - Nr.: 1.0473) der Plattenstärke 5.8 mm, verbunden. Ein weiterer Keramikpartner, das YTZP (tetragonal stabilisiertes ZrO_2 mit 3 mol% Y_2O_3) wurde auf den Vergütungsstahl Ck45 der Plattenstärke 3.5 mm gelötet.

Alle Keramik - Metall - Verbunde wurden im Hochvakuum ($p \leq 5 \cdot 10^{-4}$ mbar) mit dem Aktivlot, ein AgCu - Basislot mit 3 Gew-% Anteil Ti bei einer Löttemperatur von 900°C gelötet. Das Aktivlot wurde als Folienmaterial in der Stärke 0.2 mm und in den Abmessungen $20 \times 20 \text{ mm}^2$ verwendet.

Die Skizze in Abbildung 4 zeigt nochmals den schematischen Aufbau des 3 - Schicht - Plattenverbundes:

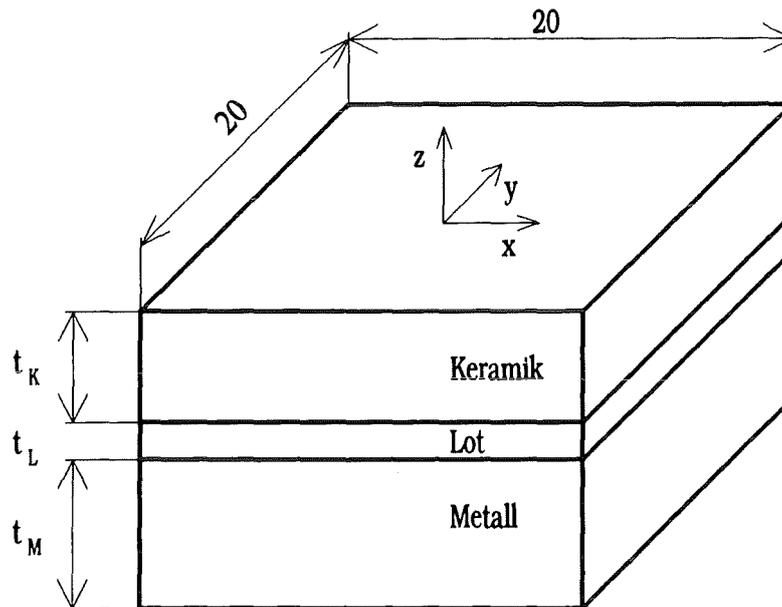


Abbildung 4: Dreischicht - Plattenverbund mit Koordinatensystem.

In Tabelle 2 sind die Materialpaarungen der Plattenverbunde mit den entsprechenden Dickenabmessungen zusammengestellt:

Verbundprobe	Metall (M)	Aktivlot (L)	Keramik (K)	Dickenabmessungen $t_M / t_L / t_K$ (mm)
1	Ck45 (1.1191)	Ag / Cu / Ti (70.5/26.5/3)	HPSN	3.7 / 0.2 / 4.0
2	Ck45 (1.1191)	Ag / Cu / Ti (70.5/26.5/3)	HPSN	10.0 / 0.2 / 4.0
3	19Mn6 (1.0473)	Ag / Cu / Ti (70.5/26.5/3)	HPSN	5.8 / 0.2 / 4.0
4	Ck45 (1.1191)	Ag / Cu / Ti (70.5/26.5/3)	ZrO ₂	3.5 / 0.2 / 4.0

Tabelle 2: Materialpaarungen und Abmessungen der untersuchten Plattenverbunde.

2.2.3. Eigenspannungsmessungen

Die Verfahren Röntgenbeugung und Neutronenbeugung sind zerstörungsfreie Methoden zur Bestimmung von Eigenspannungen an kristallinen Materialien. Diese Methoden basieren darauf, die Änderung der interatomaren Abstände, z.B. durch elastische Verformung infolge thermisch induzierter Spannungen zu erfassen und damit über den Spannungszustand des vom Röntgen-, beziehungsweise Neutronenstrahl erfaßten Materialbereichs Aufschluß zu geben.

Dazu wird der zu prüfende Probenkörper in den Strahlengang eines eng gebündelten Röntgen- oder Neutronenstrahls der Wellenlänge λ gebracht. Die reflektierten (abgebeugten) Strahlen interferieren und bilden meßbare Intensitätsmaxima, die einem bestimmten Gitterebenenabstand D_0 entsprechen, wenn nach der Bragg'schen Gleichung gilt:

$$2 D_0 \sin \theta_0 = n \cdot \lambda, \quad n = 1, 2 \dots \quad (19)$$

D.h. der Gangunterschied $2D_0 \cdot \sin\theta_0$ ist ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge λ des einfallenden monochromatischen Röntgen- / Neutronenstrahls [48, 50]. Für einen nicht spannungsfreien Kristall ändert sich in Gl. (19) der Gitterebenenabstand D_0 in D und die Winkelverschiebung des Intensitätsmaximums von θ_0 nach θ .

Die Differentiation von Gl. (19) nach D und θ ergibt dann eine direkte Beziehung zwischen der Winkelverschiebung $(\theta - \theta_0)$ der reflektierten Strahlung, sowie der Gitterdehnung ε [48].

$$d\theta = -\tan\theta_0 \frac{D - D_0}{D} = -\tan\theta_0 \cdot \varepsilon \quad (20)$$

Die Dehnungen ε lassen sich mit den röntgenographisch ermittelten elastischen Konstanten gemäß der linearen Beziehung über das Hookesche Gesetz in Spannungen umrechnen.

Der wesentliche Unterschied zwischen dem Verfahren der Röntgen- und Neutronenbeugung liegt in der Eindringtiefe der benutzten Strahlung. Röntgenstrahlen haben eine Eindringtiefe typischerweise von 0,01 mm, Neutronenstrahlen dagegen etwa 10 - 20 mm, abhängig vom Absorptionsvermögen des Materials.

Mit der Röntgenstrahlung wurde basierend auf einem probenfesten Koordinatensystem (vgl. Abbildung 4) die Dehnungskomponente $\varepsilon_{\varphi\psi}$ gemäß der Zusammenhänge in Gl. (20) bestimmt. Die Normalspannungen σ_x und σ_y werden nach der Methode des $\sin^2\psi$ -Verfahrens [47, 48] ermittelt.

Mit der Neutronenbeugung wurden die Dehnungen in x- und z - Richtung, ε_x und ε_z gemessen. Die aus Symmetriegründen resultierende Annahme $\varepsilon_x = \varepsilon_y$ wurde durch Kontrollmessungen der Dehnung in y - Richtung bestätigt. Im metallischen Verbundprobenkörper wurden mit dem Verfahren der Neutronenbeugung plastische Verformungen nahe der Grenzfläche bestätigt. Elastoplastische FE - Rechnungen berücksichtigen das temperaturabhängige, nichtlineare Materialverhalten der Verbundmaterialien Metall und Lot mit der Annahme elastisch ideal plastischen Materialverhaltens. Für die Keramik hingegen gilt rein linear elastisches Materialverhalten.

Der biaxiale Eigenspannungszustand in der Mitte des Plattenverbundes ($\sigma_x = \sigma_y$, $\sigma_z = 0$) wurde für die Plattenverbunde 1 und 4 (vgl. Tabelle 2) mit etwa gleichen Dicken der Keramik- und Metallplattenkörper verifiziert. Für die Plattenverbunde 2 und 3 sind die Normaldehnungen $\varepsilon_x = \varepsilon_y$ gleich, jedoch wurden nicht zu vernachlässigende Dehnungsanteile in z - Richtung (ε_z) bestimmt. Die Gesamtdicken dieser Plattenverbunde von etwa 10 mm und 14 mm sind im Verhältnis zu den lateralen Abmessungen der quadratischen Plattenkörper mit $a = 20$ mm nicht mehr vernachlässigbar klein, so daß ein 3 - achsiger Spannungszustand mit $\sigma_x = \sigma_y$, $\sigma_z \neq 0$ vorliegt.

2.2.4. Eigenspannungsberechnungen

2.2.4.1. Annahmen, Vereinbarungen

Der Keramik - Metall - Lötverbund wurde für die Eigenspannungsberechnungen mit der Finite Element Methode (FEM) idealisiert als Dreischicht - Verbund betrachtet, wobei den Materialien Lot, Keramik und Metall homogenes, isotropes Werkstoffverhalten zugesprochen wurde. Die Haftung der einzelnen Schichten aneinander wurde als perfekt angenommen. Dazu wurden 2 - dimensionale FE - Strukturen erzeugt, wobei im Lot und im Bereich der Materialübergänge eine homogene Diskretisierung mit quadratischen Elementen der kleinsten Elementgröße $b = 0,04$ mm durchgeführt wurde. Es wurde rotationssymmetrisch ($r = 10$ mm) mit isoparametrischen 8 - Knoten - Elementen gerechnet. In der Gesamtstruktur ergaben sich dabei minimal 4153 Knoten für die Struktur 1, beziehungsweise maximal 5076 Knoten für die Struktur 4.

Die Eigenspannungsberechnungen für die Werkstoffverbundgeometrien wurden für eine homogene Abkühlung von $T_{\text{Solid, Lot}} = 780^\circ\text{C}$ auf $RT = 20^\circ\text{C}$ bestimmt. Homogene Abkühlung bedeutet, daß an jedem Ort der Verbundprobe und zu jeder Zeit thermisches Gleichgewicht vorliegt. In der Praxis wird dies durch hinreichend lange Abkühlzeiten realisiert.

Den elastoplastischen FE - Rechnungen liegt im Fall der Keramik rein linear - elastisches Materialverhalten zu Grunde. Für das Lot und das Metall wurde elastisch - ideal - plastisches Materialverhalten angenommen. Dabei wurde mit temperaturabhängigen, elastischen Materialdaten für E - Modul und den linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten α , sowie mit einer temperaturabhängigen Streckgrenze R_p gerechnet.

In der Tabelle 3 sind die aus Literatur- und Herstellerangaben entnommenen Materialdaten enthalten. Die mit (*) gekennzeichneten Daten sind auf die Loterstarrungstemperatur $T_{\text{Solid, Lot}} = 780^\circ\text{C}$ extrapolierte Werte, und stellen die Startwerte für die homogene Abkühlung dar. Nicht vereinbarte Angaben für die Zwischentemperaturen ermittelt 'ABAQUS' [51] selbständig durch lineare Interpolation.

T (°C)	E ($\times 10^5$ MPa)					α ($\times 10^{-6}\text{K}^{-1}$)				
	Si ₃ N ₄ (HPSN)	ZrO ₂	19Mn6	Ck45	Aktivlot AgCuTi	Si ₃ N ₄ (HPSN)	ZrO ₂	19Mn6	Ck45	Aktivlot AgCuTi
20	2.8	2.1	2.12	2.1	0.72	2.5	10.4	12.3	11.1	19.0
100	2.8	2.1	2.07	2.02	0.72			12.3	11.1	19.5
200	2.8	2.1	2.00	1.95	0.72			12.8	12.1	19.7
300	2.8	2.1	1.92	1.85	0.72			13.6	12.9	19.9
400	2.8	2.1	1.84	1.75	0.72			13.8	13.5	20.2
500	2.8	2.1	1.75	1.65	0.72	4.3	11.4	14.2	13.9	20.3
600	2.8	2.1	1.64	*1.56	0.72			14.6	*14.5	20.5
780	2.8	2.1	*1.52	*1.39	0.72			*15.5	*15.8	*20.8

T (°C)	Streckgrenze R_p (MPa)			ν (Poissonzahl)				
	19Mn6	Ck45	Aktivlot AgCuTi	Si ₃ N ₄ (HPSN) [52]	ZrO ₂ [52]	19Mn6 [53]	Ck45 [54]	Aktivlot AgCuTi [55]
				0.26	0.3	0.3	0.3	0.3
20	355	360	230					
100	311	330	202					
150	288	300	185					
200	265	280	170					
250	245	245	150					
300	225	230	135					
350	205	216	115					
400	175	170	98					
450	155	125	80					
500	*135	80	60					
600	*95	*5	25					
780	*23	*0	*0					

Tabelle 3: Temperaturabhängige Materialdaten für Ck45, 19Mn6, Si₃N₄, ZrO₂ und Aktivlot CB4.

Den hier durchgeführten FE - Rechnungen liegt ein temperaturinvarianter E - Modul des Aktivlotes zu Grunde. Dieser ist um das 3 bis 4 - fache kleiner als die E - Moduli der Verbundpartner Keramik und Metall. Sein Einfluß beschränkt sich vornehmlich auf den Eigenspannungszustand im Lot, und nur unwesentlich auf die Eigenspannungsverteilungen im Metall und in der Keramik.

Für rein linear elastisches Materialverhalten kann die Eigenspannungsverteilung $\sigma_x = \sigma_y$ in der Symmetrieachse des Plattenverbundes analytisch berechnet werden (Abbildung 3). Diese Tatsache wurde dazu benutzt, die Ergebnisse der rein linear elastischen FE - Rechnung zu überprüfen.

In Abbildung 5 sind für die Verbundprobe 1 (vgl. Tabelle 2), die für Raumtemperaturdaten (vgl. Tabelle 3) analytisch und numerisch gerechneten Spannungsverteilungen in der Symmetrieachse aufgetragen. Die Übereinstimmung der beiden Spannungsverteilungen ist nahezu perfekt.

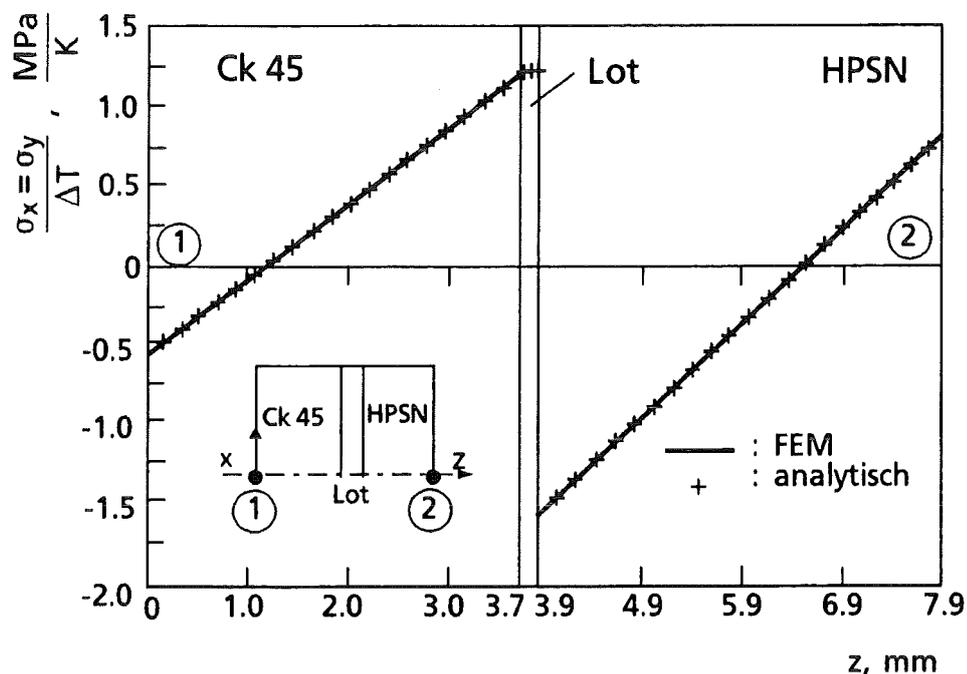


Abbildung 5: Analytisch und mit FEM gerechnete Normalspannungsverteilung $\sigma_x = \sigma_y$ in der Symmetrieachse der Verbundprobe 1 für linear elastisches Materialverhalten.

2.2.4.2. Elastoplastische FE - Rechnungen

Die FE - Rechnungen basieren auf folgendem elastoplastischen Stoffgesetz zur Beschreibung kleiner elastisch - plastischen Deformationen. Es wird davon ausgegangen, daß die gesamte Dehnung ϵ_{ij} in drei Anteile zerlegt werden kann,

$$\epsilon_{ij} = \epsilon_{ij}^e + \epsilon_{ij}^{th} + \epsilon_{ij}^p \quad (21)$$

wobei ϵ_{ij}^e , ϵ_{ij}^{th} und ϵ_{ij}^p jeweils der elastische, thermische und plastische Anteil bedeutet.

Die elastischen Dehnungsanteile ϵ_{ij}^e sind durch das verallgemeinerte Hookesche Gesetz mit den Spannungen σ_{ij} verknüpft.

$$\varepsilon_{ij}^e = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} (\sigma_{kk}) \delta_{ij} \quad (22)$$

ν : = Querkontraktionszahl,

E : = Elastizitätsmodul,

δ_{ij} : = Kronecker - Symbol.

Für ε_{ij}^{th} gilt:

$$\varepsilon_{ij}^{th} = \alpha(T) \delta_{ij} \quad (23)$$

wobei $\alpha(T)$ eine Materialfunktion der Temperatur (T) darstellt. Insbesondere wird von einer linearen Beziehung ausgegangen.

Die Materialgleichung für ε_{ij}^p ist in inkrementeller Form formuliert und hängt von einer Fallunterscheidung ab. Diese Fallunterscheidung ist anhand der Von - Mises - Fließfunktion $g(\sigma_{ij})$

$$g(\sigma_{ij}) = \frac{1}{2} \sigma'_{ij} \sigma'_{ij} - \frac{1}{3} \sigma_F^2, \quad (24)$$

$$\sigma'_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3} (\sigma_{kk}) \delta_{ij} \quad (25)$$

gegeben.

In dieser Gleichung bedeutet σ_F die sogenannte Fließspannung. Insbesondere wird angenommen, daß $\sigma_F = \text{konstant}$ ist. Plastisches Fließen findet nur dann statt, wenn die Fließbedingung $g(\sigma_{ij}) = 0$ erfüllt ist. Ist nun die Fließbedingung erfüllt, dann wird für ε_{ij}^p die assoziierte Normalenregel angenommen [56]:

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^p = \lambda \frac{\partial g(\sigma_{mn})}{\partial \sigma_{ij}} \quad (26)$$

Hierbei bedeutet $\dot{\varepsilon}_{ij}^p$ die materielle Zeitableitung von ε_{ij}^p , und λ stellt einen skalaren Proportionalitätsfaktor dar, der folgendermaßen bestimmt wird.

Sei die plastische Vergleichsdehnung ε_v^p aus dem 1 - achsigen Vergleichszustand definiert durch:

$$\varepsilon_v^p = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\varepsilon}_{ij}^p \dot{\varepsilon}_{ij}^p}, \quad (27)$$

dann ergibt sich aus Gl. (26) mit Unterstützung der Von Mises Fließbedingung Gl. (24) das λ zu:

$$\lambda = \frac{3}{2} \frac{\varepsilon_v^p}{\sigma_F}, \quad (28)$$

und Gl. (26) kann dann folgendermaßen geschrieben werden:

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^p = \frac{3}{2} \frac{\varepsilon_v^p}{\sigma_F} \sigma'_{ij}. \quad (29)$$

2.2.4.3 Elastische und Elastoplastische FE - Rechnungen

In Abbildung 64 sind die Normalspannungsverteilungen $\sigma_x = \sigma_y$ in der Symmetrieebene der Verbundprobe I aus elastischer und elastoplastischer FE - Rechnung bei homogener Abkühlung aufgetragen, wobei die elastischen Materialdaten der Verbundmaterialien temperaturabhängig berücksichtigt wurden.

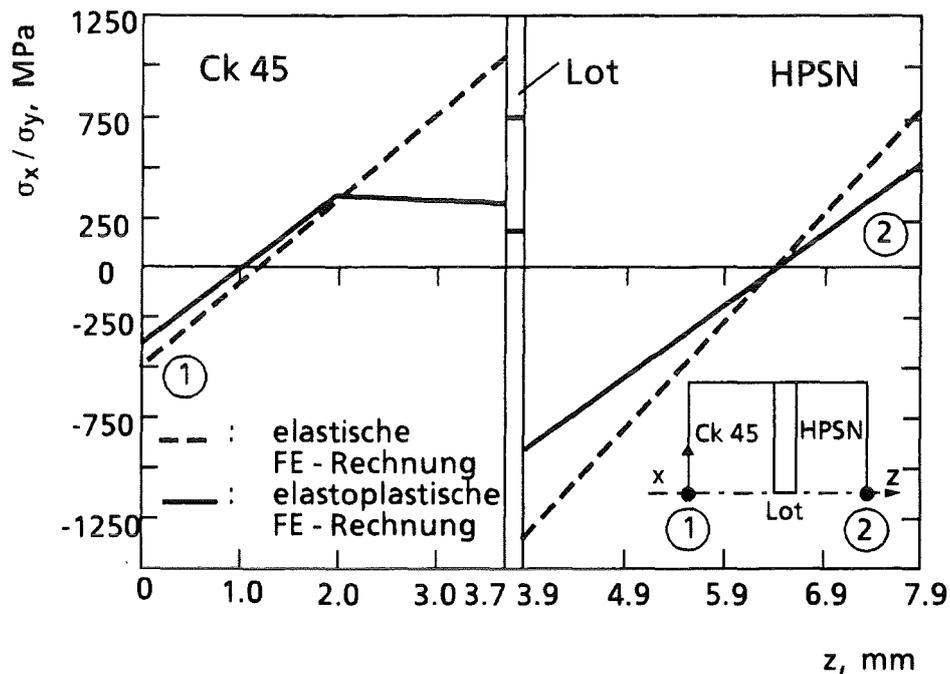


Abbildung 6: Normalspannungsverteilung $\sigma_x = \sigma_y$ in der Symmetrieebene der Verbundprobe 1 aus elastischer und elastoplastischer FE - Rechnung.

Die elastische Spannungskurve zeigt, daß die Zugeigenspannungen im Metall am Materialübergang Lot / Metall maximal sind und die Fließgrenze übersteigen. Auch die Lotschicht hat reine Zugspannungen zu ertragen, die ebenfalls über der höchsten Streckgrenze bei Raumtemperatur liegen. Die Annahme elastisch ideal plastischen Materialverhaltens für das Lot und das Metall soll dem plastischen Verformungsvermögen dieser Materialien Rechnung tragen, wodurch ein erheblicher Spannungsabbau im gesamten Werkstoffverbund einhergeht.

Aus der elastoplastisch berechneten Spannungsverteilung ist der deutliche Spannungsabfall im Metall und im Lot zu entnehmen, wobei die maximalen Spannungen in den plastisch verformten Querschnittsbereichen kleiner oder gleich den Raumtemperaturstreckgrenzen von Lot und Metall sind. Aus dem zu erfüllenden Kräftegleichgewicht wächst die Forderung, daß die Eigenspannungen in der Keramik erheblich reduziert werden.

In der Keramik stellen sich am Übergang Keramik / Lot geringere Druckspannungen im elastoplastischen gegenüber dem elastischen Fall ein. Mehr Bedeutung jedoch für die Keramik erlangt die Reduzierung der maximalen Zugeigenspannungen an der freien Oberfläche.

2.2.5. Vergleich von gemessenen mit FEM gerechneten Eigenspannungen

Aus den Neutronenbeugungsmessungen wurden die Eigenspannungen zunächst unter der Annahme eines 3 - achsigen Spannungszustandes ($\sigma_x = \sigma_y$, $\sigma_z \neq 0$) ermittelt. Waren die gemessenen Normalspannungen σ_z im Stahl $\leq 20\text{MPa}$ und in der Keramik $\leq 30\text{MPa}$, so wurde im Rahmen der experimentellen Meßgenauigkeit entschieden, daß die Annahme $\sigma_z = 0$ gültig ist und in der Verbundprobe real ein biaxialer Spannungszustand $\sigma_x = \sigma_y$ vorliegt.

Die mit Neutronenbeugung gemessenen Dehnungen, sind die über das durchstrahlte Probenvolumen (Fläche der Meßblende x Verbundprobendicke) gemittelte Dehnungen. Die Abmessungen der Meßblende betragen $10 \times 0.5 \text{ mm}^2$. Um die aus den Dehnungsmessungen resultierenden Eigenspannungen mit gerechneten Eigenspannungen vergleichen zu können, wurden die Spannungen aus den FEM - Rechnungen entsprechend gemittelt.

In Abbildung 7 ist beispielhaft für die Verbundprobe 2 (vgl. Tabelle 2), die mit FEM gerechnete Normalspannungsverteilung σ_{xx} im Metall (Ck45) entlang einer parallelen Linie zur Grenzfläche Lot / Metall aufgetragen. Die Ausdehnung in x - Richtung, entspricht mit $x = 5 \text{ mm}$ der halben Breite der Meßblende. Die Normalspannungen σ_{xx} nehmen ausgehend von der Symmetrieachse (Punkt 1) in Richtung der freien Oberfläche hin ab. Aus den Spannungen an den Punkten 1 und 2 wurde das arithmetische Mittel bestimmt. Auf diese Weise wurde an einigen wesentlichen Stellen in Dickenausrichtung der Verbundprobe (z - Richtung) weitere Stützpunkte der Spannungskurve bestimmt.

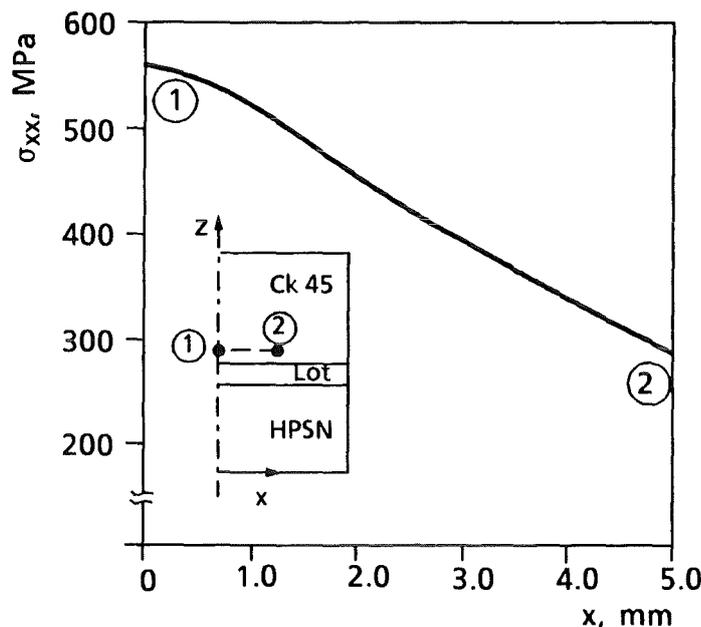
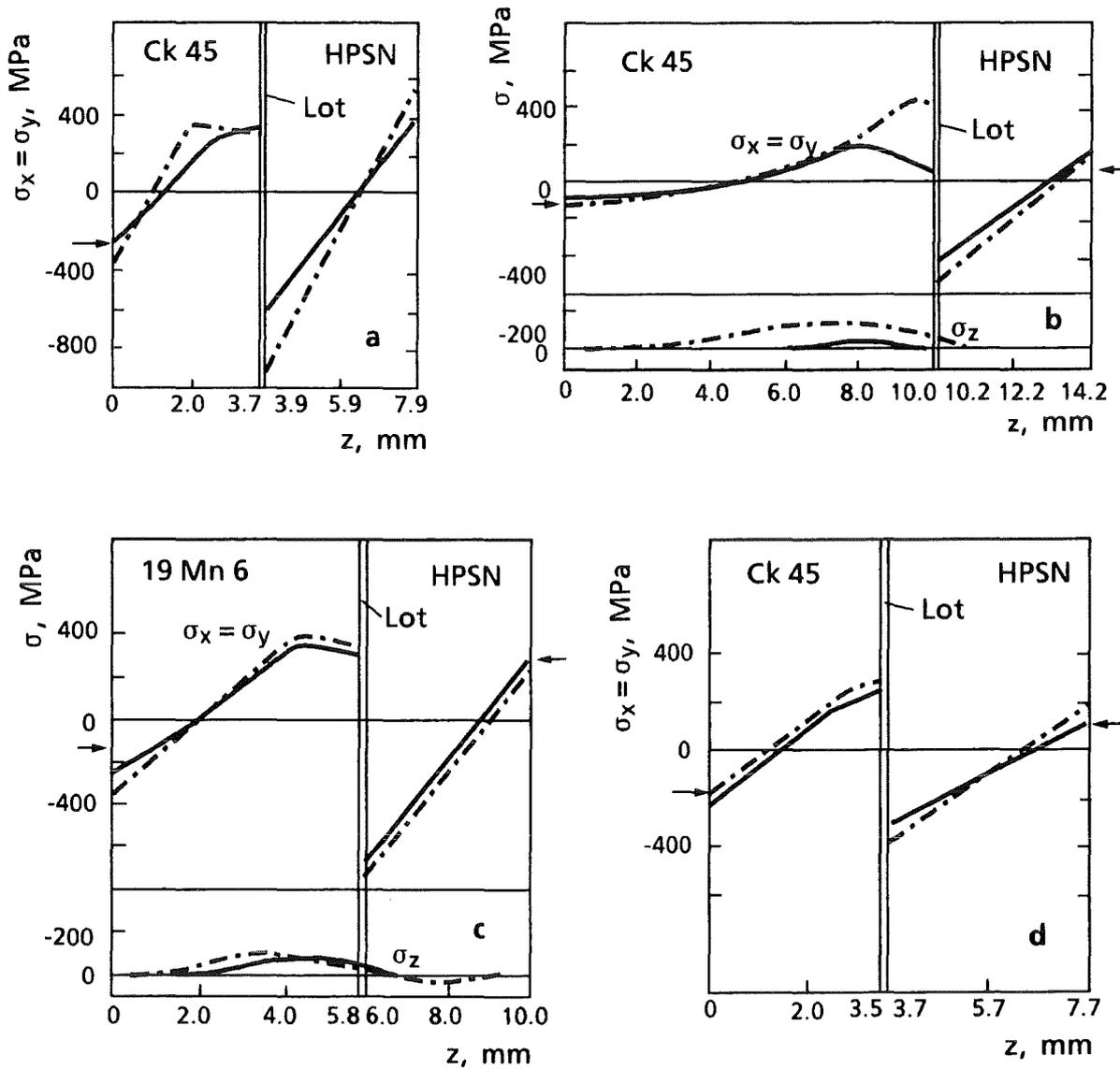


Abbildung 7: Normalspannungsverteilung σ_{xx} im Metall (Ck45) entlang einer parallelen Linie zur Grenzfläche Lot / Metall.

In den Abbildungen 8a - d sind die Spannungskurven der gemessenen und gerechneten Eigenspannungen für die Verbundproben 1 - 4 aufgezeigt. Der aus Neutronenbeugungsmessungen resultierende Spannungsverlauf ist durch die Vollinie gekennzeichnet. Die Spannungsverteilung aus den elastoplastischen FE - Rechnungen wird durch die unterbrochene Linie, und die an der Oberfläche mit Röntgenbeugung gemessenen Eigenspannungen durch den Pfeil wiedergegeben. Die Spannungswerte der röntgenographischen Spannungsmessung sind Mittelwerte der Normalspannungen σ_x und σ_y , die annähernd gleich sind.



Abbildungen 8a - d: Mit Neutronenbeugung (Vollinie) und Röntgenbeugung (Pfeil) gemessene und mit FEM gerechnete (gestrichelte Linie) Eigenspannungsverteilungen für die Plattenverbunde 1 - 4 (vgl. Tabelle 2), im Bereich der Symmetrieachse, in z - Richtung.

Gute Übereinstimmung war zwischen den durch Neutronen- und Röntgenbeugung gemessenen Eigenspannungen an den Oberflächen von Keramik und Metall gegeben. Die mit Neutronenbeugung gemessenen Eigenspannungsverteilungen für die jeweiligen Verbundproben konnten qualitativ sehr gut durch die Spannungskurven aus den elastoplastischen FE - Rechnungen wiedergegeben werden.

Die Streckgrenze R_p des Aktivlotes ist für $T > 660^\circ\text{C}$ gleich Null. Beim Abkühlen von der Loterstarrungstemperatur $T_{\text{Solid}} = 780^\circ\text{C}$ bis zu $T \sim 660^\circ\text{C}$ ist der Keramik - Metall - Verbund frei von Eigenspannungen. Relaxationsvorgänge stehen für dieses praktische Verhalten des Lotwerkstoffes. Wird für die Eigenspannungsberechnungen bei homogener Abkühlung die Starttemperatur auf $T = 660^\circ\text{C}$ erniedrigt, dann werden die maximalen Eigenspannungen deutlich reduziert, wodurch eine bessere Übereinstimmung mit den gemessenen Eigenspannungen zu erwarten ist.

Für die Verbundproben 1 und 4 waren die gemessenen und gerechneten Normalspannungen σ_z vernachlässigbar klein und damit real der biaxiale Spannungszustand ($\sigma_x = \sigma_y$) gegeben. Für die Verbundproben 2 und 3 hingegen ist die Spannungskomponente $\sigma_z \neq 0$. In den Abbildungen 8b und 8c sind zusätzlich die gemessenen und die gerechneten Normalspannungsverteilungen σ_z enthalten. Die sehr hohen Spannungen σ_z an den Materialübergängen im freien Randbereich (singuläre Spannungen) für die Verbundproben 2 und 3, sind unter Erfüllung der Gleichgewichtsbedingungen dafür verantwortlich, daß merkliche Anteile der Normalspannungen σ_z in der Symmetrieachse auftreten, so daß dort ebenfalls ein 3-achsiger Spannungszustand vorliegt.

In Abbildung 9 sind für die Verbundproben 1 und 2 die Normalspannungen σ_z entlang des freien Randes an den Materialübergängen aufgetragen. Die Ausschnitte an den freien Oberflächen in nächster Umgebung der Materialübergänge wurden für beide Proben gleich, mit identischen Diskretisierungen der FE-Netze gewählt. Für die dickere Verbundprobe 2 treten höhere Normalspannungen σ_z auf, als für die dünnere Verbundprobe 1.

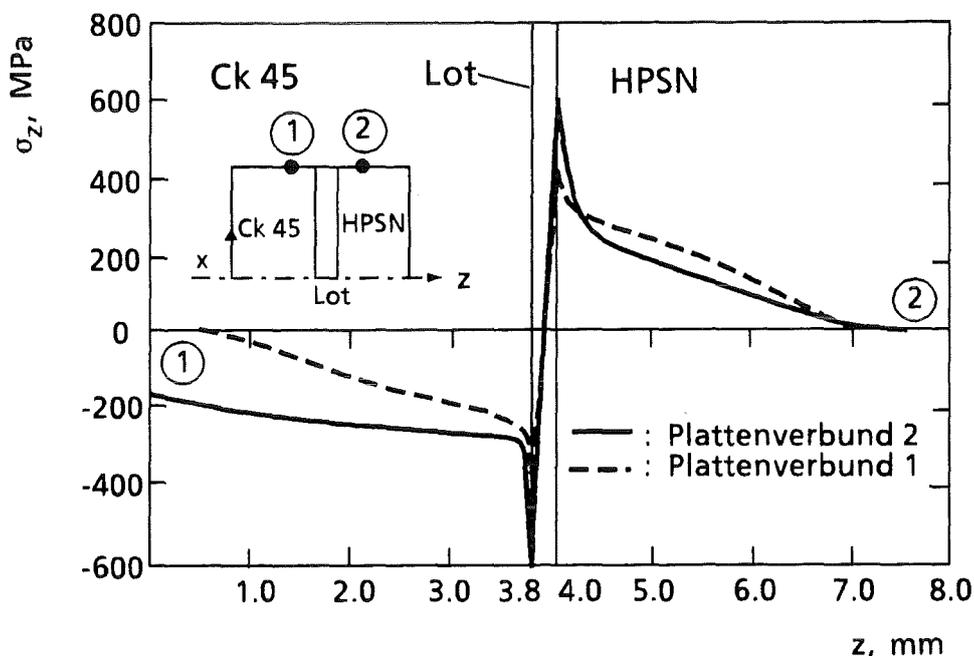


Abbildung 9: Normalspannungen σ_z am freien Rand für die Verbundproben 1 und 2.

Levy [57] und Charreyron [58] berücksichtigen in ihren plastischen FE-Rechnungen das Verfestigungsverhalten (strain hardening) des Ag - Cu - In - Ti - Lotes. Für das Metall gilt wie für die Keramik lediglich linear elastisches Materialverhalten.

Die durch Neutronenbeugung gemessenen Eigenspannungen, sowie die Ergebnisse der elastoplastischen FE-Rechnung bestätigen jedoch, daß auch im Metall zum Übergang Metall / Lot hin die Eigenspannungen durch plastische Verformung erheblich reduziert werden.

Eine mögliche Verfestigung des Lotes wurde hier durch eine Erhöhung der Streckgrenze simuliert. Die temperaturabhängigen Streckgrenzenwerte des Lotes wurden dazu um 30 MPa gegenüber den Werten in Tabelle 3 erhöht.

Die entsprechende Normalspannungsverteilung $\sigma_x = \sigma_y$ in Abbildung 10 sagt betragsmäßig noch größere Grenzflächen- und Deckflächenspannungen voraus, womit die Unterschiede zwischen gemessenen und gerechneten Eigenspannungen sich eher vergrößern.

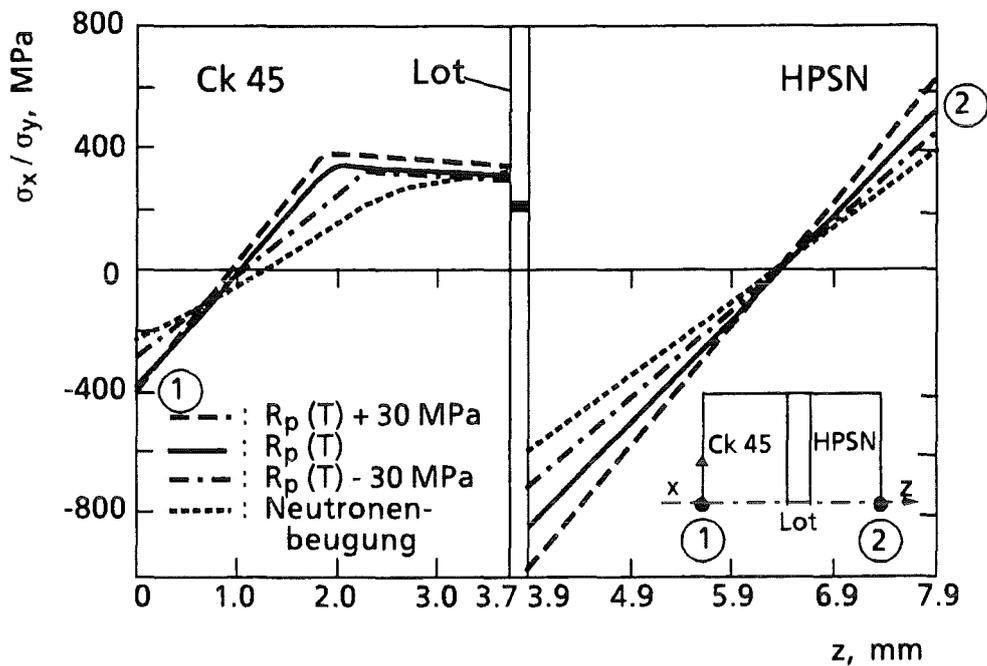


Abbildung 10: Normalspannungsverteilung $\sigma_x = \sigma_y$ in der Symmetrieachse der Verbundprobe 1 für verschiedene Lotstreckgrenzen.

Eine Reduzierung der Lotstreckgrenze um 30 MPa ist mit höherem plastischen Verformungsvermögen gleichzusetzen, das sich in wesentlich geringeren Deckflächen- und Grenzflächenspannungen in der Keramik und im Metall äußert. Zusätzlich wird eine bessere Übereinstimmung zwischen der gerechneten und der gemessenen Spannungsverteilung erreicht.

Charreyron [58], der bei seinen FE-Rechnungen das Verfestigungsverhalten des Lotes berücksichtigt, bestimmt ebenfalls zu hohe Eigenspannungen im Vergleich zu den realen Eigenspannungen im Verbund. Der Effekt der Spannungsreduzierung aufgrund einer möglichen Entfestigung durch Spannungsrelaxation bei höheren Temperaturen dominiert das reale Verhalten.

Kivilahti und Kouhia [59] konnten bei experimentellen Untersuchungen zum Kriechverhalten von Keramik - Metall - Lötverbunden starke Kriechverformungen des Aktivlotes im Temperaturbereich $500^\circ\text{C} \leq T \leq T_{\text{Solid, Lot}}$ feststellen. In ihren zugehörigen Eigenspannungsberechnungen mit FEM berücksichtigen sie plastisches Materialverhalten für die metallischen Verbundmaterialien, sowie eine Verfestigung (work hardening) und Spannungsrelaxation durch Kriechen für das Ag - Cu - Ti - Aktivlot und für das Metall Ti.

Die Ergebnisse aus den hier durchgeführten elastoplastischen FE-Rechnungen zeigen, daß die Zugspannungen in der Keramik und im Lot merklich reduziert werden. Weitere experimentelle Untersuchungen zum Kriechverhalten gelöteter Keramik - Metall - Verbunde werden die notwendigen Daten liefern, um das reale, nicht-linear plastische Materialverhalten von Lot und Metall, und der daraus resultierenden Eigenspannungen im Werkstoffverbund, quantitativ besser beschreiben zu können.

2.3. Spannungssingularitäten

2.3.1 Zweischichtverbunde

2.3.1.1 Zielsetzung

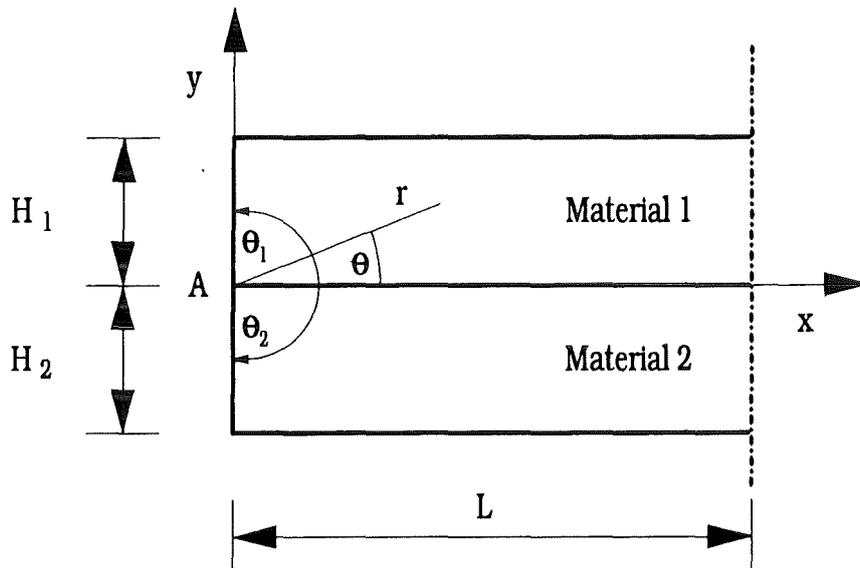


Abbildung 11: Rechtwinkliger Zweischichtverbund mit Polarkoordinatensystem.

Neben den physikalischen und elastischen Materialeigenschaften, bestimmen die globalen Abmessungen (H_1 , H_2 , L) des Verbundes, sowie die geometrische Ausbildung der Fügefläche im Grenzflächenbereich am freien Rand mit den lokalen Randwinkeln θ_1 und θ_2 , die Höhe der Eigenspannungen im Verbund.

Die Eigenspannungen können im mittleren Bereich des Verbundes, in einer Entfernung von $3H$, $H = \min\{H_1, H_2\}$ von der freien Außenfläche analytisch berechnet werden (siehe Kapitel 2.2). Der Spannungszustand ist im Fall des Plattenverbundes in diesem Bereich 2 - achsig.

In nächster Umgebung des Materialübergangs an der freien Außenfläche wird der Spannungszustand mehrachsig. Die Balkentheorie ist nicht mehr anwendbar, um diesen komplexen Spannungszustand zu beschreiben. Bei thermischer [60, 61] oder mechanischer Belastung [62] können an der freien Kante des Materialübergangs, in Abbildung 11 mit "A" gekennzeichnet, Spannungssingularitäten entstehen. In der Praxis werden solche Zweischichtverbunde beispielsweise durch Reib- und Diffusionsschweißen von Keramik mit Metall oder beim Aufbringen von keramischen Schutzschichten auf metallische Trägermaterialien realisiert.

Die Beschreibung der singulären Spannungen basiert auf den folgenden Annahmen:

- linear elastisches Werkstoffverhalten der Verbundmaterialien
- homogene, isotrope Materialien
- perfekte Haftung der Verbundkörper aneinander
- elastische und thermische Materialkonstanten sind temperaturunabhängig
- thermisches Gleichgewicht zu jedem Zeitpunkt der homogenen Abkühlung

2.3.1.2 Berechnung der singulären Spannungen

Für einen Verbund mit beliebigen Winkeln θ_1, θ_2 unter thermischer oder mechanischer Belastung lassen sich die Komponenten σ_{ij} des Spannungstensors im Nahfeld der Singularitätsstelle allgemein wie folgt darstellen [63]:

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \sum_{k=1}^N \frac{K_k f_{ijk}(\theta)}{(r/R)^{\omega_k}} + \sigma_{ij0}(\theta) \quad (30)$$

mit

σ_{ij}	Komponenten des Spannungstensors
K	Spannungsintensitätsfaktor
θ	Polarwinkel
$f_{ij}(\theta)$	Winkelfunktionen
r	Abstand von der Singularitätsstelle
R	charakteristische Länge des Verbundes (L oder H _i)
ω	Spannungsexponent
σ_{ij0}	regulärer Spannungsterm

Für den rechtwinkligen Zweischichtverbund mit $\theta_1 = -\theta_2 = 90^\circ$ existiert nur ein Spannungsexponent im Bereich $0 < \omega < 1$, die auch Singularitätspotenz ω genannt wird. In diesem Fall ist $N = 1$ und die Spannungen nahe der Singularitätsstelle können dargestellt werden durch:

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K f_{ij}(\theta)}{(r/R)^\omega} + \sigma_{ij0}(\theta) \quad (31)$$

In den Gln. (30) und (31) können der Spannungsexponent ω , die Winkelfunktionen $f_{ij}(\theta)$ und die regulären Spannungsterme $\sigma_{ij0}(\theta)$ analytisch bestimmt werden. Der Spannungsintensitätsfaktor K hängt von den äußeren Belastungen ab und muß über eine numerische Methode z.B. der Finite Element Methode (FEM) berechnet werden. Die Definition des K -Faktor in den Gln. (30) und (31) unterscheidet sich gegenüber dem K -Faktor aus der Bruchmechanik und nimmt hier die Dimension einer Spannung an.

Für die Berechnung des Spannungsexponenten ω muß eine transzendente Eigenwertgleichung gelöst werden, die für den allgemeinen Verbund mit beliebigen Winkeln θ_1, θ_2 in [63] aufgeführt ist. Nachstehend wird die daraus abgeleitete Form für den Spezialfall des rechtwinkligen Verbundes mit $\theta_1 = -\theta_2 = 90^\circ$ angegeben [60]:

$$\begin{aligned} & (\lambda_n - 2) \left\{ \beta^2 \left[\cos^2 \left(\frac{\pi}{2} \lambda_n \right) - (\lambda_n - 1)^2 \right]^2 + \alpha^2 \lambda_n (\lambda_n - 1) (\lambda_n - 1) \right. \\ & \left. + 2\alpha\beta (\lambda_n - 1)^2 \left[\cos^2 \left(\frac{\pi}{2} \lambda_n \right) - (\lambda_n - 1)^2 \right] + \cos^2 \left(\frac{\pi}{2} \lambda_n \right) \sin^2 \left(\frac{\pi}{2} \lambda_n \right) \right\} = 0 \end{aligned} \quad (32)$$

Dabei sind α und β die Dundurs Parameter

$$\alpha = \frac{m_2 - k m_1}{m_2 + k m_1} \quad (33a)$$

$$\beta = \frac{(m_2 - 2) - k(m_1 - 2)}{m_2 + km_1} \quad (33b)$$

mit

$$k = \frac{G_2}{G_1}$$

$$m = \begin{cases} \frac{4}{(1+\nu)} & \text{für ESZ} \\ 4(1+\nu) & \text{für EDZ} \end{cases}$$

G_i sind die Schubmoduli

ESZ bedeutet ebener Spannungszustand

EDZ bedeutet ebener Dehnungszustand

Für den allgemeinen Zweischichtverbund mit den Winkeln θ_1, θ_2 und reellen Eigenwerten genügt es, ω_k im Bereich $\omega_k = \{\lambda_n \mid -0.5 < \lambda_n < 1.0\}$ ($n = 1, 2, \dots$), ($k = 1, 2, \dots, N$) zu betrachten. Die untere Grenze mit $\lambda_n = -0.5$ schließt den Bereich für negative Spannungsexponenten sinnvoll ab.

Gibt es kein $\omega > 0$, so ist der Materialübergang nicht singular [43, 63]. Aus den Gln. (32) und (33) ist zu entnehmen, daß die Eigenwerte lediglich von den elastischen Konstanten E_1, E_2, ν_1, ν_2 der Verbundpartner und den Randwinkeln θ_1, θ_2 des Verbundes abhängen, und unabhängig von der äußeren Belastung sind.

Die regulären Spannungsterme $\sigma_{ij0}(\theta)$ sind entsprechend r^0 nicht mehr vom Abstand r abhängig und liefern deshalb Beiträge zur Spannungsverteilung an der Singularitätsstelle und für das Fernfeld ($r \rightarrow \infty$).

Sie lassen sich ebenfalls analytisch als funktionale Zusammenhänge zwischen den elastischen Konstanten der Verbundpartner E_1, E_2, ν_1, ν_2 , den thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_1, α_2 und den Winkeln θ_1, θ_2 beschreiben.

Die Gleichungen zur Berechnung von $\sigma_{ij0}(\theta)$ lauten [64]:

$$\sigma_{jr0}(\theta) = A_{j0} \cos(2\theta) + B_{j0} \sin(2\theta) - C_{j0} + D_{j0} \theta \quad (34a)$$

$$\sigma_{j\theta0}(\theta) = -A_{j0} \cos(2\theta) - B_{j0} \sin(2\theta) - C_{j0} + D_{j0} \theta \quad (34b)$$

$$\tau_{jr\theta0}(\theta) = -A_{j0} \sin(2\theta) + B_{j0} \cos(2\theta) - \frac{1}{2} D_{j0} \theta \quad (34c)$$

Die Koeffizienten $A_{j0} = \frac{A_j'}{Z}$, $B_{j0} = \frac{B_j'}{Z}$, $C_{j0} = \frac{C_j'}{Z}$, $D_{j0} = \frac{D_j'}{Z}$ können durch folgende

Gleichungen bestimmt werden [63]:

(1) $\theta_1 = -\theta_2$

$$Z = \{ -\alpha^2(\cos(2\theta_1)-1)^2 + 2\alpha\beta(\cos(2\theta_1)-1)(\sin(2\theta_1)\theta_1 + \cos(2\theta_1)-1) + \sin^2(2\theta_1) - 2\sin(2\theta_1)\cos(2\theta_1)\theta_1 \} \quad (35a)$$

$$A_1' = \frac{1}{2}\bar{q} \{ -\alpha(\cos(2\theta_1)-1)^2 + 2(\sin(2\theta_1)\theta_1 \cos(2\theta_1)\theta_1) + \cos^2(2\theta_1)-1 \} \quad (35b)$$

$$B_1' = -\frac{1}{2}\bar{q} \sin(2\theta_1) \{ \alpha(\cos(2\theta_1)-1) - \cos(2\theta_1) + 1 - 2\sin(2\theta_1)\theta_1 \} \quad (35c)$$

$$C_1' = -\frac{1}{2}\bar{q} \{ \alpha(\cos(2\theta_1)-1) [2\sin(2\theta_1)\theta_1 + (\cos(2\theta_1)-1)] + \sin(2\theta_1) [2\cos(2\theta_1)\theta_1 - \sin(2\theta_1)] \} \quad (35d)$$

$$D_1' = -\bar{q}(\alpha+1)\sin(2\theta_1)(\cos(2\theta_1)-1) \quad (35e)$$

$$A_2' = -\frac{1}{2}\bar{q} \{ \alpha(\cos(2\theta_1)-1)^2 + 2(\sin(2\theta_1)\theta_1 \cos(2\theta_1)\theta_1) + \cos^2(2\theta_1)-1 \} \quad (35f)$$

$$B_2' = \frac{1}{2}\bar{q} \sin(2\theta_1) \{ \alpha(\cos(2\theta_1)-1) + \cos(2\theta_1) - 1 + 2\sin(2\theta_1)\theta_1 \} \quad (35g)$$

$$C_2' = -\frac{1}{2}\bar{q} \{ \alpha(\cos(2\theta_1)-1) [2\sin(2\theta_1)\theta_1 + (\cos(2\theta_1)-1)] - \sin(2\theta_1) [2\cos(2\theta_1)\theta_1 - \sin(2\theta_1)] \} \quad (35h)$$

$$D_2' = \bar{q}(\alpha-1)\sin(2\theta_1)(\cos(2\theta_1)-1) \quad (35i)$$

wobei

$$\bar{q} = \Delta T \frac{\alpha_1 - \alpha_2}{\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2}} \equiv \frac{\Delta T \Delta \alpha}{\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2}} \quad \text{für ESZ}$$

$$\bar{q} = \Delta T \frac{(1+\nu_1)\alpha_1 - (1+\nu_2)\alpha_2}{\frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2}} \equiv \frac{\Delta T \Delta \alpha}{\frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2}} \quad \text{für EDZ}$$

 E_1, E_2 E - Moduli der Verbundmaterialien 1 und 2 α_1, α_2 lineare Wärmeausdehnungskoeffizienten der Verbundmaterialien 1 und 2 ν_1, ν_2 Poissonzahlen der Verbundmaterialien 1 und 2

ΔT entspricht der Temperaturdifferenz beim Abkühlen, die in den Rechnungen dieser Arbeit mit $\Delta T = -1 \text{ K}$ festgelegt wurde. Da hier rein linear elastisches Materialverhalten mit temperaturunabhängigen Materialparametern vorausgesetzt wurde, liefert eine höhere Temperaturdifferenz direkt proportional größere Eigenspannungen.

Für $\theta_1 = -\theta_2 = 90^\circ$ vereinfachen sich die Gln. (35) zu:

$$Z = 4(2\alpha\beta - \alpha^2) \quad (36a)$$

$$A_1' = A_2' = C_1' = C_2' = -2 \alpha \bar{q} \quad (36b)$$

$$B_1' = B_2' = D_1' = D_2' = 0 \quad (36c)$$

beziehungsweise

$$A_{10} = A_{20} = C_{10} = C_{20} = \frac{-\bar{q}}{2(2\beta - \alpha)} \quad (36d)$$

$$B_{10} = B_{20} = D_{10} = D_{20} = 0 \quad (36e)$$

α und β sind die Dundurs Parameter (siehe Gln. (33)),

mit $\sigma_0 = \frac{\bar{q}}{2\beta - \alpha}$ ergeben sich die regulären Spannungsterme der Gln. (34) zu:

$$\sigma_{1r0}(\theta) = \sigma_{2r0}(\theta) = \sigma_{r0}(\theta) = \sigma_0 \sin^2(\theta) \quad (37a)$$

$$\sigma_{1\theta0}(\theta) = \sigma_{2\theta0}(\theta) = \sigma_{\theta0}(\theta) = \sigma_0 \cos^2(\theta) \quad (37b)$$

$$\tau_{1r\theta0}(\theta) = \tau_{2r\theta0}(\theta) = \tau_{r\theta0}(\theta) = \sigma_0 \cos(\theta) \sin(\theta) \quad (37c)$$

Oft müssen die Spannungen in kartesischen Koordinaten geschrieben werden. Die entsprechenden Gleichungen für die Transformation in kartesische Koordinaten lauten [65]:

$$\sigma_x(r, \theta) = \sigma_r(r, \theta) \cos^2(\theta) + \sigma_\theta(r, \theta) \sin^2(\theta) - 2\tau_{r\theta}(r, \theta) \sin(\theta) \cos(\theta) \quad (38a)$$

$$\sigma_y(r, \theta) = \sigma_r(r, \theta) \sin^2(\theta) + \sigma_\theta(r, \theta) \cos^2(\theta) + 2\tau_{r\theta}(r, \theta) \sin(\theta) \cos(\theta) \quad (38b)$$

$$\tau_{xy}(r, \theta) = [\sigma_r(r, \theta) - \sigma_\theta(r, \theta)] \sin(\theta) \cos(\theta) + \tau_{r\theta}(r, \theta) [\cos^2(\theta) - \sin^2(\theta)] \quad (38c)$$

Das einsetzen von σ_{r0} , $\sigma_{\theta0}$, $\tau_{r\theta0}$ aus den Gln. (37) mit $\theta_1 = -\theta_2 = 90^\circ$ in die Gln. (38) liefert:

$$\sigma_{x0} = \tau_{x0} = 0 \quad (39a)$$

$$\sigma_{y0} = \sigma_0 \quad (39b)$$

In kartesischen Koordinaten ist der reguläre Spannungsterm damit konstant.

(2) $\theta_1 - \theta_2 = \pi$

Die Koeffizienten $A_{j0} = \frac{A_j'}{Z}$, $B_{j0} = \frac{B_j'}{Z}$, $C_{j0} = \frac{C_j'}{Z}$, $D_{j0} = \frac{D_j'}{Z}$ werden durch folgende Gleichungen bestimmt [63]:

$$\begin{aligned} Z = & \left\{ \alpha^2 \cos(2\theta_1) [-\sin(2\theta_1)(2\theta_1 - \pi) - 2\cos(2\theta_1) + 2] \right. \\ & + \alpha\beta (\cos(2\theta_1) - 1) [\sin(2\theta_1)(2\theta_1 - \pi) + 2\cos(2\theta_1) - 1] \\ & \left. - \alpha \sin(2\theta_1) \cos(2\theta_1) \pi + \beta \sin(2\theta_1) \pi (\cos(2\theta_1) - 1) \right\} \end{aligned} \quad (40a)$$

$$A_1' = -\frac{1}{2} \bar{q} \cos(2\theta_1) \left\{ \alpha [2(\cos(2\theta_1) - 1) + \sin(2\theta_1)(2\theta_1 - \pi)] + \sin(2\theta_1) \pi \right\} \quad (40b)$$

$$B_1' = -\frac{1}{2} \bar{q} \sin(2\theta_1) \left\{ \alpha [2(\cos(2\theta_1) - 1) + \sin(2\theta_1)(2\theta_1 - \pi)] + \sin(2\theta_1) \pi \right\} \quad (40c)$$

$$C_1' = \frac{1}{2} \bar{q} \left\{ \alpha \left[2(\cos(2\theta_1) - 1) + \sin(2\theta_1)(2\theta_1 - \pi) \right] + \sin(2\theta_1)\pi \right\} \quad (40d)$$

$$D_1' = 0 \quad (40e)$$

$$A_1' = A_2' \quad B_1' = B_2' \quad C_1' = C_2' \quad D_1' = D_2' = 0 \quad (40f)$$

Die einzelnen **Winkelfunktionen** $f_{ij}(\theta)$ sind ebenfalls analytisch bestimmbar [63]. Sie berechnen sich für ein reelles ω aus den Gl.(41):

$$f_r(\theta) = \left\{ A(2+\omega) \sin(\omega\theta) + B(2+\omega) \cos(\omega\theta) - C(2-\omega) \sin[(2-\omega)\theta] - D(2-\omega) \cos[(2-\omega)\theta] \right\} \frac{1}{\{(2-\omega)(B+D)\}} \quad (41a)$$

$$f_\theta(\theta) = \frac{\left\{ A \sin(\omega\theta) + B \cos(\omega\theta) + C \sin[(2-\omega)\theta] + D \cos[(2-\omega)\theta] \right\}}{(B+D)} \quad (41b)$$

$$f_{r\theta}(\theta) = \left\{ A \omega \cos(\omega\theta) + B \omega \sin(\omega\theta) - C(2-\omega) \cos[(2-\omega)\theta] - D(2-\omega) \sin[(2-\omega)\theta] \right\} \frac{1}{\{(2-\omega)(B+D)\}} \quad (41c)$$

Die Koeffizienten A, B, C, D sind auch Funktionen von ω und den Dundurs Parametern α und β . Für die Berechnung der Koeffizienten wird an dieser Stelle auf die ausführliche Darstellung in [63] verwiesen. Die Transformationen der Winkelfunktionen auf kartesische Koordinaten geschieht analog den Gln. (38). Oft wird die Spannungsverteilung entlang des freien Randes zur Bestimmung des K - Faktors herangezogen, wobei gilt $\theta = \pm 90^\circ$. Die Transformationen lauten dann:

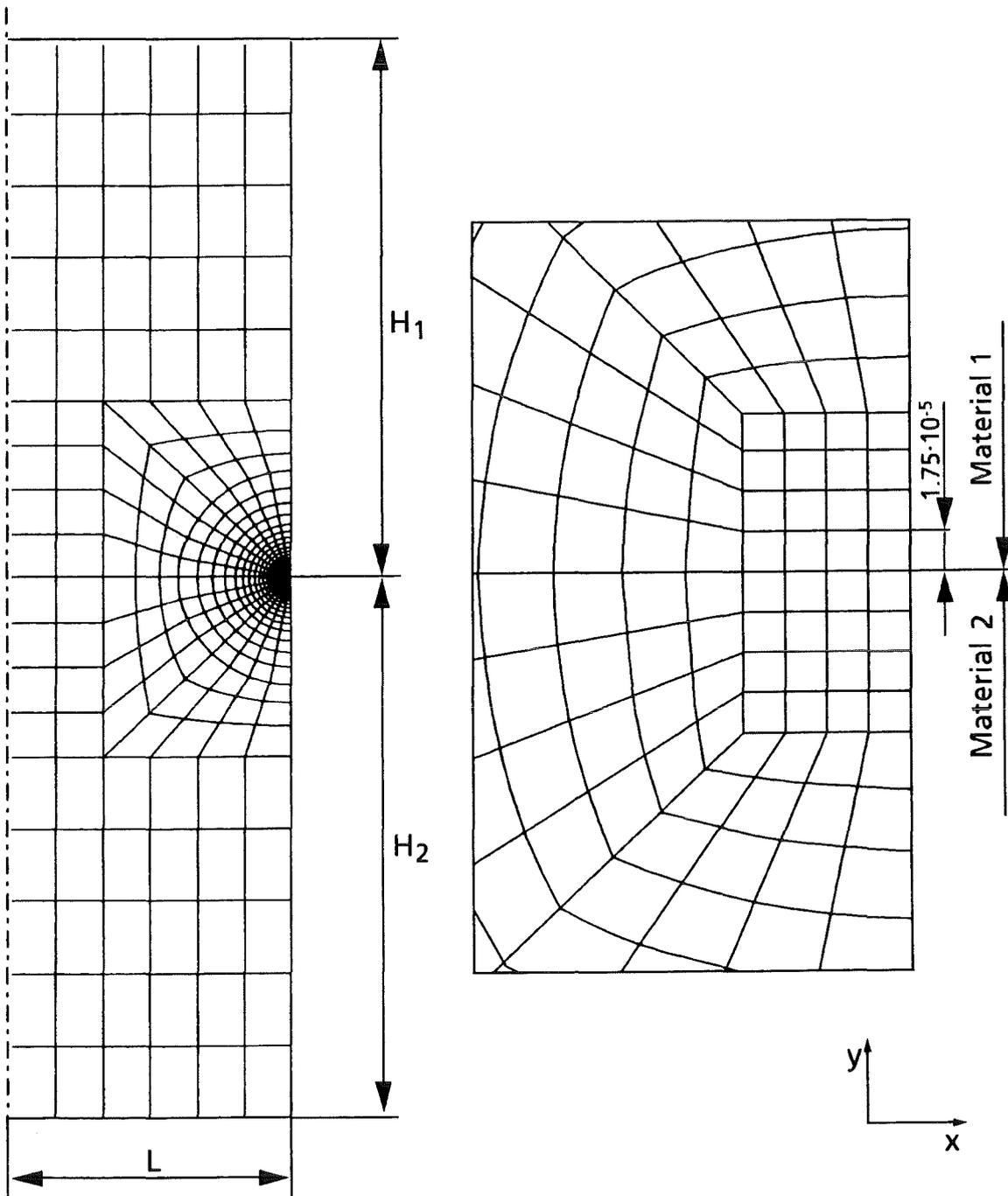
$$\begin{aligned} f_x &= f_\theta = 0 \\ f_y &= f_r \\ f_{xy} &= f_{r\theta} = 0 \end{aligned} \quad (42)$$

Die analytischen Lösungen der Spannungspotenz ω , der regulären Spannungsterme σ_{ij0} und der Winkelfunktionen $f_{ij}(\theta)$ für den ebenen Dehnungszustand gelten in ihrem Gültigkeitsbereich, dem Nahfeld der Singularität, gleichermaßen für den rotationssymmetrischen Verbundkörper [66].

Die aufgezeigten Beispiele in den folgenden Ausführungen sind Ergebnisse eigener Rechnungen.

2.3.1.3 Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors K

Der K - Faktor wird mit einer numerischen Methode berechnet. Hier wird die Finite Element Methode (FEM) angewandt, wobei für die Diskretisierung der FE - Strukturen im singulären Randbereich die Polarnetztechnik verwendet wurde [43]. Die Abbildung 12a zeigt dazu das gesamte FE - Netz eines Zweischichtverbundes mit $H_1 = H_2 = H$ und $H/L = 2$. Aus Symmetriegründen muß nur eine Hälfte des Verbundes dargestellt werden. In Abbildung 12b ist das Polarnetz in der nahen Umgebung des Materialübergangsbereiches am freien Rand vergrößert dargestellt. Für die FE - Rechnungen wurde auch hier das kommerzielle Finite - Elemente - Programm ABAQUS [51] eingesetzt. Direkt am Materialübergang des freien Randes liegt eine gleichmäßige Diskretisierung mit quadratischen Elementen vor. Die kleinste Elementgröße bezogen auf die halbe Länge L des Verbundes beträgt $1.75 \cdot 10^{-5}$ mm. Es wurden ebene, isoparametrische Achtknotenelemente mit quadratischem Verschiebungsansatz für den ebenen Verzerrungszustand verwendet.



a) Gesamtverbund in halber Darstellung.

b) Detail nahe der Singularitätsstelle.

Abbildung 12: Polarnetz für den Zweischichtverbund [67].

Mit dem FE - Programm lassen sich nun die Spannungen an allen Knoten der diskretisierten Struktur berechnen. Durch Umstellen und Logarithmieren der Gl. (31) ergibt sich:

$$\log(\sigma_{ij}(r, \theta) - \sigma_{ij0}(\theta)) = -\omega \log\left(\frac{r}{L}\right) + \log(K f_{ij}(\theta_0)) \quad (43)$$

mit $\theta = \text{konst}$

$$R = L$$

Die mit FEM berechneten Spannungen $\sigma_{ij}^{\text{FE}}(r, \theta)$ werden entlang einer Linie mit $\theta = \text{konst}$ anstelle von $\sigma_{ij}(r, \theta)$ in Gl. (43) eingesetzt. Für den Bereich in dem die Gln. (31) und (43) gelten ergibt sich im $\log(\sigma_{ij} - \sigma_{ij0}) - \log(r/L)$ - Diagramm ein linearer Bereich. Die negative Steigung der Geraden entspricht dem Spannungsexponenten ω . Dieser charakteristische lineare Zusammenhang ergibt sich für jede Spannungskomponente bei allen θ , mit identischer Steigung ω der Geraden.

Auch für $\theta = \pm 90^\circ$ entlang des freien Randes, wo σ_x und τ_{xy} aus Gründen des Kräftegleichgewichtes zu Null werden, ergibt sich für σ_y der lineare Zusammenhang und der zugehörigen Steigung ω . In den Abbildungen 13 und 14 sind diese linearen Zusammenhänge jeweils für die Spannungen σ_y und τ_{xy} entlang der Grenzfläche mit $\theta = 0^\circ$ und für σ_y entlang des freien Randes für $\theta = \pm 90^\circ$ aufgezeigt. Die Materialdaten für diesen rechtwinkligen Zweischichtverbund sind im Anhang A1 unter "ZSEST" aufgeführt.

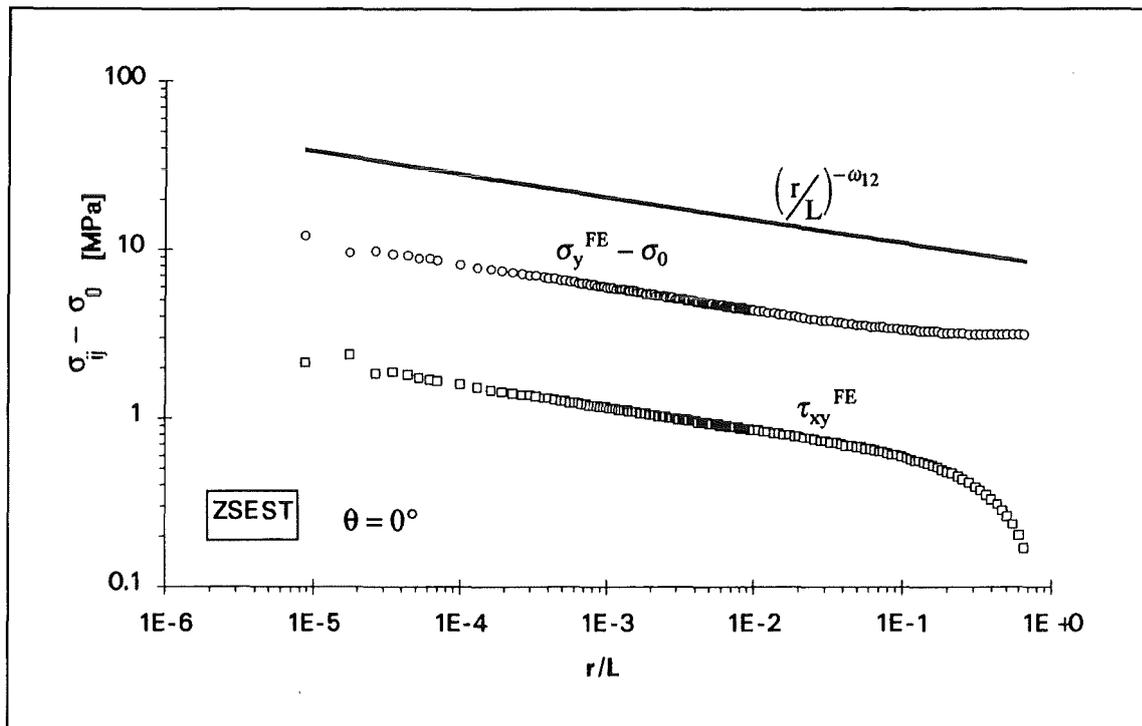


Abbildung 13: Doppelt - logarithmische Auftragung von $\sigma_y - \sigma_0$ und τ_{xy} über r/L entlang der Grenzfläche eines Zweischichtverbundes mit $H_1 = H_2 = H$ und $H/L = 2$ (siehe Anhang A1 "ZSEST").

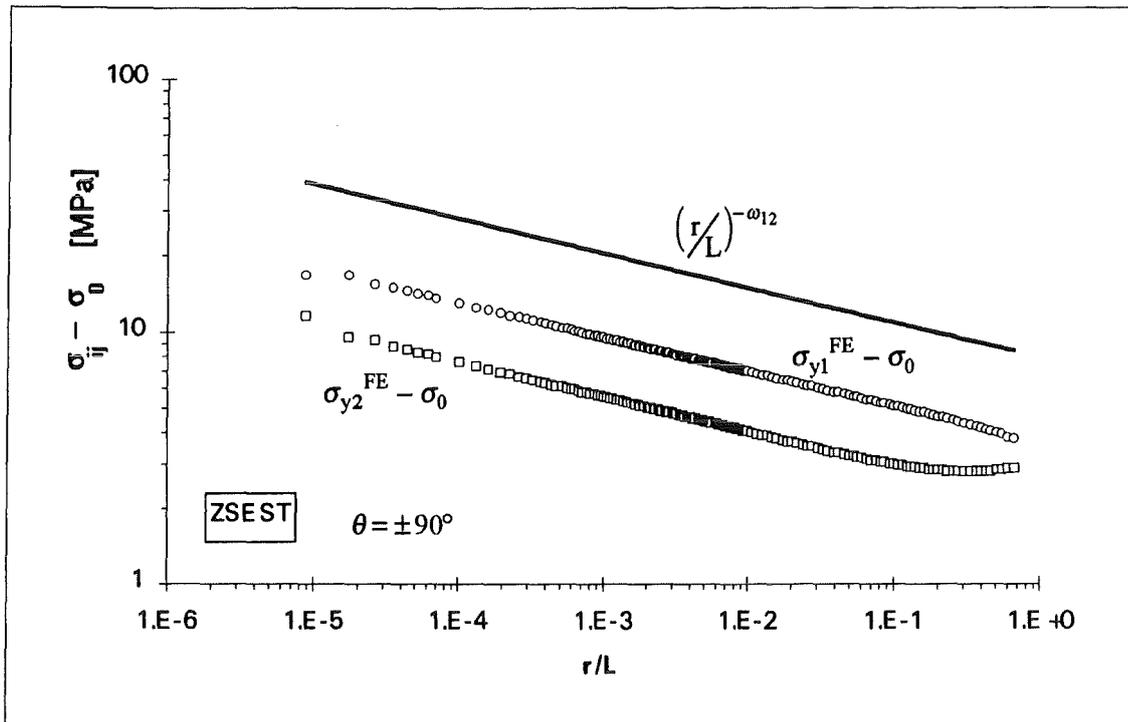


Abbildung 14: Doppelt - logarithmische Auftragung von $\sigma_y - \sigma_0$ über r / L entlang des freien Randes von Material 1 und Material 2 eines Zweischichtverbundes mit $H_1 = H_2 = H$ und $H / L = 2$ (siehe Anhang A1 "ZSEST")

Der K - Faktor kann zum einen aus der Lage der Geraden im $\log (\sigma_{ij} - \sigma_{ij0}) - \log (r / L)$ - Diagramm graphisch bestimmt werden. Eine weitere Möglichkeit besteht darin die Gl. (31) nach K, der einzigen noch unbekanntem Größe aufzulösen. Der K - Faktor berechnet sich dann zu:

$$K = \frac{(\sigma_{ij}^{FE}(r, \theta) - \sigma_{ij0}(\theta))}{f_{ij}(\theta)} \left(\frac{r}{L} \right)^\omega \quad (44)$$

mit $\theta = \text{konst}$

$R = L$

Zu den Knotenspannungen $\sigma_{ij}^{FE}(r, \theta)$ an den einzelnen diskreten Punkten entlang der Linie mit $\theta = \text{konst}$. werden die zugehörigen K - Faktoren K_n berechnet. Der wahre K - Wert entspricht dem Wert, den K_n mehrheitlich im linearen Gültigkeitsbereich von r / L annimmt [67].

Ein Beispiel dieser prinzipiellen Vorgehensweise zur Bestimmung des K - Faktors zeigt Tabelle 4. Dort sind die Knotenspannungen σ_y mit den korrespondierenden normierten Abständen r / L entlang der freien Außenfläche ($\theta = 90^\circ$) eines Zweischichtverbundes dargestellt. Der zugehörige nach Gl. (44) berechnete K_n - Wert ist in Spalte 4 enthalten. Der konstante K - Wert entspricht dann dem auf die Verbundlänge normierten Spannungsintensitätsfaktor.

n - Knoten	r/L	$\sigma_y^{FE}(r, \theta_0)$ $\theta_0 = 90^\circ$ [MPa]	$K_n = \frac{(\sigma_y^{FE} - \sigma_{y0})}{f_y(\theta_0)} \left(\frac{r}{L}\right)^\omega$ $\theta = 90^\circ$ [MPa]
1	7.00E-05	4.76	2.30
2	1.00E-04	4.43	2.32
3	1.31E-04	4.11	2.30
4	1.62E-04	3.93	2.31
5	1.94E-04	3.74	2.30
6	2.27E-04	3.61	2.31
7	2.60E-04	3.47	2.31
8	2.95E-04	3.37	2.31
9	3.29E-04	3.26	2.31
10	3.65E-04	3.18	2.31
11	4.01E-04	3.09	2.31
12	4.39E-04	3.02	2.31
13	4.76E-04	2.95	2.31
14	5.15E-04	2.88	2.31
15	5.55E-04	2.82	2.31

Tabelle 4: Beispiel zur Berechnung des K - Faktors. In der vierten Spalte ist der nach Gl. (44) berechnete K - Faktor angegeben. In diesem Beispiel ist $K = 2.31$ (siehe Anhang "ZSEST").

Für den rotationssymmetrischen Spannungszustand (RSZ) stimmen die analytisch berechenbaren Größen ω , σ_0 , und f_{ij0} mit den Werten für den ebenen Dehnungszustand (EDZ) überein. Die Werte der singulären Spannungen jedoch sind für den EDZ und RSZ verschieden. Der K - Faktor wurde für den Fall RSZ zu $K_{L12} = 2.15$ bestimmt (vgl. Anhang A, "ZSRST").

Die Normierung des Spannungsintensitätsfaktors in Gl. (31) auf eine charakteristische Länge unterstreicht, daß der Zahlenwert des K - Faktors von der gewählten Normierungslänge abhängt. Für die rechtwinkligen Zweischichtverbunde bieten sich als Normierungsgrößen die Längen L und H (vgl. Abbildung 11) an. Die auf L beziehungsweise H normierten K - Faktoren lassen sich durch:

$$K_L = K_{H1} \left(\frac{H_1}{L}\right)^\omega = K_{H2} \left(\frac{H_2}{L}\right)^\omega \quad (45)$$

ineinander umrechnen. Die Indizes L, H_1 und H_2 stehen für die charakteristischen Längen auf die die K - Faktoren normiert wurden. Für Zweischichtverbunde mit $H_1/L > 2$ und $H_2/L > 2$ stellt sich ein konstanter Wert $K_{L\infty}$ ein. Dieser Wert $K_{L\infty}$ lässt sich aus einem Polynom mit dem Spannungsexponenten ω nach Munz und Yang [68] durch

$$-\frac{K_{L\infty}}{\sigma_0} = 1 - 2.89\omega + 11.4\omega^2 - 51.9\omega^3 + 135.7\omega^4 - 135.8\omega^5 \quad (46)$$

für den ebenen Dehnungszustand (EDZ) bestimmen.

2.3.2. Spannungintensitätsfaktoren am Übergang Lot / Keramik im Dreischicht - Verbund verschiedener Randgeometrien

2.3.2.1 Der ($90^\circ / -90^\circ$) - Verbund mit rechtwinkligen Grenzflächen

Die Keramik - Metall - Aktivlotverbindungen werden idealisiert als Dreischichtverbunde behandelt, wobei die Keramik, das Metall und das Lot im Verbund als homogene Materialien nebeneinander vorliegen. Eine schematische Darstellung der Geometrie eines rechtwinkligen Dreischichtverbundes mit den Höhen H_i der einzelnen Verbundpartner und die zugehörige Bezeichnung der Materialien sind der Abbildung 15 zu entnehmen. Beim Dreischichtverbund können die Spannungen an beiden Materialübergängen des freien Randbereiches, in den Punkten A und B singularär werden.

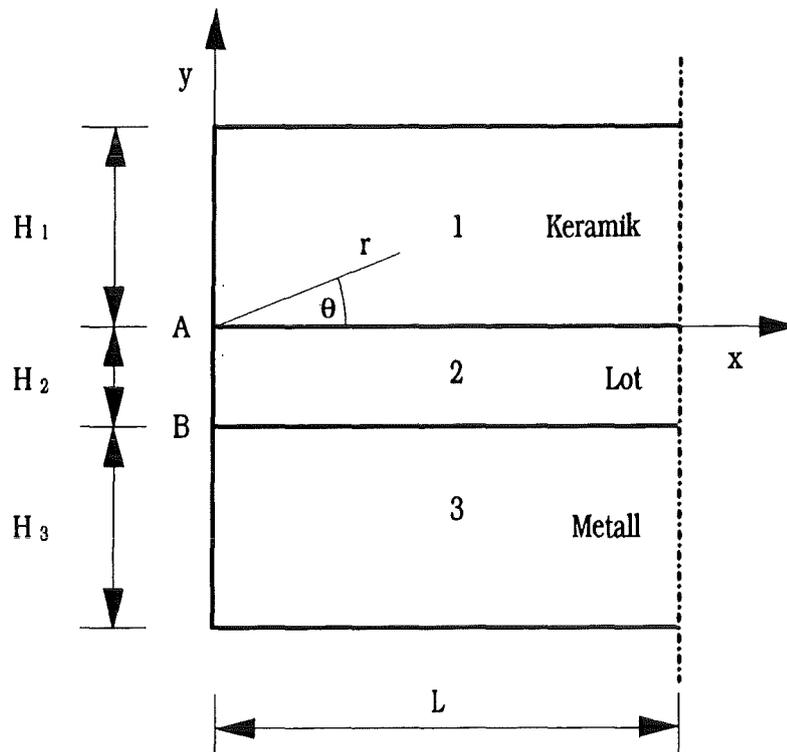


Abbildung 15: Geometrie eines rechtwinkligen Dreischichtverbundes.

In der Praxis initiiert das durch thermische Eigenspannungen hervorgerufene Versagen am Materialübergang Keramik / Lot des freien Randes (siehe Kapitel 4). Die singularären Eigenspannungen an der Stelle A (vgl. Abbildung 15) haben einen merklichen Einfluß auf die erreichbaren Festigkeiten des Verbundes. Die Spannungen direkt am Materialübergang Lot / Metall des freien Randbereiches (Stelle B) hingegen sind für das reale Verhalten des Verbundes weniger von Bedeutung, da die Schädigung eines Keramik - Metall - Verbundes sich in der Regel in der Keramik oder auch in der Grenzfläche ereignet.

Bei sehr dünnen Lotschichten, wie sie real bei gelöteten Keramik - Metall - Verbindungen vorliegen, hat das Metall jedoch einen maßgeblichen Einfluß auf die Höhe der Eigenspannungen am Materialübergang Keramik / Lot. Die Spannungen nahe der Singularitätsstelle A, am Materialübergang 1 - 2, werden allein durch die Singularitätspotenz ω_{12} bestimmt. In Abhängigkeit von der Lotschichtdicke werden dann in einem Abstand r^* zur singularären Stelle, die Eigenspannungen von der Singularitätspotenz ω_{13} bestimmt, die sich durch den Wegfall der Lotschicht ergeben würden.

An zwei in der Praxis untersuchten Dreischichtverbunden, dem Al_2O_3 - AgCuTi - Ck45 - und dem Al_2O_3 - AgCuTi - Ni42 - Verbund, werden die Zusammenhänge nochmals verdeutlicht.

In Abbildung 16 ist das FE - Netz des Dreischichtverbundes in der Nähe der Materialübergänge im freien Randbereich dargestellt. Auch hier wurde die Polarnetztechnik angewandt um eine ausreichend hohe Auflösung im Bereich der singulären Stellen A und B zu gewährleisten.

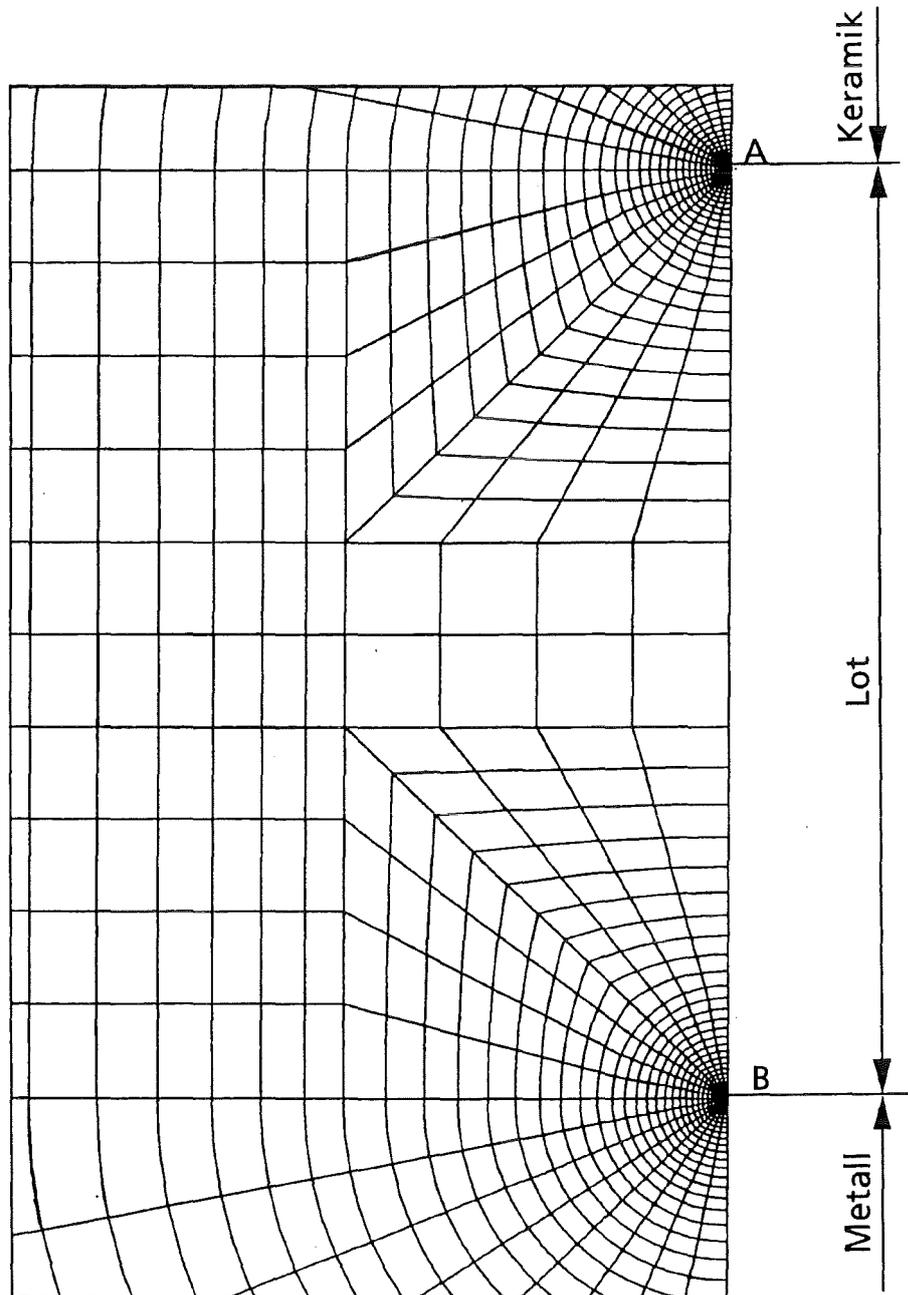


Abbildung 16: FE - Netz eines rechtwinkligen Dreischichtverbundes im Bereich der Materialübergänge des freien Randes, nahe der Stellen A und B [67].

Die Voraussetzungen für die drei Materialien zur Berechnung der Eigenspannungen mit der FEM sind identisch mit den Vereinbarungen, wie sie für den Zweischichtverbund formuliert wurden (vgl. Kapitel 2.3.1.1). Die Geometrie mit $H_1/L = H_3/L = 10.0$ und $H_2/L = 0.025$ wurde den Abmessungen der realen Verbundproben entsprechend angepaßt. Es wurde zunächst mit dem ebenen Dehnungszustand (EDZ) gerechnet.

Für die Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors wurde die Spannung σ_y entlang des freien Randes von Material 1 (hier: Keramik) verwendet. Die zugehörigen Materialkombinationen und analytisch berechneten Größen sind im Anhang A1 unter "DSEST,Ck" beziehungsweise unter "DSEST,Ni" enthalten. Die mit der FEM berechneten Spannungen erhalten die Indizierung σ_{ij}^{FE} .

Der Einfluß des Übergangs 1 - 3 für sehr dünne Lotschichten wird sowohl im $\log(\sigma_{ij} - \sigma_{ij0}) - \log(r/L)$ - Diagramm wie auch im $\sigma_{ij} - \log(r/L)$ - Diagramm deutlich. Im doppelt logarithmischen Diagramm ergeben sich im Gegensatz zu den Zweischichtverbunden entlang einer beliebigen Linie mit $\theta = \text{konst.}$ zwei lineare Bereiche mit unterschiedlicher Steigung (vgl. Abbildung 17).

Die Steigung nahe der Singularitätsstelle beträgt $-\omega_{12}$ und geht dann in $-\omega_{13}$ über. Um bei den Spannungen σ_y diese zwei linearen Bereiche zu erkennen, muß einmal σ_{012} beziehungsweise σ_{013} abgezogen werden.

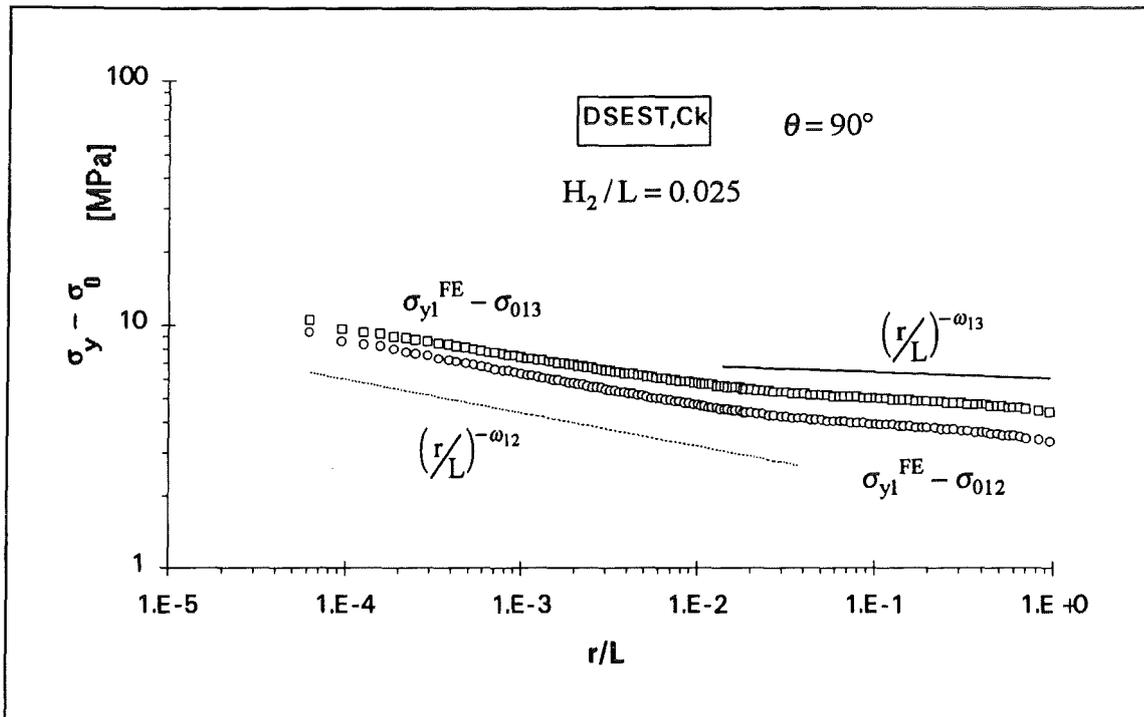


Abbildung 17: $\log(\sigma_y - \sigma_0) - \log(r/L)$ - Diagramm für die Materialkomb. "DSEST,Ck". Spannungen entlang des freien Randes von Material 1 ($\circ \sigma_{y1} - \sigma_{012}$, $\square \sigma_{y1} - \sigma_{013}$) und die Geraden mit den negativen Steigungen $\omega_{12} = 0.1363$ (---) und $\omega_{13} = 0.0266$ (—).

Die Spannungen in unmittelbarer Umgebung des Materialübergangs 1 - 2 (Stelle A) werden durch die Singularitätspotenz ω_{12} bestimmt, so daß auch der K - Faktor aus diesem Bereich zu ermitteln ist.

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_{L12} f_{ij12}(\theta)}{(r/L)^{\omega_{12}}} + \sigma_{ij012} \quad (47)$$

In einem größeren Abstand zur Singularitätsstelle können die Eigenspannungen durch die Singularitätspotenz ω_{13} und mit $K_{L13\infty}$ beschrieben werden.

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_{L13\infty} f_{ij13}(\theta)}{(r/L)^{\omega_{13}}} + \sigma_{ij013} \quad (48)$$

Aus dem $\log(\sigma_{ij} - \sigma_{ij0}) - \log(r/L)$ - Diagramm kann der Abstand r/L , ab dem die Steigung in $-\omega_{13}$ übergeht, nur sehr ungenau bestimmt werden. In Abbildung 18 sind die Spannungen σ_y^{FE} und die nach den Gln. (47) und (48) analytisch berechenbaren Spannungsverläufe für die Übergänge 1 - 2 beziehungsweise 1 - 3 über $\log(r/L)$ aufgetragen. Die analytischen Spannungen des Überganges 1 - 2 (durchgezogene Linie) basieren auf dem aus den FE - Rechnungen bestimmten K - Faktor. Für den analytischen Spannungsverlauf des Überganges 1 - 3 (gestrichelte Linie) hingegen wurde der K - Faktor $K_{L13\infty}$ nach Gl. (46) berechnet. In einer Entfernung von $r^*/L = 1.9E-2$ schneiden sich die analytischen Spannungsverläufe für die Übergänge 1 - 2 beziehungsweise 1 - 3.

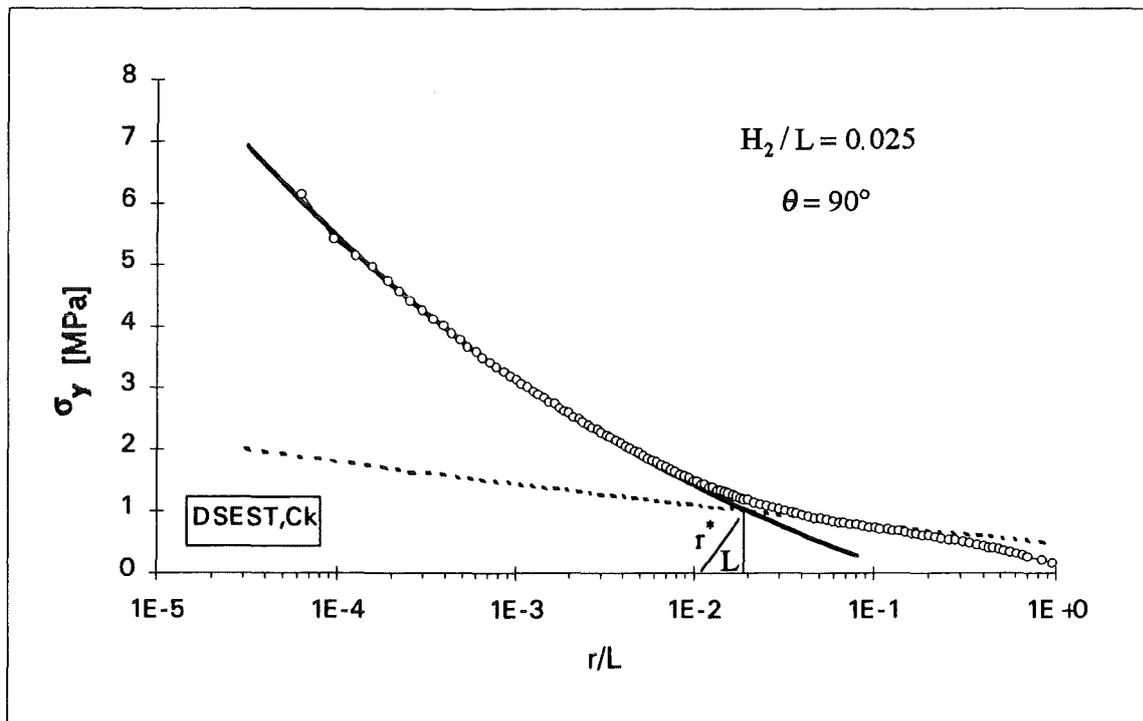


Abbildung 18: σ_y^{FE} - Verlauf (o) entlang des freien Randes von Material 1 für die Materialkombination "DSEST,Ck", sowie die analytischen Spannungen für den Übergang 1 - 2 (—) und den Übergang ohne Lot 1 - 3 (----).

Die K - Faktoren und die analytisch berechenbaren Größen sind für die beiden Dreischichtverbunde im Anhang A1 aufgeführt.

2.3.2.2 Der ($-45^\circ / 135^\circ$) - Verbund

Die schematische Darstellung in Abbildung 19 zeigt den Dreischichtverbund mit den Randwinkeln $\theta_1 = -45^\circ$ und $\theta_2 = 135^\circ$ (d.h. $\theta_2 - \theta_1 = \pi$) am Materialübergang 1 - 2 (Keramik / Lot). Diese Geometrie an den Stellen A und B ist mit der geometrischen Ausbildung des Materialüberganges im freien Randbereich der kegelig angefasten Verbundprobe identisch (vgl. Kapitel 3.2.2.2). Zur Bestimmung der Spannungsverteilung an der versagensgefährdeten Stelle A und zur Berechnung des K - Faktors wurde ebenfalls die Polarnetztechnik eingesetzt. Es wurde ausschließlich rotations-symmetrisch gerechnet, um die FE - Rechnungen an die experimentell untersuchten zylindrischen Verbundproben anzulehnen.

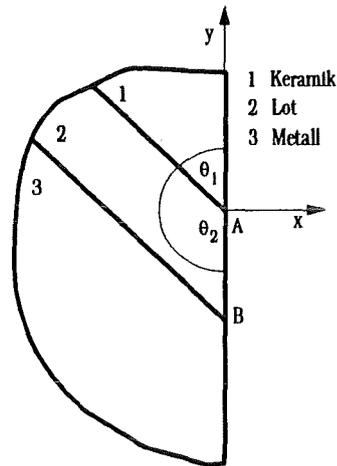


Abbildung 19: Der Dreischichtverbund mit den Randwinkeln $\theta_1 = -45^\circ$ und $\theta_2 = 135^\circ$ am Materialübergang 1 - 2 (Keramik / Lot).

Der Spannungsexponent ω und die Winkelfunktionen $f_{ij}(\theta)$ lassen sich ebenfalls analytisch bestimmen [63]. Die Koeffizienten der regulären Spannungsterme bestimmen sich für diesen Sonderfall ($\theta_2 - \theta_1 = \pi$) aus den Gln. (40). Zur Bestimmung des K - Faktors am Übergang Keramik / Lot wurden die Normalspannungen σ_y^{FE} entlang des freien Randes der Keramik verwendet. Der K - Faktor wurde dann zur Kontrolle auch aus den Normalspannungen σ_y^{FE} entlang des freien Randes des angrenzenden Lotes berechnet. Die Ergebnisse sind im Anhang A2 aufgeführt.

Die Abbildung 20 zeigt im $\log(\sigma_{ij} - \sigma_{ij0}) - \log(r/L)$ - Diagramm die linearen Bereiche der Spannungen entlang des freien Randes von Material 1 (Keramik) für $\theta_1 = -45^\circ$ und entlang des freien Randes von Material 2 (Lot) für $\theta_2 = 135^\circ$, sowie die Gerade mit der negativen Steigung ω_{12} .

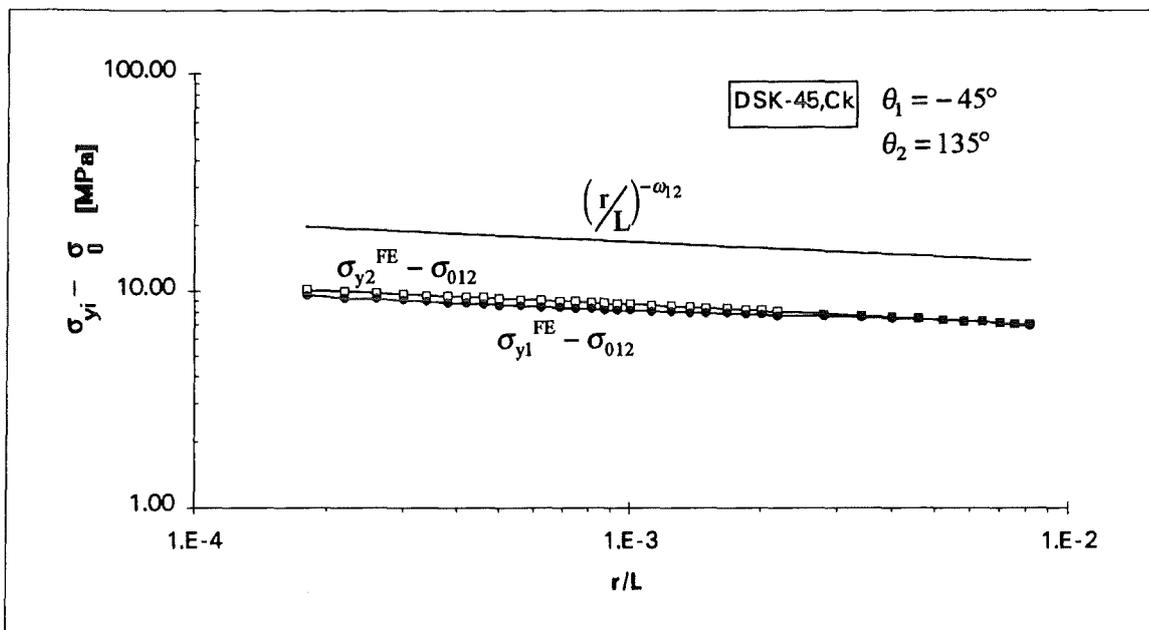


Abbildung 20: $\log(\sigma_y - \sigma_0) - \log(r/L)$ - Diagramm für die Materialkombi. "DSK -45,Ck". Spannungen entlang des freien Randes von Material 1 ($\bullet \sigma_{y1} - \sigma_{012}$) und Material 2 ($\square \sigma_{y2} - \sigma_{012}$) und die Gerade mit der negativen Steigung $\omega_{12} = 0.09437$ (—).

2.3.2.3 Der (135° / -45°) - Verbund

Beim Dreischichtverbund in Abbildung 21 haben die Verbundpartner Keramik und Metall gegenüber dem im vorausgehenden Abschnitt 2.3.2.1 behandelten Verbund ihre Plätze getauscht. Die Bezeichnung (135° / -45°) - Verbund entspricht dem Winkelverhältnis am Übergang Keramik / Lot des freien Randes dieser Verbundgeometrie.

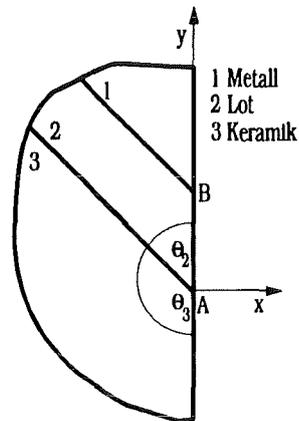


Abbildung 21: Der Dreischichtverbund mit den Randwinkeln $\theta_2 = -45^\circ$ und $\theta_3 = 135^\circ$ am Materialübergang 2 - 3 (Lot / Keramik).

Die K - Faktoren am Materialübergang 2 - 3 (Lot / Keramik) der beiden Dreischichtverbunde, sowie für den reinen Zweischichtverbund (Lot / Keramik), sind in Anhang A2 aufgeführt. Die Abbildung 22 zeigt im $\log(\sigma_{ij} - \sigma_{ij0}) - \log(r/L)$ - Diagramm die linearen Bereiche der Spannungen entlang des freien Randes von Material 2 (Lot) für $\theta_2 = -45^\circ$ und entlang des freien Randes von Material 3 (Keramik) für $\theta_3 = 135^\circ$, sowie die Gerade mit der negativen Steigung ω_{23} .

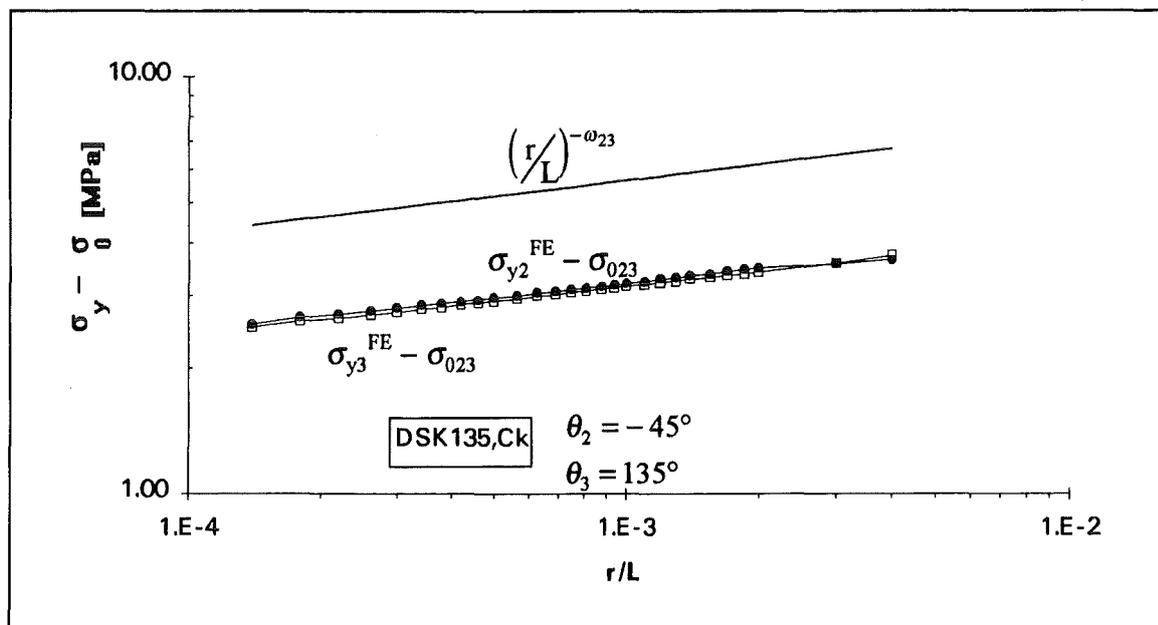


Abbildung 22: $\log(\sigma_y - \sigma_0) - \log(r/L)$ - Diagramm für die Materialkomb. "DSK135,Ck". Spannungen entlang des freien Randes von Material 2 ($\bullet \sigma_{y2} - \sigma_{023}$) und Material 3 ($\square \sigma_{y3} - \sigma_{023}$) und die Gerade mit der negativen Steigung $\omega_{23} = -0.1254$ (—).

Prinzipiell kann nun für den Fall rein linear elastischen Materialverhaltens und für ebene Probleme der mehrachsige Eigenspannungszustand am freien Rand der singulären Materialübergänge mit dem Konzept des K - Faktors beschrieben werden. Für das reale Verhalten besonders interessant sind dabei die singulären Eigenspannungen am freien Materialübergang Keramik / Lot.

Die für die verschiedenen Randgeometrien bestimmten K - Faktoren haben für sich allein keinen eindeutigen Aussagewert hinsichtlich einer geeigneten Dimensionierungskenngröße, wie sie im Gegensatz dazu für den homogenen Werkstoff verwendet wird. Die K - Faktoren müssen zusammen mit den analytisch bestimmbar Größen, dem Spannungsexponenten ω , den Winkelfunktionen $f_{ij}(\theta)$ und dem regulären Spannungsterm σ_{ij0} in eine noch zu entwickelnde Dimensionierungsgleichung eingesetzt werden. Verbunden mit diesem Ziel ist die Anpassung bestehender Ansätze beziehungsweise die Entwicklung neuer Ansätze zur Beschreibung der singulären Spannungen an den freien Materialübergängen bei plastischem Materialverhalten von Lot und Metall.

3. Keramik - Metall - Aktivlötverbunde

3.1. Verbundmaterialien

3.1.1. Metallegierungen

Die metallischen Fügepartner waren der Vergütungsstahl mit der deutschen Kurzbezeichnung Ck45 (W. - Nr. 1.1191) [54, 69] und die Eisen - Nickel - Legierung Ni42 (W. - Nr. 1.3917) [70, 71]. Die chemische Zusammensetzung der beiden Metallegierungen ist der Tabelle 5 zu entnehmen.

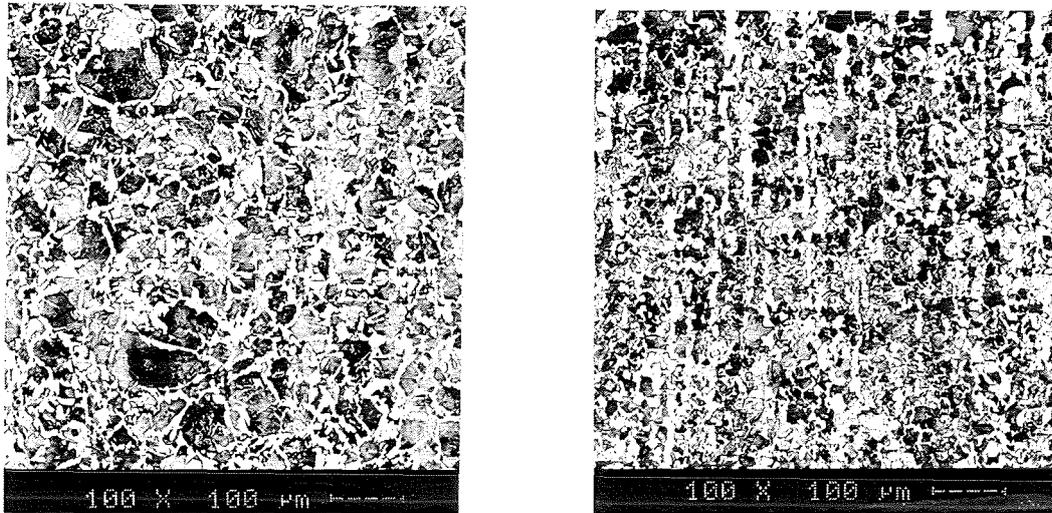
Kurzname	Werkstoff- Nummer	Massenanteile in %						
		C	Ni	Si	Mn	P	S	Fe
Ck45	1.1191	0.45	---	0.26	0.6	0.009	0.022	Rest
Ni42	1.3917	0.02	42	0.15	0.8	---	---	Rest

Tabelle 5: Chemische Analyse der metallischen Fügepartner.

Der Vergütungsstahl Ck45 wurde als gewalztes Rundmaterial im Durchmesser $\varnothing = 15$ mm und 1000 mm lang bezogen. Der Anlieferungszustand entsprach einer unbehandelten Qualität. Dies bedeutet, daß das gewalzte Halbzeug keiner weiteren Wärmebehandlung unterzogen wurde. Beim Aktivlöten jedoch wurde der Ck45 normalgeglüht. Bedingt durch die Prozeßführung beim Löten (vgl. Kapitel 3.3), das langsame Aufheizen ($+5^{\circ}\text{C} / \text{min}$) bis zur Löttemperatur $T_{\text{Löt}} = 920^{\circ}\text{C}$ und durch das anschließende langsame Abkühlen ($-5^{\circ}\text{C} / \text{min}$), sind die Voraussetzungen zum Normalglühen gegeben. Beim Aufheizen wandelt die krz α - Phase bei Temperaturen $T > 910^{\circ}\text{C}$ vollständig in die krz γ - Phase um. Beim Abkühlen kommt es zu einer vollständigen Rückumwandlung, wobei die krz α - Phase ein geringeres Volumen einnimmt, als die krz γ - Phase, und fördert damit das Entstehen hoher Eigenspannungen im Keramik - Metall - Verbund. Beim Stahl Ck45 sind für das Normalglühen eine gleichmäßige und homogene Erwärmung lediglich bis zu Temperaturen von $840 - 870^{\circ}\text{C}$ erforderlich [72].

Die Abbildung 23a zeigt dazu einen Querschliff des Vergütungsstahls Ck45 im Anlieferungszustand. Deutlich zu erkennen ist die Walztextur in der zeitigen Orientierung des Gefüges. Der Querschliff in Abbildung 23b zeigt das normalisierte Gefüge des Vergütungsstahls, wie es nach dem Lötprozeß vorliegt. Die mit der Normalisierung einhergehende Kornfeinung ist klar zu erkennen.

Das Einsatzgebiet des Vergütungsstahls Ck45 sind Bauteile mit geringer Festigkeit und teilweise vergüteten Querschnitten, wie Achsen und Wellen im Automobilbau, Schrauben, Preß- und Stanzteile [69]. Die Betriebstemperaturen sollten 400°C nicht übersteigen. Ferner ist der Ck45 nicht korrosionsbeständig. Das breite Anwendungsfeld dieses Stahles, z.B. in der Automobiltechnik, war ausschlaggebend dafür, seine Eignung als kostengünstiges Trägermaterial für Keramik - Metall - Aktivlötverbunde zu untersuchen. Die elastischen Materialeigenschaften und das lineare Wärmeausdehnungsverhalten des Ck45 stehen repräsentativ für die meisten Stahlsorten (vgl. Tabelle 3, Kapitel 2.2).



a) im Anlieferungszustand.

b) normalisierter Zustand nach dem Löten.

Abbildung 23: Gefügebilder im Querschliff für den Vergütungsstahl Ck45.

Die Knetlegierung Ni42 hat besondere Eigenschaften hinsichtlich des Wärmeausdehnungsverhalten, das dem der hier verwendeten Al_2O_3 - Keramik vor allem bei Temperaturen $T \geq 400^\circ\text{C}$ sehr ähnlich ist (vgl. Kapitel 3.1.4.). Bei der Curietemperatur $T_c \sim 355^\circ\text{C}$ - für $T > T_c$ verliert das Material seine ferromagnetische Eigenschaften - steigt der lineare Ausdehnungskoeffizient sprunghaft an. Für $T < T_c$ ist der lineare Ausdehnungskoeffizient mit $\alpha \sim 5,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ nahezu konstant (vgl. Tabelle 8, Kapitel 3.1.4). Die Hauptanwendung für diese Eisen - Nickel - Legierung sind Glas - Metall - Verbindungen, wofür die linearen Ausdehnungskoeffizienten aufeinander abgestimmt wurden, so daß kritische Spannungszustände im Glas vermieden werden.

Die gleiche Absicht begründet auch hier den Einsatz des Ni42. Das Ni42 wurde als Stangenmaterial rund mit einem Durchmesser $\varnothing = 13 \text{ mm}$ und 900 mm Länge bezogen. Es handelt sich dabei um eine weichgeglühte, im Vakuum erschmolzene Qualität. Metallographische Untersuchungen bestätigten, daß die Temperaturbehandlung beim Löten die Gefügeeigenschaften des Ni42 praktisch nicht verändern. Dies entspricht den Aussagen in [70], wonach Veränderungen im Gefüge von Knetlegierungen, die mit drastischen Veränderungen der mechanischen Eigenschaften verbunden sind, vorwiegend nach Kalt- bzw. Warmumformvorgängen, weniger nach einer Wärmebehandlung zu erwarten sind. Die Betriebstemperaturen für den Ni42 liegen im allgemeinen unter der Curietemperatur $T_c \sim 355^\circ\text{C}$. Ferner setzt die geringe Zunderbeständigkeit bei Temperaturen $T > 500^\circ\text{C}$ eine Grenze der Anwendung.

3.1.2. Aktivlot

Zum Verbinden der Keramik- und Metallformteilkörper wurde hier das Aktivlöten (vgl. Kapitel 2.1.2. und Kapitel 3.3) angewandt. Verschiedene kommerziell erhältliche Aktivlot-systeme wurden anfänglich ausprobiert. Die Ag - Cu - Basislote unterschieden sich in den Gewichtsanteilen der Elemente Ag und Cu, und im Anteil des Reaktivmetalles Ti.

Alle im folgenden näher untersuchten Keramik - Metall - Aktivlotverbunde wurden mit dem Aktivlot CB4 [55], ein Ag - Cu - Basislot, gelötet. Die chemische Zusammensetzung, sowie der Schmelzbereich und der empfohlene Temperaturbereich zum Löten für die eutektische Zusammensetzung (Ag / Cu - 72 / 28) sind aus Tabelle 6 zu entnehmen.

Lotlegierung	Zusammensetzung (Gew.-%)	Schmelzbereich (C°)	Löttemperatur (°C)
Ag - Cu - Ti	70.5 / 26.5 / 3	780 - 805	850 - 950

Tabelle 6: Zusammensetzung des Aktivlotes CB 4 und seine technischen Daten.

Die Abbildung 24 zeigt einen Querschliff des Aktivlotes.

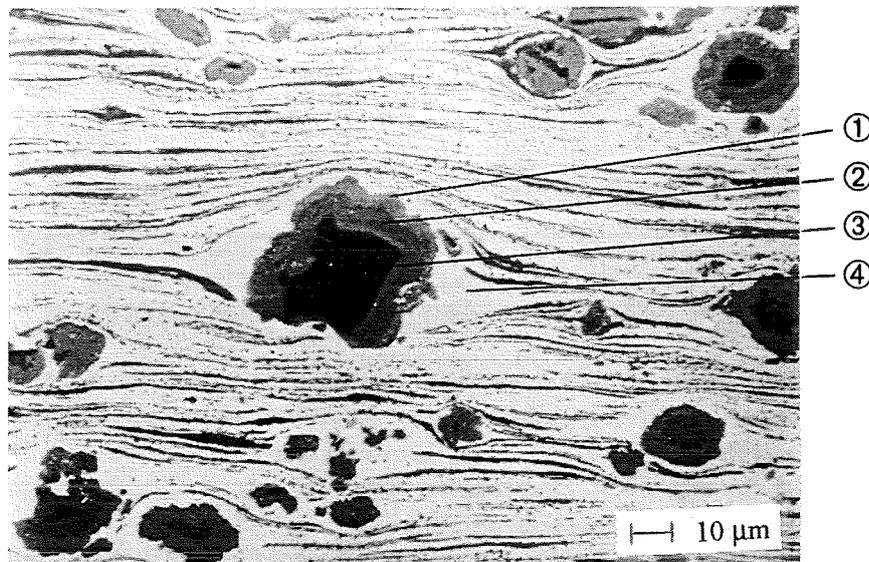


Abbildung 24: Aktivlot (AgCuTi - Lot) im Querschliff.
(Analyse siehe Tabelle 7)

Mit der Energiedispersiven Röntgenanalyse (EDX) wurde an ausgewählten Analysepunkten (vgl. Abbildung 24) die Zusammensetzung bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 7 aufgeführt.

Analyse Nr.	Ag	Cu	Ti
1	16.8	63.3	19.9
2	15,2	48.0	36.8
3	4.3	49.2	46.5
4	70.6	28.1	1.3

Tabelle 7: EDX - Analyse des Aktivlotes CB4.

In Abbildung 24 ist deutlich die ungleichmäßige Verteilung der Cu - Ti - Phasen (Analysen 1, 2, 3), sowie deren unterschiedliche Größenverteilung zu erkennen, die in das duktile Ag - Cu - Eutektikum (Analyse 4) eingebunden sind. Je dunkler die Flecken beziehungsweise die Bereiche mit Cu - Ti - Phasen sind, umso höher ist der Gewichtsanteil des Ti. Die gegenüber den dunklen Cu - Ti - Körnern hell erscheinende Ag - Matrix weist eine bestimmte Vorzugsrichtung (Walztextur) auf. Die Ag - Phase umgibt das dunklere Cu - Ti - Korn stromlinienförmig.

3.1.3. Keramik

Bei dem keramischen Fügepartner zum Vergütungsstahl Ck45 beziehungsweise zur Eisen - Nickel - Legierung Ni42 handelt es sich um Al_2O_3 - Keramik mit dem Handelsnamen AL23 [73]. Die AL23 ist eine dicht gesinterte, einphasige Keramik ($99,5\% < \text{Al}_2\text{O}_3 < 99,7\%$) mit einer mittleren Korngröße von $16 \mu\text{m}$ [73, 74]. Diese Al_2O_3 - Keramik wurde als Halbzeug im Form von zylindrischen Barren mit einem Durchmesser $\varnothing = 10 \text{ mm}$ und einer Länge von 100 mm vom Hersteller bezogen. Die Keramikkörper wurden entsprechend der gewünschten Geometrie (siehe Kapitel 3.2.) durch mechanisches Schleifen weiterbearbeitet. Die mechanischen Materialkenndaten sind der Tabelle 8 zu entnehmen.

3.1.4. Mechanische Materialkennwerte

Die temperaturabhängigen, elastischen Materialdaten der hier eingesetzten Verbundmaterialien sind in Tabelle 8 enthalten. Für den Vergütungsstahl Ck45 sind die entsprechenden Daten der Tabelle 3 in Kapitel 2.2. zu entnehmen.

Materialien	T (°C)	E - Modul ($\times 10^5 \text{ MPa}$)	α ($\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$)	Streckgrenze $R_{p,0.2} \text{ (MPa)}$	Poissonzahl ν
Eisen - Nickel - Legierung Ni42 (W. - Nr. 1.3917) [70]	20	1.50	5.6	240	0.3
	200	1.50	5.4	190	0.3
	300	1.50	5.4	140	0.3
	400	1.40	6.2	110	0.3
	500	1.20	8.1	90	0.3
	600	1.10	9.5	80	0.3
Aktivlot AgCuTi 70.5/26.5/3 [55]	20	0.72	18.95	230	0.3
	200	0.72	18.95	170	0.3
	300	0.72	18.95	135	0.3
	400	0.72	18.95	98	0.3
	500	0.72	18.95	60	0.3
	600	0.72	18.95	25	0.3
Keramik Al_2O_3 (AL23) [73]	20				
	- 1000	3.5	8.1	-----	0.23

Tabelle 8: Elastische Materialeigenschaften für Ni42, Al_2O_3 und Aktivlot.

3.2. Werkstoffverbundgeometrien

3.2.1. Rechteckige Verbundproben

Die ersten Voruntersuchungen wurden an Verbundproben mit rechteckigem Fügequerschnitt durchgeführt. Dazu wurden die Formkörper, die Al_2O_3 -Keramik und der Vergütungsstahl Ck45, mit ihren planen Flächen der Abmessungen $10 \times 11 \text{ mm}^2$ stumpf aufeinandergelötet. Das Aktivlot wurde als Folienlot $10 \times 11 \text{ mm}^2$ in der Stärke $0,1 \text{ mm}$ zwischen die zu fügenden Formkörper eingelegt.

Nach dem Herstellungsprozeß war für diese Keramik - Metall - Verbundprobe grundsätzlich das in Abbildung 25 dargestellte Versagen aufgetreten.

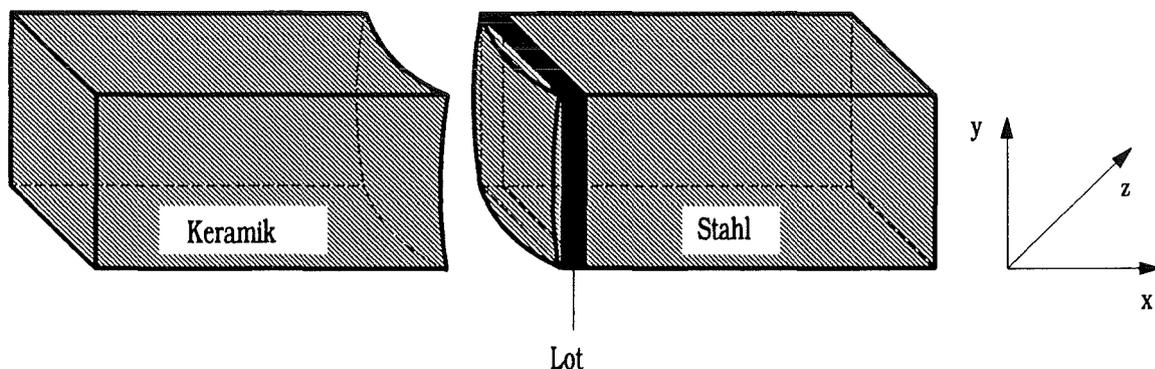


Abbildung 25: Eigenspannungsversagen einer Ck45 - Al_2O_3 - Stumpflötverbundprobe.

Das Versagen breitete sich ausgehend von den freien Ecken am Materialübergang Lot / Keramik, weiter in das Innere der Keramik hinein aus. Im Inneren verblieb ein kleiner tragender Querschnitt, der zu einer geringen Restfestigkeit führte. An den freien Ecken am Materialübergang Lot / Keramik, den sogenannten singulären Stellen, treten Zugspannungsüberhöhungen auf. Diese übersteigen die Grundfestigkeit der Keramik, und führen daher zum Bruch in der Keramik.

Die ersten theoretischen und numerischen Untersuchungen von Iancu [43] hatten gezeigt, daß lokal kritische Eigenspannungszustände in der Umgebung von singulären Stellen, allein durch eine Veränderung der lokalen Randgeometrie reduziert oder gar vermieden werden können. Die Absicht war nun mit gezielten geometrischen Veränderungen im Fügequerschnitt und der lokalen Randgeometrie, die Zugspannungsüberhöhungen in der Keramik in nächster Umgebung zum Materialübergang Lot / Keramik zu vermindern.

Die Schräglötverbundprobe in Abbildung 26 wurde für verschiedene Randwinkelkombinationen (vgl. Tabelle 9) mit $|\theta_{\text{Lot}} - \theta_{\text{Ker}}| = 180^\circ$, beziehungsweise $|\theta_{\text{Met}} - \theta_{\text{Lot}}| = 180^\circ$ mit Hilfe der Finite - Elemente - Methode (FEM) untersucht.

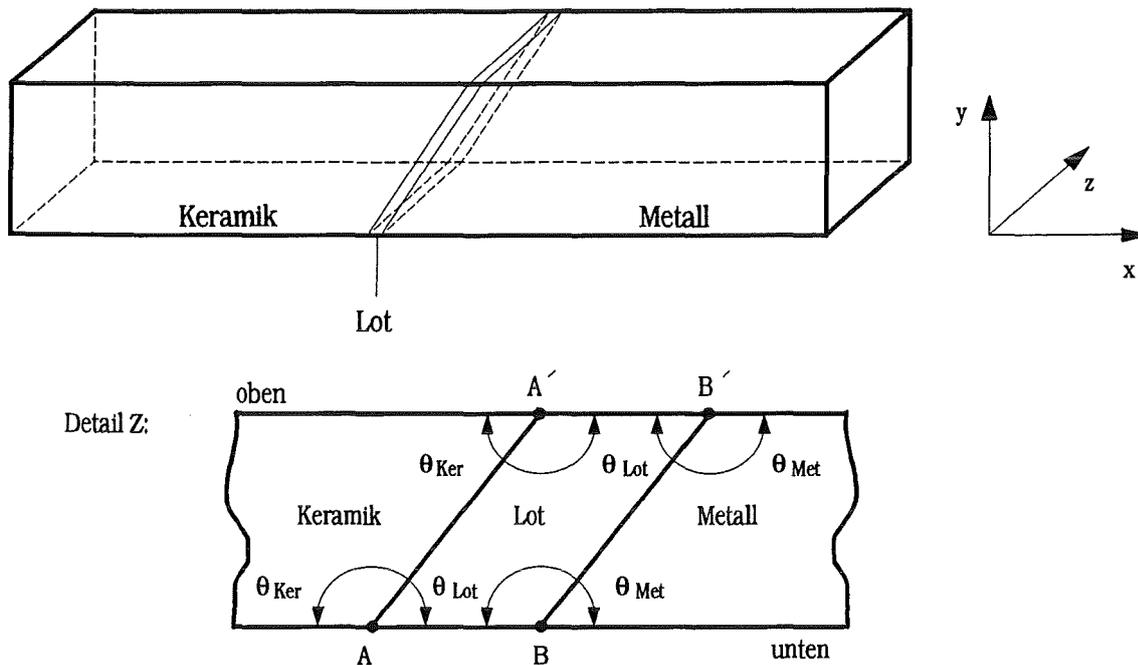


Abbildung 26: Schräglötverbundprobe (schematisch).

Schrägverbundprobe	freier Rand	$\theta_{\text{Lot}} / \theta_{\text{Ker}} (^{\circ})$	$\theta_{\text{Met}} / \theta_{\text{Lot}} (^{\circ})$
1	oben	A': 150 / -30	B': 150 / -30
	unten	A: -30 / 150	B: -30 / 150
2	oben	A': 135 / -45	B': 135 / -45
	unten	A: -45 / 135	B: -45 / 135
3	oben	A': 120 / -60	B': 120 / -60
	unten	A: -60 / 120	B: -60 / 120

Tabelle 9: Schrägverbundproben und ihre Randwinkelgeometrien.

(siehe dazu Detail Z: der Abbildung 26)

Für die FEM - Rechnungen wurden dazu 2 - dimensionale Strukturen erstellt, wobei mit isoparametrischen 8 - Knoten - Elementen im EDZ gerechnet wurde [75]. Für die rein elastischen FE - Rechnungen wurde mit den elastischen Materialdaten aus den Tabellen 3 und 8 gerechnet, sowie die Spannungsverteilung auf die Abkühlung $\Delta T = -1 \text{ K}$ normiert.

In Abbildung 27 ist die Normalspannungsverteilung σ_{xx} entlang des oberen freien Randes im Schräglötverbund Ck45 - Aktivlot - Al_2O_3 mit $\theta_{\text{Ker}} = -45^{\circ}$, $\theta_{\text{Met}} = 135^{\circ}$, aufgetragen. In der Keramik werden mit Annäherung zur Grenzfläche Lot / Keramik maximale Druckspannungen erreicht. Im Abstand von $\sim 2.5 \text{ mm}$ zum Materialübergang Lot / Keramik wechseln die Druckspannungen in der Keramik in den Zugbereich, die im Punkt 1 bereits maximal sind und mit

weiterer Entfernung vom Materialübergang auf Null abfallen, wo die Randbedingung des spannungsfreien Randes erfüllt ist. In der Lotschicht nehmen die Druckspannungen vom Übergang Lot / Metall hin ab. Im Metall hingegen liegen reine Druckspannungen vor, die mit größerer Entfernung zum Materialübergang ebenfalls gleich Null werden.

Die Schräglötverbunde mit $\theta_{\text{Ker}} = -30^\circ$, $\theta_{\text{Met}} = 150^\circ$, beziehungsweise $\theta_{\text{Ker}} = -60^\circ$, $\theta_{\text{Met}} = 120^\circ$ zeigen qualitativ gleiche Verläufe der Normalspannungsverteilung σ_{xx} entlang des oberen freien Randes.

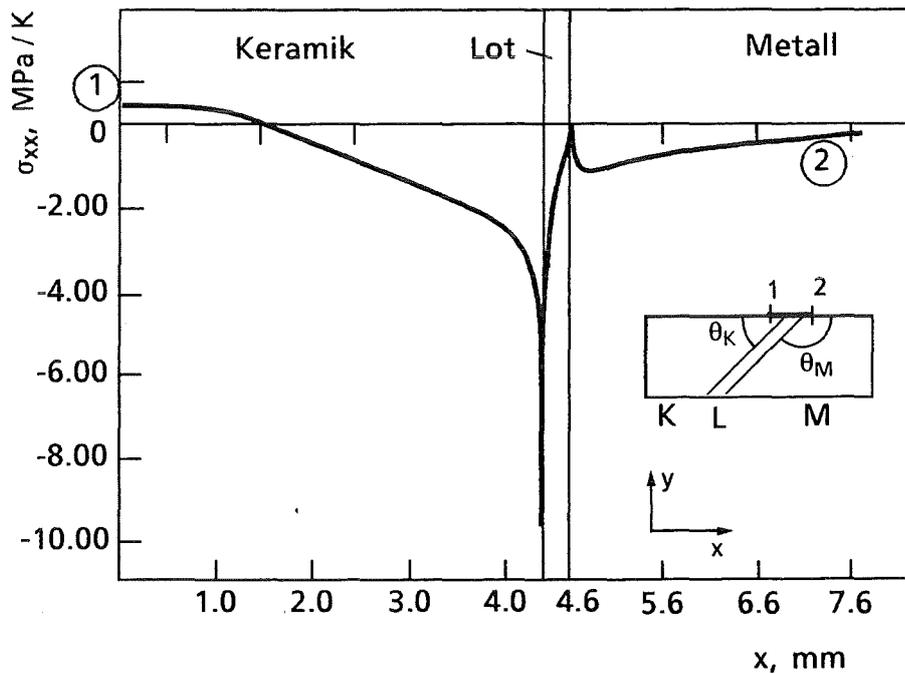


Abbildung 27: Normalspannungen σ_{xx} entlang des oberen freien Randes im Schräglötverbund Ck45 - Aktivlot - Al_2O_3 .

Auf der gegenüberliegenden Freifläche mit ($\theta_{\text{Met}} = -45^\circ$, $\theta_{\text{Ker}} = 135^\circ$) treten in der Keramik hohe Zugnormalspannungen auf, die mit Annäherung zur Grenzfläche Lot / Keramik hin stetig zunehmen (Abbildung 28). In der Lotschicht, sowie im Metall liegen ebenfalls Zugeigenspannungen vor. Die Normalspannungsverteilungen σ_{xx} in den Abbildungen 27 und 28 verdeutlichen die Abhängigkeit der Spannungsverteilung in den freien Oberflächen der einzelnen Verbundmaterialien nahe der Materialübergänge von der lokalen geometrischen Ausbildung.

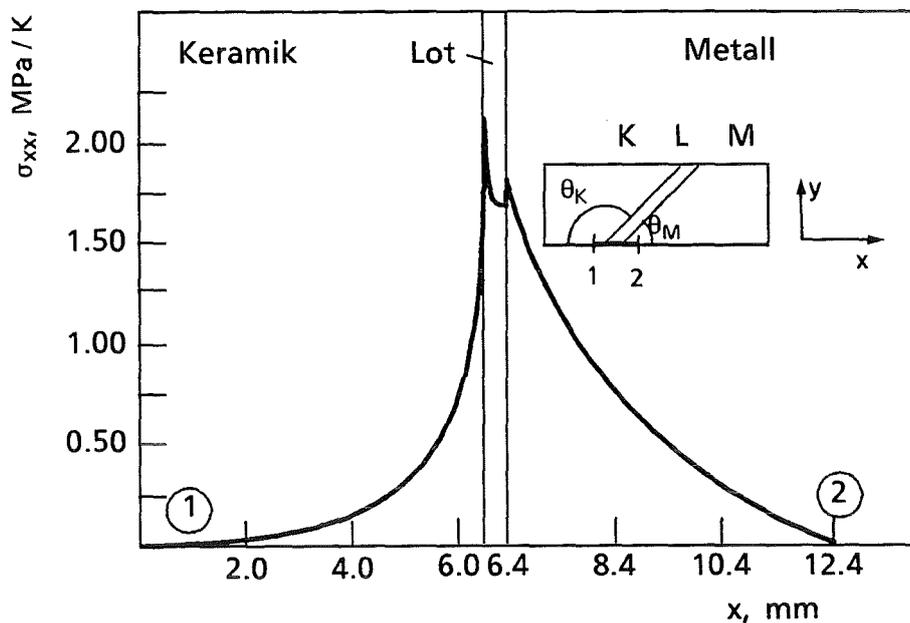


Abbildung 28: Normalspannungen σ_{xx} entlang des unteren freien Randes im Schräglötverbund Ck45 - Aktivlot - Al_2O_3 .

Die praktische Herstellung dieser Schräglötverbundproben mit rechteckigen Fügeflächen war nur sehr schwierig zu realisieren. Eine eigens dafür konstruierte Lötvorrichtung ermöglichte es, unabhängig von der Neigung der schrägen Fügefläche, die Formkörper Keramik und Metall so zueinander zu positionieren, daß die Fügeebene in der Horizontalen liegt, und damit ein Ausfließen des Lotes verhindert wurde. Die in der Lötthilfvorrichtung eingebrachte Nut zur Führung der keramischen und metallischen Verbundpartner vergrößerte sich beim Aufheizen durch die größere thermische Ausdehnung stärker, als z.B. der Keramikkörper. Der Keramikformkörper konnte deshalb auf den metallischen Formkörper aufgleiten. Diese Fehlstellung der Verbundpartner zueinander war mit dem Erstarren des Lotes beim Abkühlen irreversibel. Das Kontrahieren der Lötthilfvorrichtung bei weiterer Abkühlung $T < T_{\text{Solid/Lot}}$ hatte zur Folge, daß die Verbundprobe in der Vorrichtung eingeklemmt und dabei total beschädigt wurde.

Die Schräglötverbunde aus dem Vergütungsstahl Ck45 und der Al_2O_3 -Keramik versagten prinzipiell bei der Herstellung. Mit der Eisen-Nickel-Legierung Ni42 und der Al_2O_3 -Keramik konnten ebenfalls nur vereinzelt mechanisch feste Verbindungen hergestellt werden. Der sehr komplexe Eigenspannungszustand in diesen Schräglötverbunden und die praktischen Probleme bei der Herstellung waren ausschlaggebend dafür, die weiteren Untersuchungen an rotations-symmetrischen Verbundproben durchzuführen. Ist in der Keramik der Winkel, den die freie Oberfläche mit der Fügefläche einschließt $\theta_{\text{Ker}} < 90^\circ$, dann treten in der Keramik nahe des Materialüberganges Lot/Keramik Druckspannungen auf (vgl. Abbildung 27). Bei den rotationssymmetrischen Verbunden wurde diese Feststellung für die Gestaltung der Fügeflächen wieder aufgegriffen.

3.2.2. Zylindrische Verbundproben

3.2.2.1. Globale Probengeometrie

Die Keramik - Metall - Lötverbundproben wurden für die weiteren experimentellen Untersuchungen aus zylindrischen Keramik- und Metallteilen mit einem Durchmesser von $\varnothing = 10$ mm hergestellt. Die Einzellängen der Verbundpartner Keramik und Metall sind von der jeweiligen Fügeflächengeometrie abhängig. Für die Verbundbiegeprobe mit ebenen, stirnseitig gefügten Fügeflächen betragen die Längen der Keramik und des Metalls 50 mm. Für den Zugversuch wird die Keramik auf einer Länge von $L = 25$ mm in eine Klebehülse eingeklebt. Die Gesamtlänge des Keramikformkörpers beträgt 70 mm, so daß in der Fügeebene eine homogene äußere Lastverteilung vorliegt. Die Länge des Metallteils beträgt $L = 50$ mm. Das Aktivlot wurde als Folienlot in der Stärke 0.1 mm und der Kontur der Fügefläche entsprechend eingesetzt.

3.2.2.2. Fügeflächengeometrien

Bei der **stumpfen Stirnverbundgeometrie** (siehe Abbildung 29) wurden die beiden Verbundproben Keramik und Metall mit den planen Stirnflächen miteinander verbunden. Die zylindrische Außenfläche der Keramik wurde durch Außenrundscheifen und die beiden Stirnseiten wurden durch Planschleifen bearbeitet. Die geschliffenen Fügeflächen hatten eine gemittelte Rauhtiefe von $R_z = 8 \mu\text{m}$. Die Lotfolie hatte wie die Proben einen Durchmesser von $\varnothing = 10$ mm.

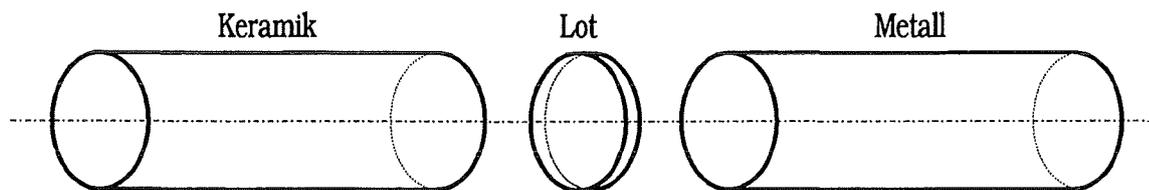


Abbildung 29: Stumpfe Stirnverbundgeometrie.

Die stumpfe Stirnverbundprobe mit **lasertexturierter Keramikoberfläche** in Abbildung 30a unterscheidet sich gegenüber der in Abbildung 29 dargestellten Stirnverbundprobe in der geometrischen Ausbildung der Keramikfugefläche. In eine Stirnseite des vollzylindrischen Keramikkörpers wurden durch eine Bearbeitung mit Laser kleine kegelförmige Vertiefungen von 350 - 450 μm Tiefe und einem Kegelradius von ~ 0.1 mm eingebracht [76]. Der Abstand zwischen den einzelnen Vertiefungen beträgt ~ 0.15 mm (Abbildung 30b).

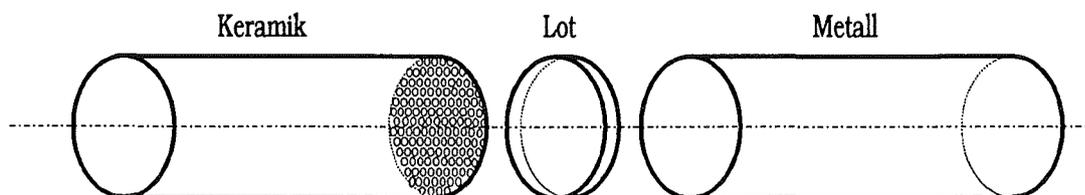


Abbildung 30a: Stirnverbund mit lasertexturierter Keramikoberfläche.

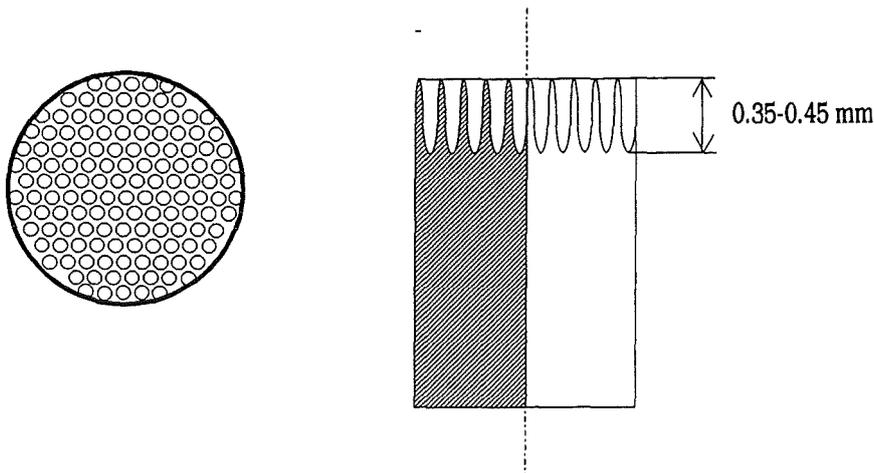


Abbildung 30b: Mit Laser bearbeitete Keramik schematisch.

Bei der Verbundprobe mit den kegelstumpfförmigen Fügeflächen (siehe Abbildung 31) wurden die Fügeflächen der beiden Verbundpartner Keramik und Metall, jeweils durch eine Innenfase beziehungsweise durch eine Außenfase einander angepaßt. Die 45°-Fase mißt am freien Rand eine Tiefe von $t = 2.5$ mm.

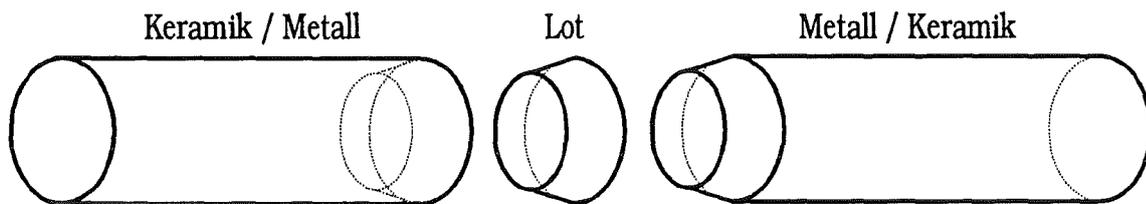


Abbildung 31: Verbund mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen.

Das Innenschleifen der kegelförmigen Fläche in der Keramik mußte in zwei Arbeitsschritten fertiggestellt werden. Zunächst wurde mit einem hohlen zylindrischen Schleifkörper mit Innenspülung das Sackloch der Tiefe ($t = 2,5$ mm) und dem Durchmesser der Kegelstumpffläche ($\varnothing = 5$ mm) eingebracht. Anschließend wurde ein vollzylindrischer Schleifkörper unter 45° zur Achse des zylindrischen Keramikkörpers angestellt, und durch gegenläufiges Rotieren die kegelige Fase herausgearbeitet. Die Ausbildung der Außenfase bei der Keramik durch Außenschleifen konnte dagegen in einem Arbeitsgang durchgeführt werden. Die Bearbeitung des Metalles erfolgte durch entsprechende Dreh- und Feinschleifarbeiten. Der kegelstumpfförmige Lotformkörper wurde durch Tiefziehen einer auf 12 mm vorgestanzten Lotronde in einem dafür konstruierten Werkzeug hergestellt.

Die Abbildung 32 zeigt die Verbundprobe mit halbkugelförmigen Fügeflächen der Verbundpartner Keramik und Metall. Der Radius der Halbkugel entspricht dem halben Durchmesser des zylindrischen Keramikkörpers mit $r = D / 2 = 5$ mm, wobei eine Bearbeitungstoleranz von -0.05 mm für die Außenkontur bzw. $+0.05$ mm für die Innenkontur der Verbundkörper eine Lotschichtdicke von 0.1 mm zuläßt. Das Innenschleifen der Halbkugelkontur in der Keramik wurde mit einem ebenfalls kugelförmigen Schleifkörper durchgeführt. Das Außenschleifen der Keramik hingegen wurde zunächst mit einem zylindrischen Schleifkörper begonnen, der entsprechend geneigt und mit bestimmter Vorschubgeschwindigkeit die Grobkontur fertigstellte, ehe mit einem der Endkontur entsprechenden Schleifkörper das Finish gemacht wurde. Die Metallkörper wurden durch Drehen und Feinschleifen hergestellt. Die Halbkugelform der Lotformteile wurde auch hier durch Tiefziehen einer auf 12 mm vorgestanzten Lotronde in einem entsprechenden Werkzeug hergestellt.

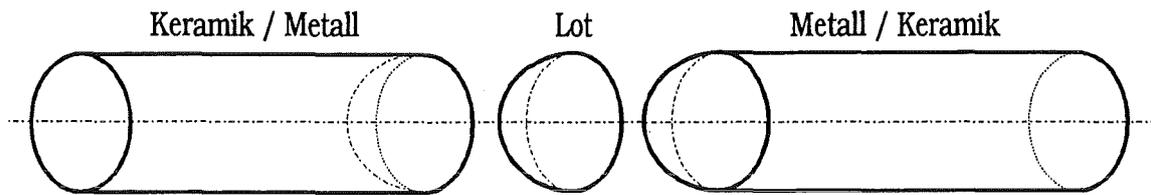


Abbildung 32: Verbund mit halbkugelförmiger Fügefläche.

3.3. Aktivlöten von Keramik mit Metall

3.3.1. Präparation der Verbundmaterialien

Die Keramikteile wurden nach der schleifenden Bearbeitung zunächst bei 1250°C im Hochvakuumofen über eine Dauer von 5 Stunden geglüht, um die Bearbeitungseigenstressungen abzubauen. Bei den Lotformteilen mußten noch eventuell vorhandene scharfe Kanten (Grate) und die Oxidhäute auf der Lotoberfläche durch kurzes Anschleifen mit einem feinen SiC - Schleifpapier entfernt werden. Die Metall-, Keramik- und Lotformteile wurden dann vor dem Löten in einem Ultraschallbad mit Aceton entfettet. Bei nicht rostbeständigen Metall- beziehungsweise Stahlteilen, sowie bei den oxidationsempfindlichen Lotformteilen ist die reinigende Behandlung erst unmittelbar vor einer beabsichtigten Lötung durchzuführen.

3.3.2. Aktivlötversuche

Die gereinigten Probenteile wurden in der Reihenfolge Keramik, Lotfolie, Metall in eine Lötlehre eingesetzt (siehe Abbildung 33), wie sie in der DIN 40686 Teil 5 näher beschrieben ist. Diese Vorrichtung erlaubt es die Teile so zu positionieren, daß der Versatz der beiden Fügeflächen zueinander, sowie die Abweichungen aus einer gemeinsamen Fluchtachse (Winkelfehler) möglichst klein werden. Die Lötlehre besteht aus einer 15 mm starken, temperaturbeständigen Edelstahlplatte (INCONEL 690), in die sieben prismatische Führungen gefräst sind, und einem Ständer, in dem die Stahlplatte in einem Winkel $\alpha = 75^\circ$ gegenüber der Horizontalen gehalten wird.

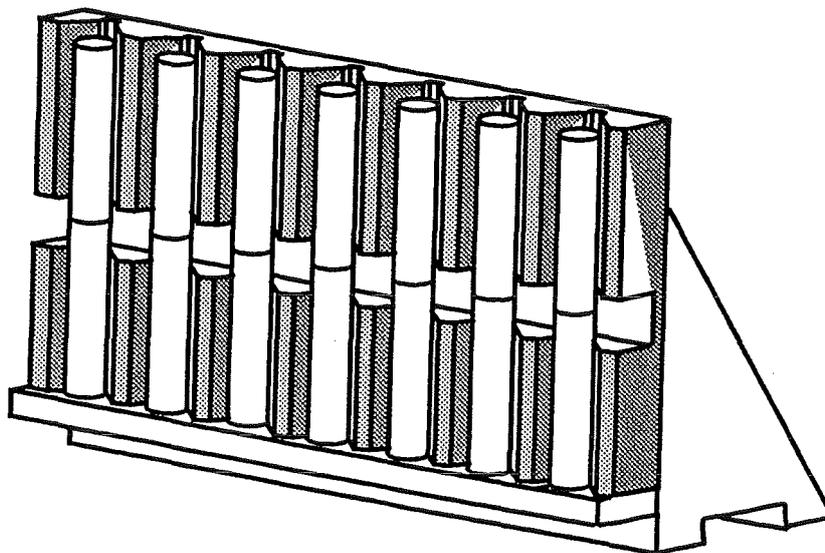


Abbildung 33: Lötlehre mit Keramik - Metall - Verbundproben.

Die Probenteile wurden ohne feste Einspannung in der Löt Hilfsvorrichtung positioniert, so daß ein freies Ausdehnen (Kontrahieren) beim Aufheizen (Abkühlen) gewährleistet war.

Eine Behinderung der Wärmeausdehnung würde zu erhöhten Eigenspannungen und zum Versagen der Proben während der Abkühlphase führen. Die Flächenpressung in der Kontaktfuge war durch das Eigengewicht des Metallkörpers ausreichend, so daß von zusätzlichen Gewichten abgesehen wurde. Der Hochvakuumofen hatte einen nutzbaren Innenraum von $\varnothing = 300$ mm im Durchmesser und einer Höhe von 500 mm. Pro Lötcharge konnten so zwei Lötlehren mit je 7 Proben auf einmal gelötet werden.

Im Hochvakuumofen (Restdruck $< 5 \cdot 10^{-5}$ mbar) wurden die Proben mit einer Aufheizgeschwindigkeit von $5^\circ\text{C} / \text{min}$ bis 720°C aufgeheizt. Die Temperatur von 720°C , knapp unter dem Schmelzbereich des Lotes ($780^\circ\text{C} < T_{\text{Schmelz}} < 805^\circ\text{C}$), wurde 20 min gehalten, um zu gewährleisten, daß das gesamte Aufheizgut dieses Temperaturniveau erreicht. Es folgte eine weitere Aufheizphase mit $5^\circ\text{C} / \text{min}$ bis auf Löttemperatur $T_{\text{Löt}} = 920^\circ\text{C}$. Nach einer Haltezeit von 2 - 3 min auf Löttemperatur kühlte der Ofen mit ebenfalls $5^\circ\text{C} / \text{min}$ ab. Der Temperatur - Zeit - Zyklus konnte für jeden Lötprozeß über die programmierbare Ofensteuerung reproduziert werden. Der Temperatur - Zeit - Zyklus ist in Abbildung 34 nochmals graphisch dargestellt.

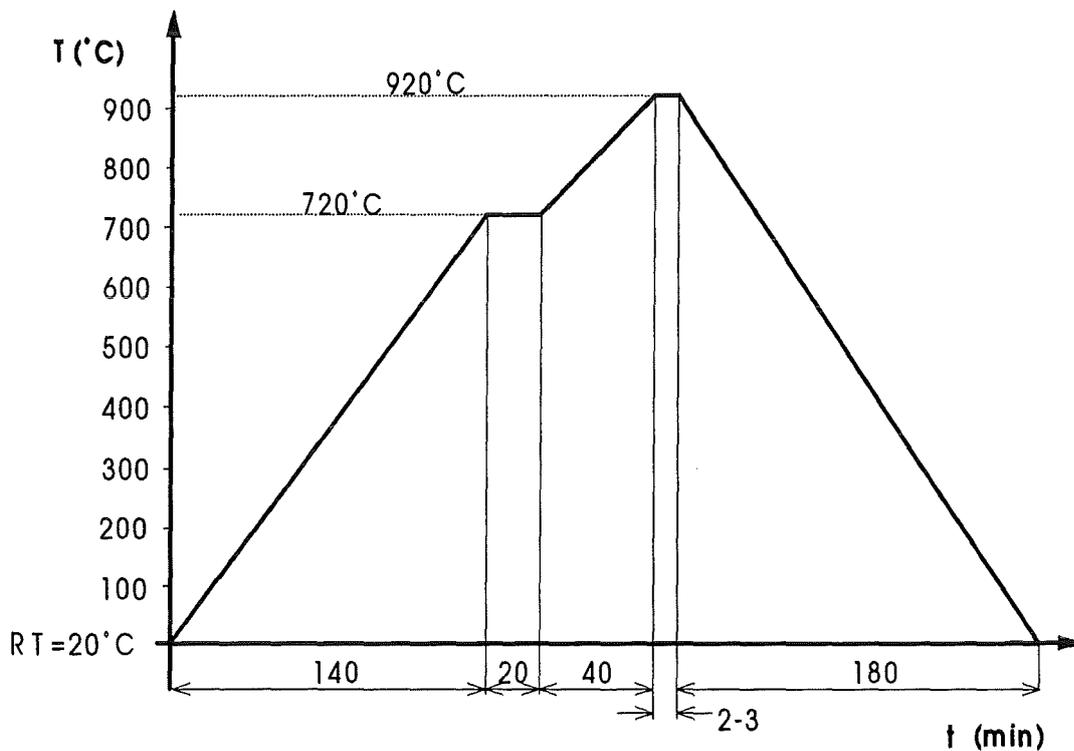


Abbildung 34: Temperatur - Zeit - Zyklus für einen Lötvorgang.

3.4. Charakterisierung der Verbundsysteme

3.4.1. Präparation aktivgelöteter Keramik - Metall - Verbindungen

Die Beurteilung der Lötnaht eines aktivgelöteten Keramik - Metall - Verbundsystems durch eine metallographische Auswertung bedarf einer vorausgehenden Schliffprobenpräparation. Lichtmikroskopische Untersuchungen, beziehungsweise Untersuchungen mit dem Raster - Elektronen - Mikroskop (REM) und EDX - Analyse lassen die Beurteilung des Gefüges und die

Bestimmung der Phasenzusammensetzung des Verbundes zu. Nachfolgend soll die Präparationsmethode aufgezeigt werden, die für diese Werkstoffverbundsysteme geeignet ist und auf Erfahrungswerten aus der Literatur basiert [77, 78].

Schliffpräparation:

• Einbetten:

Epofix 2 - Komponentensystem: Hierbei handelt es sich um eine Kalteinbettung, wobei die Anteile Kunstharz / Härter in einem Mengenverhältnis 4 / 1 gemischt werden. Der Duroplast hat eine Aushärtezeit von 5 - 6 Stunden.

• Schleifen:

- | | | |
|--------------------------|-------------------------------------|---------------------------------|
| 1. Diamantschleifscheibe | SDK 220 (180 μm) | 10 min / H_2O |
| 2. Diamantschleifscheibe | SDK 600 (65 μm) | 10 min / H_2O |
| 3. Schleifpapier | 800 / 1000 (50 / 40 μm) | je 3 min / H_2O |

• Polieren:

- | | | |
|---------------------------|-----------------|------------------|
| 1. Aluminiumscheibe + DUR | 6 μm | 3 min / Blau |
| 2. Aluminiumscheibe + DUR | 3 μm | 3 min / Blau |
| 3. Aluminiumscheibe + DUR | 1 μm | 1 - 2 min / Blau |

(DUR ist ein hartes Kunststoffuch.)

3.4.2. Gefügeuntersuchungen mit dem REM und EDX

3.4.2.1. System: Aktivlot - Keramik

Die Abbildung 35 zeigt die Fügenaht des 2 - Schichtverbundes zwischen dem Aktivlot CB4 (AgCuTi 70.5 / 26.5 / 3) und der Al_2O_3 - Keramik im Querschliff.

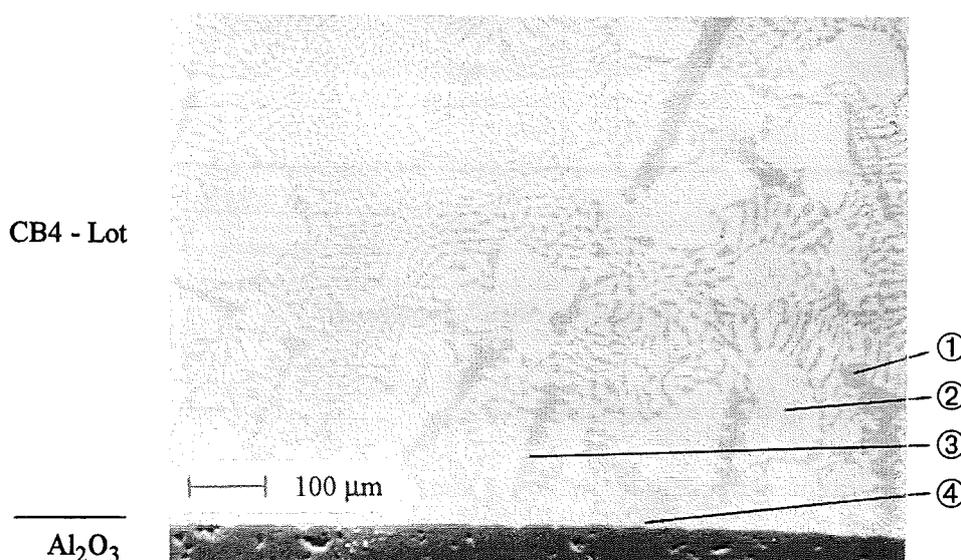


Abbildung 35: Querschliff eines Al_2O_3 / CB4 - Überganges
(Analysen siehe Tabelle 10)

Analyse Nr.	Ag	Cu	Ti	Sonstige
1	67.6	29.9	1.4	1.1
2	74.8	24.5	---	0.7
3	6.9	64.1	28.5	0.5
4	37.7	30.2	31.6	0.5

Tabelle 10: EDX - Analysen des Al_2O_3 / CB4 - Überganges in Gew-% von Abbildung 35.

In Abbildung 35 ist deutlich das Reaktionsband im Lot, direkt am Materialübergang zur Keramik zu sehen. Es handelt sich dabei um eine grenzflächennahe Ti - reiche Übergangsschicht (Analyse 4), der sich überwiegend das AgCu - Eutektikum des Lotes anschließt (Analyse 2). Vorallem nahe der Grenzfläche liegen senkrecht dazu spröde Cu - Ti - Phasen (Analyse 3) vor, die vom duktilen AgCu - Eutektikum beziehungsweise von den Ag - reichen Phasen umgeben sind (Analyse 1).

3.4.2.2. System: Vergütungsstahl - Aktivlot - Keramik

Die Abbildung 36 zeigt die Fugestellen des Dreischichtverbundes Ck45 - Aktivlot CB4 - Al_2O_3 im Querschliff.

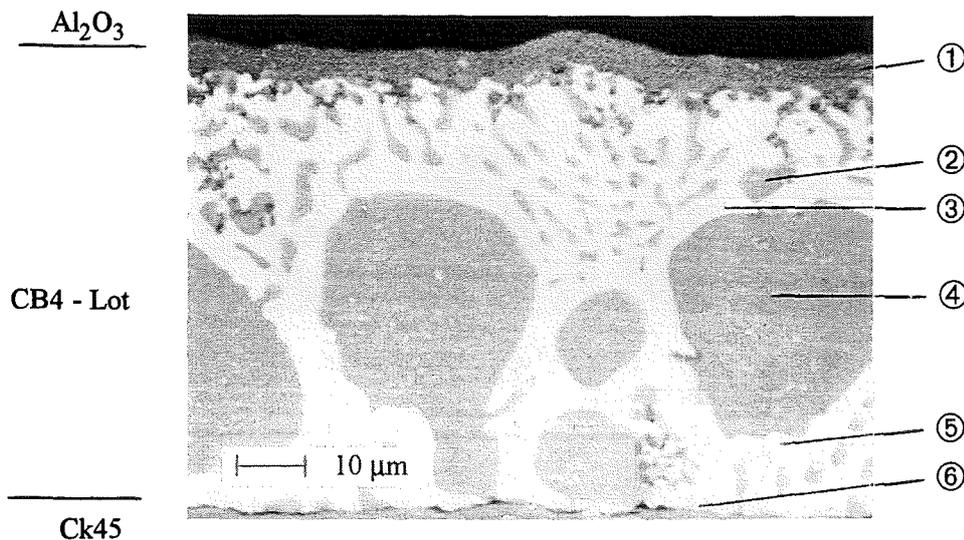


Abbildung 36: Querschliff eines Ck45 / CB4 / Al_2O_3 - Überganges. (Analysen siehe Tabelle 11)

Analyse-Nr.	Ag	Cu	Ti	Fe	Mn	Al
1	27.2	41.8	10.3	1.5	2.0	17.2
2	93.5	5.1	0.3	1.1		
3	93.9	6.1				
4	66.5	27.5	4.2	1.8		
5	91.2	6.6	1.0	0.6	0.6	
6	94.2	3.3		2.0	0.5	

Tabelle 11: EDX - Analysen des Al_2O_3 / CB4 / Ck45 - Überganges in Gew-% von Abbildung 36.

An der Grenzfläche zur Keramik hin haftet direkt eine intermetallische Cu - Ti - Phase mit Ag - Anteilen (Analyse 1). Diese spröde Cu - Ti - Phase im Lot bildet sich hier nur lokal am Materialübergang Keramik / Lot aus. Das Ti hat sich dabei vollständig in Richtung des Materialüberganges Keramik / Lot hin orientiert. Der überwiegende Teil des Lotnahtquerschnittes besteht aus dem duktilen AgCu - Eutektikum mit nur geringen Ti - Anteilen (Analyse 4), das in eine nahezu reine Ag - Phase eingebettet ist (Analysen 2, 3, 5, 6). Am Materialübergang Lot / Metall ist ebenfalls eine starke Ag - Anreicherung zu finden, die an der Oberfläche des Ck45 bis zu einer Tiefe von 20 μm die Korngrenzen benetzt.

3.4.2.3. System: Eisen - Nickel - Legierung - Aktivlot - Keramik

Die Abbildung 37 zeigt die Fügestellen des Dreischichtverbundes Ni42 - Aktivlot CB4 - Al_2O_3 im Querschliff.

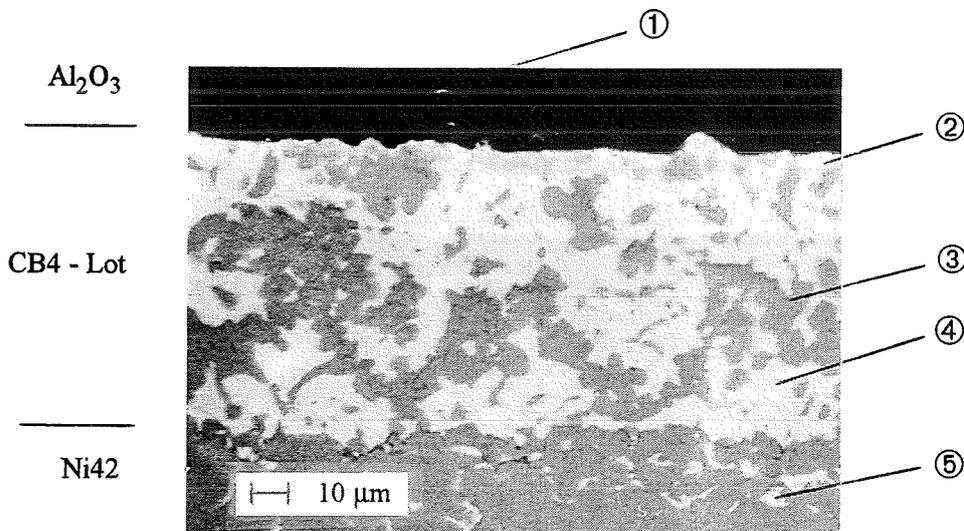


Abbildung 37: Querschliff eines Ni42 / CB4 / Al_2O_3 - Überganges.
(Analysen siehe Tabelle 12)

Analyse-Nr.	Ag	Cu	Ti	Ni	Fe	Mn	Al
1	10.4	2.2	1.7	24.1	61.6		
2	4.9	30.1	37.6	9.8	17.6		
3	19.8		44.2	18.4	17.6		
4	86.8	8.4	1.5	1.2	2.1		
5	35.1		1.4	14.0	44.1	2.5	2.9

Tabelle 12: EDX - Analysen des Al_2O_3 / CB4 / Ck45 - Überganges in Gew-%
von Abbildung 37.

Das eutektische AgCu - Lot hat sich völlig entmischt. Im Lot sind nahe der Grenzfläche Lot / Keramik TiFeNi - Phasen (Analyse 1), sowie intermetallische TiCu - Phasen zu finden (Analyse 2). Das Ti verbindet sich mit Ni zu niedrig schmelzenden TiNi - Phasen, die sich sowohl als kettenförmiger dunklerer Saum im Lotband zeigen (Analyse 3), sowie in einer entsprechenden Wechselwirkung an der Metalloberfläche. Am Materialübergang Lot / Metall hat sich fast reines Ag angereichert (Analyse 4). Ferner ist das Silber (Ag) im grenzflächennahen Bereich entlang der Korngrenzen in die Eisen - Nickel - Legierung eindiffundiert (Analyse 5).

4. Versagensverhalten eines Keramik - Metall - Verbundsystems durch thermische Belastung

Beim Herstellen von Keramik - Metall - Lötverbindungen entstehen während des Abkühlens Eigenspannungen, wenn die Solidustemperatur des Lotes unterschritten wird, und die unterschiedlich kontrahierenden Verbundpartner Keramik und Metall über das erstarrte Lot fest miteinander verbunden sind. Diese Eigenspannungen bestimmen die Festigkeiten der Keramik - Metall - Verbunde unter mechanischer und thermischer Belastung und können bereits beim Herstellen zum vorzeitigen Versagen führen.

Einleitend zu dieser Arbeit wurden die verschiedenen Maßnahmen aufgezeigt, auf welchen Wegen allgemein versucht wird die Eigenspannungen in Werkstoffverbunden zu minimieren. In einem Lötverbund versucht man in der Regel die versagensgefährdenden Zugeigenspannungen in der Keramik über die Auswahl geeigneter Lotwerkstoffe, kombiniert mit entsprechenden Zwischenschichten, zu reduzieren. Dabei werden vom Lotsystem besondere Eigenschaften gefordert, wie niedrige Lötprozeßtemperatur und eine hohe Duktilität des Lotes im Werkstoffverbund, mit den Voraussetzungen von sehr gutem Benetzungsverhalten und perfekter Haftung.

Hier wird eine prinzipiell andere Vorgehensweise diskutiert. Für den Aktivlötverbund zwischen der Al_2O_3 - Keramik und dem Vergütungsstahl Ck45, die mit ihren planen Stirnseiten stumpf miteinander verbunden wurden, war bereits nach dem Herstellen Versagen allein aufgrund vorhandener Eigenspannungen aufgetreten. Ausgehend von dieser Verbundgeometrie und der ausgewählten Materialkombination wurde die Geometrie der Fügeflächen verändert, mit der Absicht die lokalen Eigenspannungsüberhöhungen im Materialübergangsbereich des freien Randes, die das Versagen auslösen, zu reduzieren.

Für die verschiedenen Verbundprobentypen wurden elastoplastische FE - Rechnungen zur thermischen Belastung beim Abkühlen durchgeführt. Die Annahmen und Voraussetzungen für die elastoplastischen FE - Rechnungen lehnen sich an die Vereinbarungen an, wie sie in Kapitel 2.2.4 formuliert sind.

4.1. Stumpfe Stirnverbundgeometrie

4.1.1. Stumpfe Stirnverbundprobe mit planen Stirnseiten

Beim Löten einer stumpfen Stirnverbundprobe werden die ebenen und planen Stirnseiten der beiden zylindrischen Verbundpartner Keramik und Metall über die Lotschicht miteinander verbunden. Dabei tritt häufig eine kleine Lotmenge aus dem Lötspalt aus und benetzt dabei die freien Oberflächen von Metall und Keramik nahe der Materialübergänge. Auf der Metalloberfläche scheidet sich dabei bevorzugt elementares Kupfer des Ag - Cu - Basislotes ab. Auf der Keramikaußenseite hingegen ist ein rein silberfarbener Überzug zu sehen.

Die Abbildungen 38 und 40 zeigen Querschliffe von aktivgelöteten Al_2O_3 - Ck45 - Stirnverbunden, die durch reine thermische Eigenspannungsbelastung versagten. Ist der überwiegende Querschnitt der Keramikoberfläche, nahe der Grenzfläche Keramik / Lot, mit Lot benetzt, dann initiiert das Versagen der Verbundprobe am freien Rand der Keramik, direkt am Übergang, wo der vom Lot benetzte Randbereich in die freie Oberfläche übergeht (vgl. Abbildung 38).

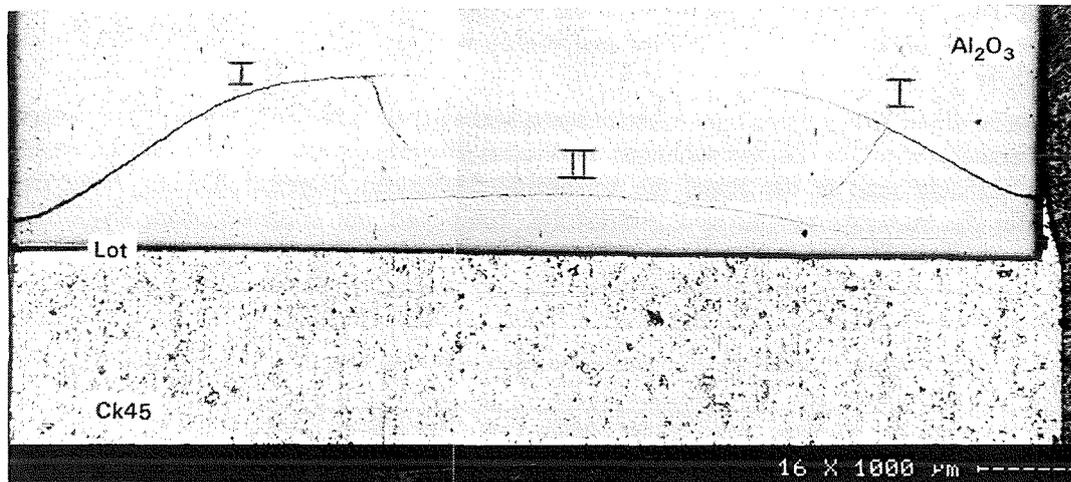


Abbildung 38: Eigenspannungsversagen einer Al_2O_3 - Ck45 - Stirnverbundprobe mit Reißinitiiierung im freien Rand der Keramik.

Ein minimaler Versatz der beiden Verbundpartner zueinander, beziehungsweise minimale Unterschiede im Außendurchmesser von Metall und Keramik begünstigen ein Benetzen der Keramikoberfläche durch das Lot für den Fall, daß das Metall gegenüber der Keramik etwas vorbeziehungsweise übersteht.

Der gekrümmte Rißverlauf des Eigenspannungsversagens in Abbildung 38 ist bezeichnend für diese Verbundgeometrie. Beginnt die Schädigung am freien Rand der Keramik (I) in einem kleinen Abstand $a = 0.3 - 0.7$ mm zur Grenzfläche, dann steht dieser Startriß ($100 - 200 \mu\text{m}$) quasi senkrecht zur Oberfläche, ehe er in die Keramik auslenkt. In einem Abstand $H \sim 1.4$ mm zur Grenzfläche läuft der Riß parallel zur Grenzfläche weiter und stoppt dann. Die so vorgeschädigte Verbundprobe weist nur noch sehr geringe Festigkeiten im tragenden Restquerschnitt auf.

In der Keramik ist nahe der Grenzfläche eine weitere Schädigung (II) zu beobachten. Der Rißverlauf offenbarte sich erst dann, wenn wie hier geschehen, die Probe im Querschliff präpariert und unter dem Mikroskop betrachtet wurde. Bei dieser grenzflächennahen Schädigung in der Keramik handelt es sich vermutlich um einen Sekundärriß. In diesem Querschnittsbereich liegen normalerweise Druckspannungen vor, die erst durch das induzierte Spannungsfeld der Hauptschädigung in Zugspannungen übergehen.

Für diese Verbundprobe wurde eine FE - Struktur erzeugt, wobei die Lotkehle mit modelliert wurde. Die Normalspannungsverteilung σ_{zz} in Abbildung 39 zeigt, daß der Ort der maximalen Zugnormalspannungen am freien Rand der Keramik (Punkt 1) mit den Beobachtungen für die Reißinitiiierung an der realen Verbundprobe übereinstimmt (vgl. Abbildung 38).

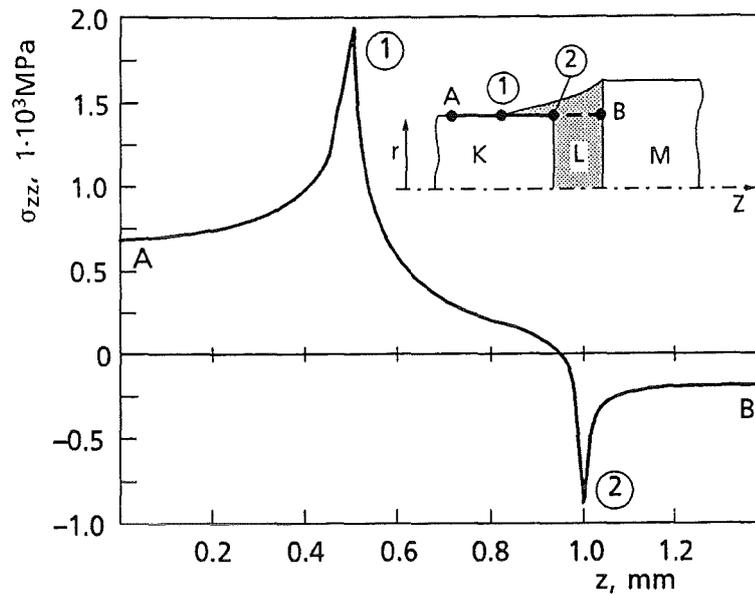


Abbildung 39: Normalspannungsverteilung σ_{zz} im Bereich des Materialüberganges Keramik / Lot am freien Rand.

Die Normalspannungen σ_{zz} am freien Rand der Keramik sind immer dort maximal, wo der vom Lot benetzte Randbereich in die freie Oberfläche übergeht (Punkt 1). Dies ist unabhängig davon welchen Winkel das Lot mit der Keramikoberfläche einnimmt und bis zur welcher Höhe von der Grenzfläche weg das Lot die Keramikoberfläche benetzt. Der Bereich nahe der Kante, am Übergang von der Stirnseite zur freien Oberfläche, ist vom Lot eingehüllt. Vom Punkt 1 ausgehend, nehmen die Zugnormalspannungen σ_{zz} in Richtung diesen inneren Überganges ab, und gehen in Druckspannungen über, die direkt am Übergang (Punkt 2) am größten sind.

Bei stumpfen Stirnlötverbunden, die eine ideale Berandung aufweisen, d.h. die Keramikoberfläche frei von Lot ist, wird der Versagensursprung direkt am Materialübergang Lot / Keramik des freien Randes beobachtet, wie es in Abbildung 40 zu sehen ist. Der Riß läuft hier schräg in die Keramik.

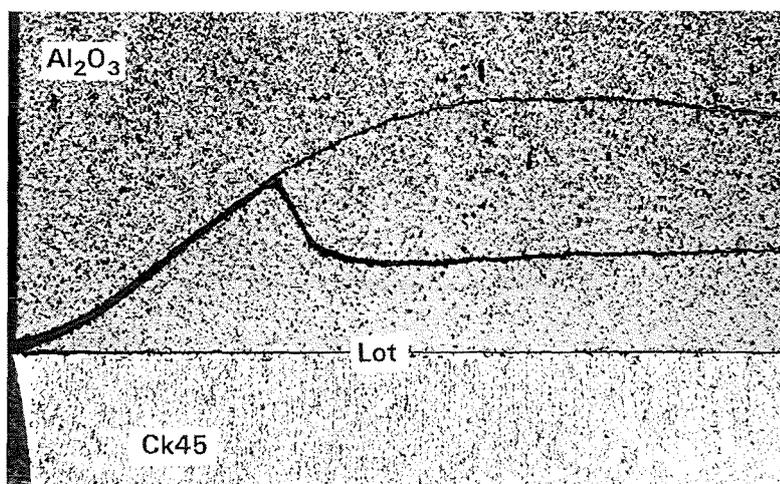


Abbildung 40: Versagen durch Eigenspannungen einer Al_2O_3 - Ck45 - Stirnverbundprobe mit Versagensursprung direkt am Materialübergang Lot / Keramik des freien Randes.

Elastoplastische FE - Rechnungen für den Dreischichtverbund mit idealerweise lotfreien Rändern zeigen, daß die größten Zugnormalspannungen σ_{zz} direkt am Materialübergang Lot / Keramik des freien Randbereiches, den singulären Stellen, auftreten (siehe Abbildung 41).

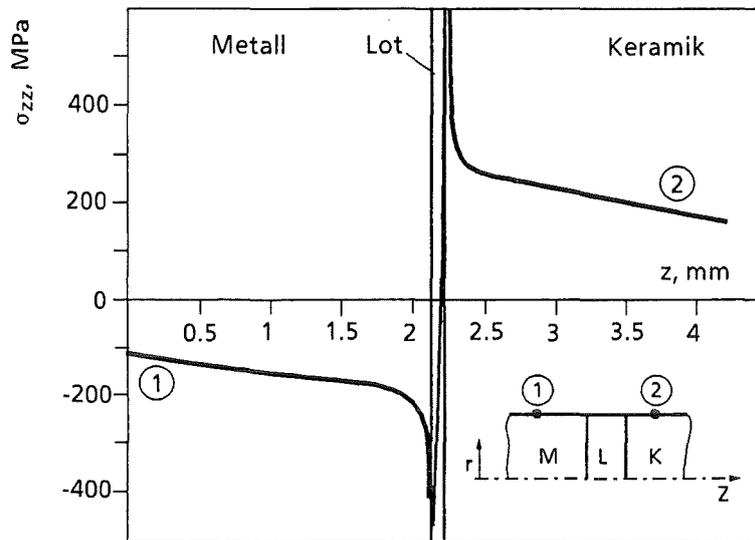


Abbildung 41: Normalspannungen σ_{zz} nahe der Materialübergänge im freien Randbereich.

Auch die Normalspannungsverteilung σ_{zz} entlang der Grenzfläche (Abbildung 42) zeigt die starken Zugspannungsüberhöhungen im freien Rand, die jedoch sehr steil abfallen und im überwiegenden Querschnittsbereich in Druckspannungen übergehen. Die Schubspannungen τ_{rz} sind an der freien Oberfläche singulär, und fallen dann steil ab. Über einen großen Querschnittsbereich liegt ein nahezu konstantes Spannungsniveau vor, und fällt mit Annäherung zur Symmetrieachse stetig auf Null ab.

Für die Rißinitiierung direkt am Materialübergang des freien Randes sind die singulären Normal- und Schubspannungen verantwortlich. Die Richtung des schräg in die Keramik abknickenden Risses wird entscheidend durch die Schubspannungen τ_{rz} bestimmt.

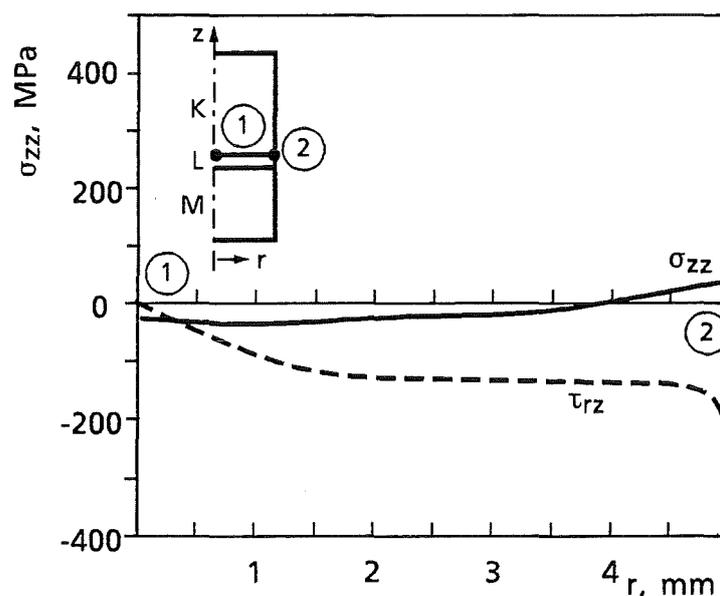


Abbildung 42: Normalspannungs- (σ_{zz}) und Schubspannungsverteilung τ_{rz} entlang der Grenzfläche Lot / Keramik.

4.1.2. FE - Rechnungen zur Ausbreitung der Eigenspannungsschädigung

Im Keramik - Metall - Verbund treten in der Umgebung des singulären Materialüberganges Keramik / Lot an der Keramikoberfläche hohe Zugnormalspannungen auf, die in Richtung des freien Randes wirken (siehe Abbildungen 39, 41). Im Fall der aktivgelöteten Verbindung zwischen der Al_2O_3 - Keramik und dem Vergütungsstahl Ck45 führen diese überhöhten Zugeigenspannungen zum Versagen. Die Schädigung der Keramik beginnt direkt am Materialübergang Lot / Keramik oder nahe dieses Materialüberganges an der freien Oberfläche der Keramik (siehe Abbildungen 38, 40). Diese Kenntnisse geben Auskunft darüber, wo die Schädigung infolge der Eigenspannungsbelastung einsetzt.

Die hier aufgezeigten Untersuchungen haben zum Ziel, weitere Informationen zur Ausbreitung der Schädigung in der Keramik zu geben. Mit Hilfe der FEM und der Wahl eines geeigneten Bruchkriteriums wurde der Rißverlauf der Eigenspannungsschädigung für einen stirnseitig stumpf gelöteten Al_2O_3 - Ck45 - Verbund nachvollzogen.

Dazu wurde der experimentell beobachtete Bruchverlauf in fünf Bereiche (I - V) eingeteilt (siehe Abbildung 43). Sie sind durch unterschiedliche Steigungen der gekrümmten Versagenslinie gekennzeichnet und geben den Rißverlauf ausreichend genau wieder. In die FE - Struktur einer rotationsymmetrischen Dreischichtverbundprobe wurde ein senkrecht zur Keramikoberfläche liegender Startriß der Länge $l_1 = 150 \mu\text{m}$, im Abstand $c = 350 \mu\text{m}$ zur Grenzfläche implementiert.

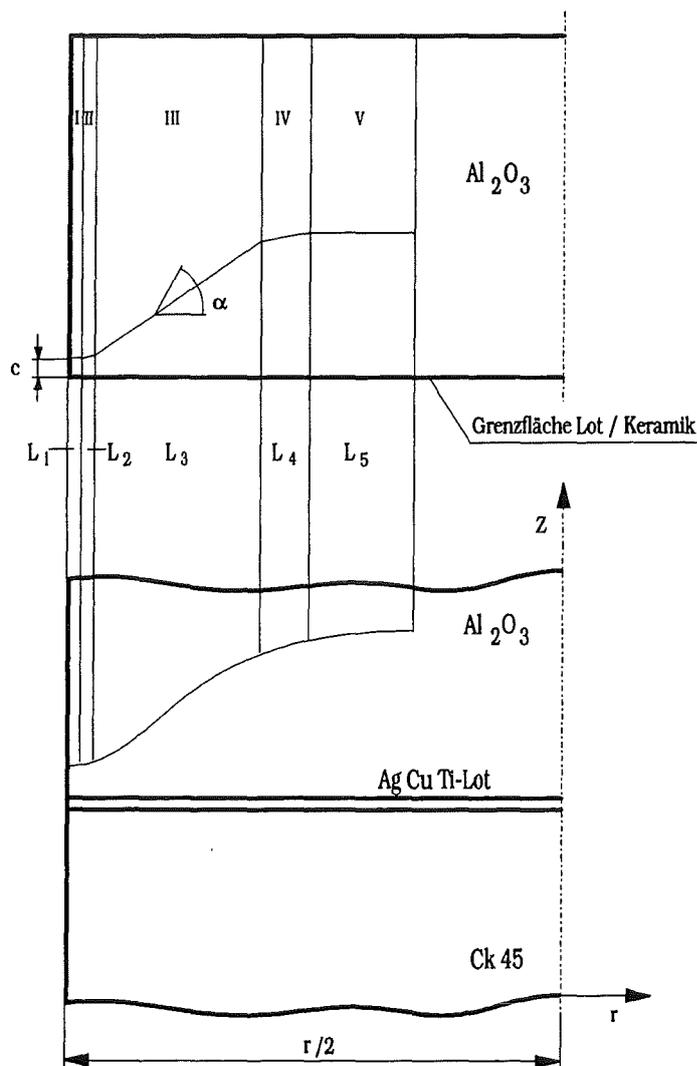


Abbildung 43: Rißverlauf der Eigenspannungsschädigung in einer Stirnverbundprobe (halbe Darstellung).

An der Rißspitze wurden Viertelpunktknotenelemente erzeugt, die die $1/\sqrt{r}$ -Abhängigkeit der Spannungen an der Rißspitze automatisch beinhalten [79, 80]. Ausgehend von diesem Startriß wurde nun die Ausbreitungsrichtung der fortschreitenden Schädigung, beginnend im Bereich II für die einzelnen Bereiche bestimmt. Das Wachsen des Rißes wurde bis zu einer konstanten Rißlänge $a_i = L_i + L_j / 2$, $i = 1 - 4$, $j = i + 1$ in verschiedenen Richtungen $\alpha = 0^\circ, 25^\circ, 35^\circ, 45^\circ$ und 60° simuliert, und die zugehörigen J-Werte des RICE'schen Linienintegrals [81] bestimmt. In den einzelnen Bereichen wurden die J-Werte für die in Tabelle 13 aufgeführten Rißorientierungen maximal.

Bereiche	Richtungen (α)	Rißtiefen L_i (mm)
I	0°	0.15
II	25°	0.20
III	35°	1.6
IV	45°	0.5
V	0°	1.0

Tabelle 13: Mit FEM berechnete Ausbreitungsrichtung der Eigenspannungsschädigung in den einzelnen Bereichen (vgl. dazu Abbildung 43).

Das Spannungsfeld um die Rißspitze wird dominiert von den Normalspannungskomponenten σ_r und σ_z , die im Bereich $1.0 - 2.0 \cdot 10^3$ MPa liegen. Die Schubspannungskomponente τ_{rz} dagegen ist um zwei Größenordnungen kleiner und daher gegenüber den Normalanteilen vernachlässigbar klein. Die Ausrichtung der maximalen Hauptspannung σ_1 an der Rißspitze war stets nahezu senkrecht zur errechneten Rißausbreitungsrichtung, wonach der Eigenspannungsriß unter reiner Mode I Belastung wächst (siehe Abbildung 44). Dies ist gleichbedeutend mit der Ausbreitung des Risses in Richtung der maximalen Energiefreisetzungsrates (vgl. Irwin [82]).

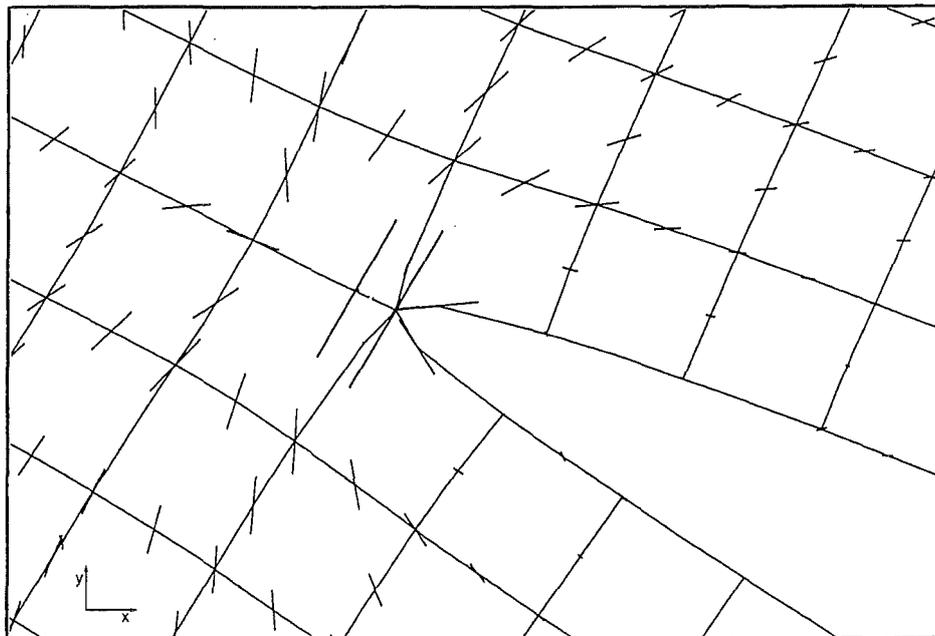


Abbildung 44: Vektorplot der Hauptspannung σ_1 im Bereich um die Rißspitze des Eigenspannungsversagens im Bereich III (vgl. Abbildung 43).

Die Riausbreitungsrichtung in den einzelnen Bereichen aus den FE - Rechnungen konnte gut mit den Steigungen der gekrmmten Rikurve fr das reale Versagen korreliert werden.

Um den gesamten Riverlauf und damit den Richtungswechsel des Eigenspannungsries an den einzelnen bergngen aus den FE - Rechnungen direkt zu bekommen, sind programmtechnisch aufwendige Rifortschrittsrechnungen notwendig. Dem FEM - System angepate Programme bernehmen das Bestimmen der bevorzugten Riausbreitungsrichtung nach einem vorher definierten Bruchkriterium und generieren das FE - Netz mit den notwendigen nderungen fr den nchsten Rechenlauf selbststndig [83]. Fr den FEM - Code ABAQUS sind diese Programmbausteine derzeit optional nicht verfgbar. Im Rahmen dieser Arbeit waren deshalb solche Rechnungen nicht durchfhrbar.

Aus den FE - Rechnungen mit simuliertem Eigenspannungsri wurde die Wirkrichtung der Hauptspannungen im Bereich nahe um die Rispitze und die fr die ungeschdigte Verbundprobe an gleichen Knotenpunkten miteinander verglichen. Die Wirkrichtung der Hauptspannungen war in beiden Fllen nahezu gleich. Durch das Rispitzenspannungsfeld der Verbundprobe mit simuliertem Eigenspannungsri, ndern sich die Spannungen in der nahen Umgebung betragsmig, beziehungsweise wechseln ihr Vorzeichen von Druck in Zug.

Mit anderen Worten, wenn der reale Riverlauf der Eigenspannungsschdigung bekannt ist, dann kann dieser qualitativ, zusammen mit der Betrachtung der senkrecht dazu verlaufenden Wirklinien der maximalen Hauptspannung aus der FE - Rechnung fr die ungeschdigte Struktur interpretiert werden.

Fr den Fall einer ungeschdigten Struktur ist in Abbildung 45 die vektorielle Darstellung der Hauptspannung σ_1 im Bereich des Materialberganges Keramik / Lot am freien Rand aufgezeigt. Bei dieser Darstellungsform steht die Orientierung der kurzen Strichlinien fr die Wirkrichtung der Hauptspannung an den einzelnen Knotenpunkten der FE - Struktur. Die Lngen der einzelnen Linien sind ein Ma dafr, wie gro die Zugspannungen (\rightarrow) sind, wobei lngere Striche hhere Spannungen symbolisieren.

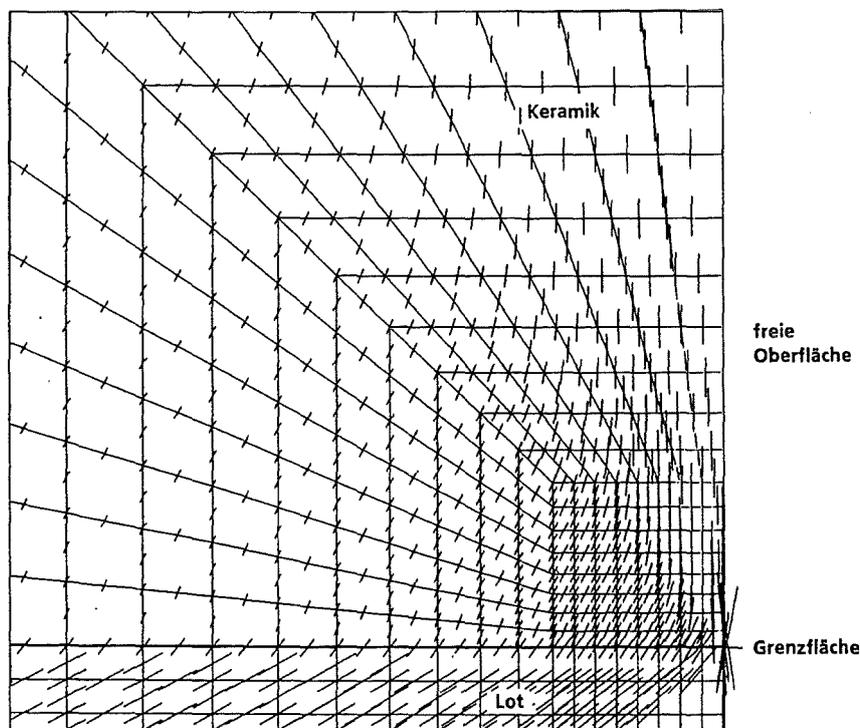


Abbildung 45: Vektorplot der Hauptspannung σ_1 im Bereich des Materialberganges Keramik / Lot am freien Rand.

Die maximale Hauptspannung σ_1 tritt direkt am Materialübergang des freien Randbereiches auf. Dort steht die Wirkrichtung der Hauptspannung σ_1 schräg zur Grenzfläche, und entspricht damit dem experimentell beobachteten Versagen (vgl. Abbildung 40), wonach der Ri direkt am Materialübergang des freien Randes startet und unter einem Winkel von $\sim 40^\circ$ gegenber der Horizontalen in die Keramik hineinluft.

4.1.3. Stumpfe Stirnverbunde verschiedener Randkonfigurationen

In einer rein empirischen Vorgehensweise wurden die zu fgenden Stirnflchen der zylindrischen Keramik- und Metallprobenkrper vom Durchmesser $D = 12$ mm unter verschiedenen Winkeln angefast (vgl. Abbildung 46). Die Fase wurde so angeschliffen, da die planen Fgeflchen einen Durchmesser von $D = 10$ mm beziehungsweise $d = 8$ mm hatten.

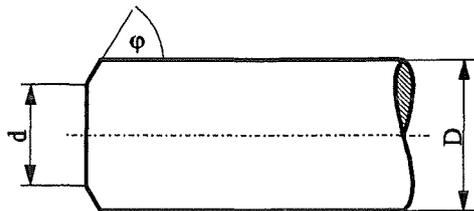


Abbildung 46: Stirnverbundproben mit Fase ($\varphi = 30^\circ$ und 60°).

Die Al_2O_3 - und Ck45-Formteile wurden in verschiedenen Kombinationen durch Aktivlten miteinander verbunden (siehe Tabelle 14). Die Aktivlte wurden in unterschiedlichen Durchmessern und Lotfolienstrken bereitgestellt. Damit wurde erreicht, da sich bei identischer Geometrie der Keramik- und Metallformkrper unterschiedliche Randgeometrien an den freien Materialbergngen ausbildeten. Fr die Verbundproben 1 - 6 wurden jeweils 2 - 3 Proben mit einer Lotfolie vom Durchmesser $\varnothing = 12$ mm der Strke $100 \mu m$, sowie dem Durchmesser $\varnothing = 10$ mm in den Strken $100 \mu m$ bzw. $200 \mu m$ geltet. Die Verbundproben 7 - 11 wurden mit einer Lotfolie im Durchmesser $\varnothing = 10$ mm in den Strken $100 \mu m$ bzw. $200 \mu m$ geltet.

Verbundprobe Lfd - Nr.	Vergtungsstahl Ck45 (W. - Nr.: 1.1191)	Al_2O_3 - Keramik (AL23)	AgCuTi - Aktivlot (CB4)
1	ohne Fase / $D = 12$ mm	30° - Fase / $d = 10$ mm	$\varnothing = 12$ mm, $100 \mu m$
2	ohne Fase / $D = 12$ mm	60° - Fase / $d = 10$ mm	$\varnothing = 10$ mm, $100 \mu m$
3	ohne Fase / $D = 12$ mm	60° - Fase / $d = 8$ mm	$\varnothing = 10$ mm, $200 \mu m$
4	30° - Fase / $d = 10$ mm	ohne Fase / $D = 12$ mm	$\varnothing = 12$ mm, $100 \mu m$
5	60° - Fase / $d = 10$ mm	ohne Fase / $D = 12$ mm	$\varnothing = 10$ mm, $100 \mu m$
6	60° - Fase / $d = 8$ mm	ohne Fase / $D = 12$ mm	$\varnothing = 10$ mm, $200 \mu m$
7	30° - Fase / $d = 10$ mm	30° - Fase / $d = 10$ mm	$\varnothing = 10$ mm, $100 \mu m$ $\varnothing = 10$ mm, $200 \mu m$
8	60° - Fase / $d = 10$ mm	60° - Fase / $d = 10$ mm	
9	60° - Fase / $d = 10$ mm	30° - Fase / $d = 10$ mm	
10	30° - Fase / $d = 10$ mm	60° - Fase / $d = 10$ mm	
11	60° - Fase / $d = 8$ mm	60° - Fase / $d = 8$ mm	

Tabelle 14: Stumpfe Al_2O_3 - Ck45 Stirnverbundproben verschiedener geometrischer Randausbildungen.

Alle Verbundproben versagten beim Herstellen in der Keramik und waren dabei teilweise oder vollständig beschädigt. Für die Verbundproben 1 - 3 war es unerheblich welcher Keramikformkörper und welches Lotformteil zum Verbinden mit dem planen Metallteil ausgewählt wurde. Die Schädigung ging prinzipiell vom freien Rand der Keramik aus los, wo der durch das Lot benetzte Randbereich in die lotfreie Oberfläche überging (vgl. Abbildung 47a). In welchem Abstand zur stirnseitigen Grenzfläche das Versagen in der Keramikoberfläche initiierte war allein davon abhängig, wieviel Lotangebot zur Verfügung stand, die Keramikoberfläche zu benetzen. Für die Verbundproben 7 - 11 wurde das gleiche Versagen in der Keramik beobachtet (vgl. Abbildung 47b), wie für die Verbunde 1 - 3.

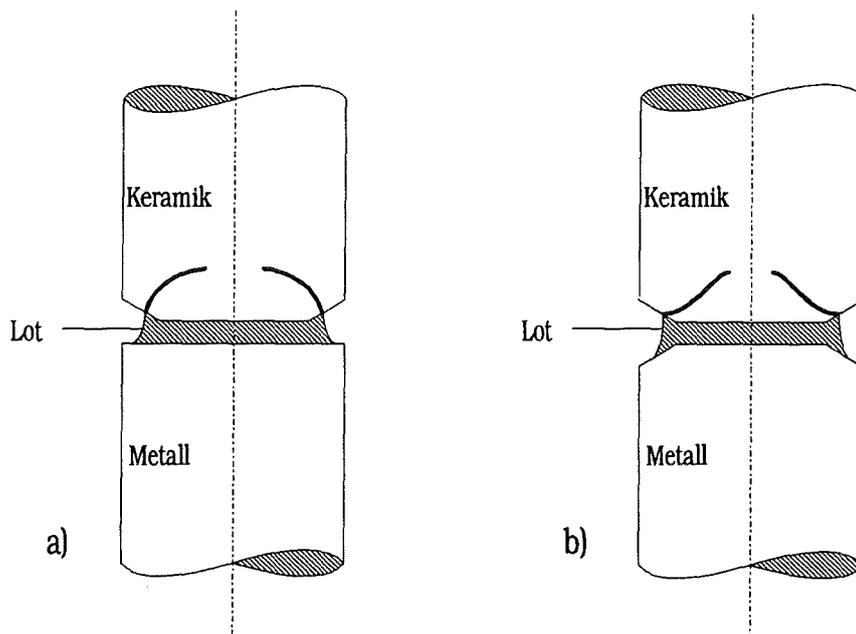


Abbildung 47a - b: Bruchverläufe schematisch für verschiedene Stirnverbundproben:
 a) Verbundproben 1 - 3, b) Verbundproben 7 - 11,

Bei den Verbundproben 4 - 6 waren zwei Bruchereignisse zu unterscheiden:

- 1) Bilden die planen Keramikformteile mit den angefasten Metallteilen und der Lotschicht die in Abbildung 47c dargestellte Randkonfiguration aus, dann initiierte das Versagen in der Stirnseite der Keramik, in Höhe des Umfangs der Fügefläche des metallischen Verbundpartners. Das Aussehen der Lothohlkehle blieb ohne Einfluß auf den Ursprung dieser Schädigung.
- 2) Benetzte das Lot die Stirnseite der Keramik bis zur freien Kante, so war zusätzlich ein Kantenriß aufgetreten, wie es die Abbildung 47d zeigt.

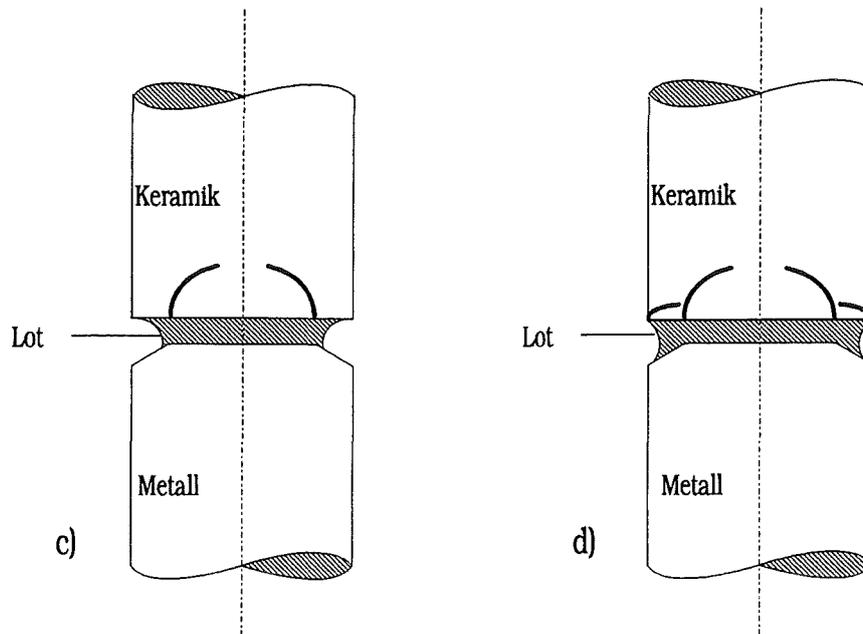


Abbildung 47c - d: Bruchverläufe schematisch für die Stirnverbundproben 4 - 6:

4.2. Stumpfe Stirnverbundprobe mit lasertexturierter Fügefläche der Keramik

Bei diesem Verbundprobentyp wurden vor dem Löten kleine kegelige Vertiefungen in die Stirnseite des Keramikkörpers durch beschießen mit einem Laserstrahl eingebracht (vgl. Abbildung 30, Kapitel 3.2.2.2). Die so vorbereitete Keramik wurde mit dem Vergütungsstahl Ck45 durch Aktivlöten verbunden (vgl. Abbildung 48).

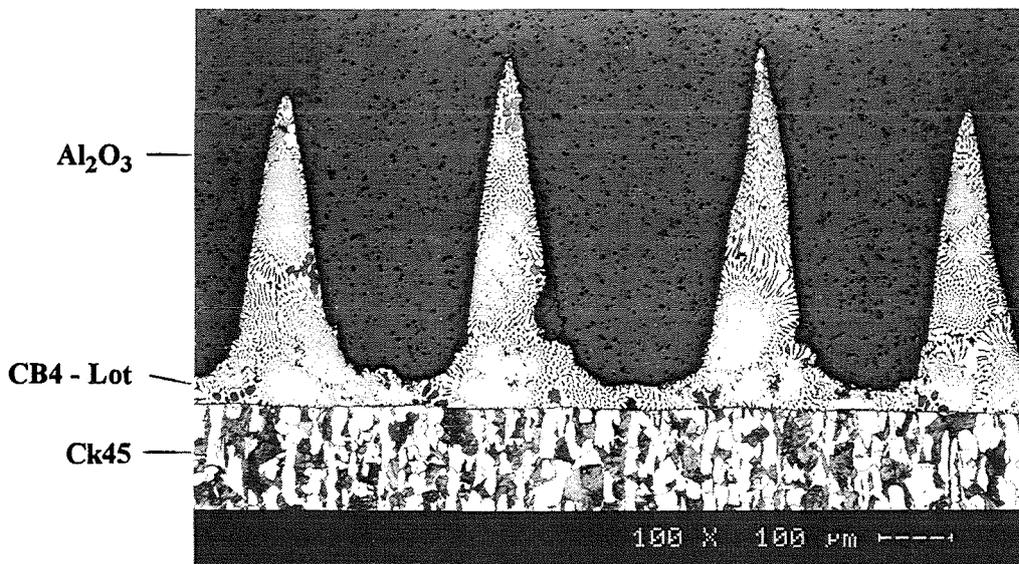


Abbildung 48: Ausschnitt aus dem Lötnahtbereich einer stumpfen Stirnverbundgeometrie mit lasertexturierter Keramikoberfläche im Querschliff.

Die Verbundprobe versagte beim Herstellen während dem Abkühlen. Das Versagen durch thermisch induzierte Eigenspannungen initiierte direkt am Materialübergang Keramik / Lot des freien Randes (lotfreier Keramikoberfläche), beziehungsweise in einem Abstand von 200 - 400 µm zur Grenzfläche (Keramikoberfläche mit Lot benetzt), und lenkte dann in die Keramik aus. Die gekrümmte Bruchfläche zeigte das typische kalottenförmige Aussehen (vgl. Abbildung 49).

Der Eigenspannungsriß entfernte sich weiter von der Grenzfläche, als die kegeligen Vertiefungen in die Keramik hineinragten, so daß eine "Bruchausheilung" durch ein Stoppen der Schädigung im Lot nicht gegeben war.

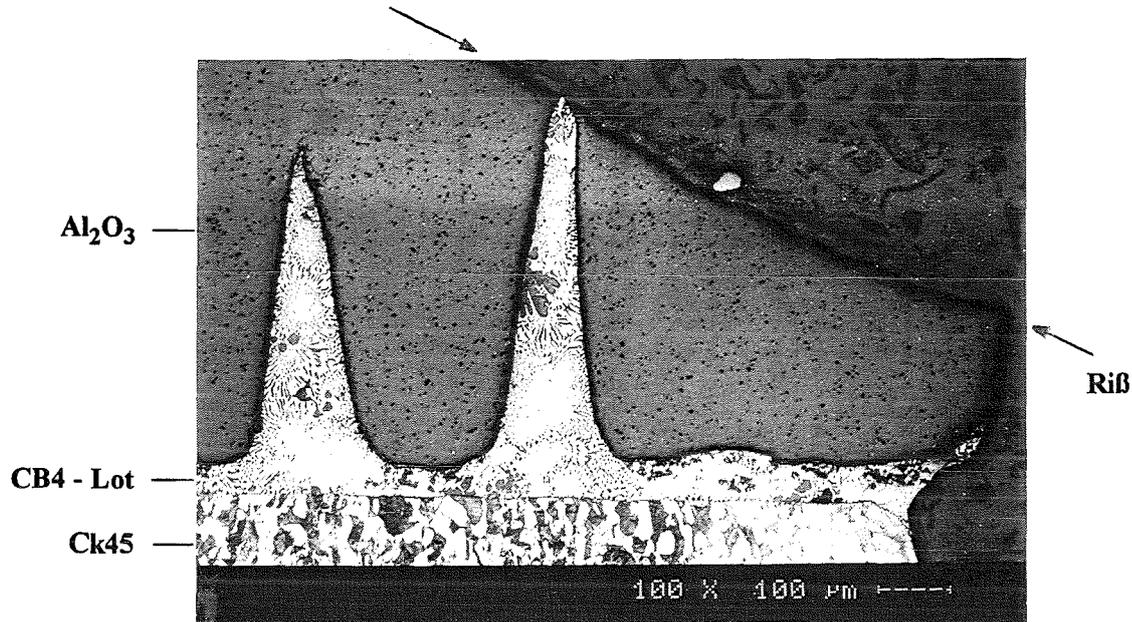


Abbildung 49: Versagen durch Eigenspannungen einer stumpfen Stirnverbundgeometrie mit lasertexturierter Keramikoberfläche im Querschliff.

Um die reale Oberflächenstruktur der Keramik mit der Finite Element Methode modellieren und berechnen zu können, wurden mehrere Schnitte senkrecht zur laserbearbeiteten Oberfläche gemacht. Dabei sind im wesentlichen zwei Strukturen zu unterscheiden, wie sie in den Abbildungen 50 und 51 zu sehen sind.

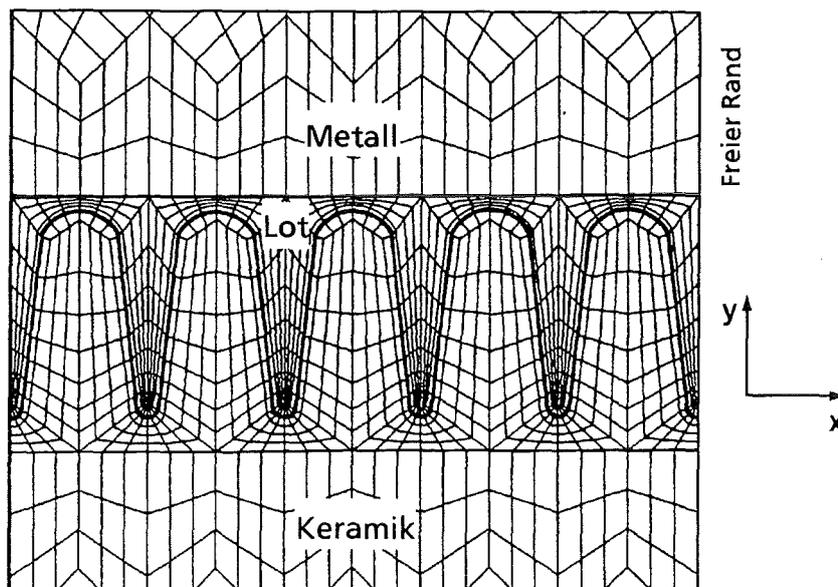


Abbildung 50: Ausschnitt der FE - Struktur 1 für den Verbund mit lasertexturierter Keramik und auslaufenden Vertiefungen am freien Rand.

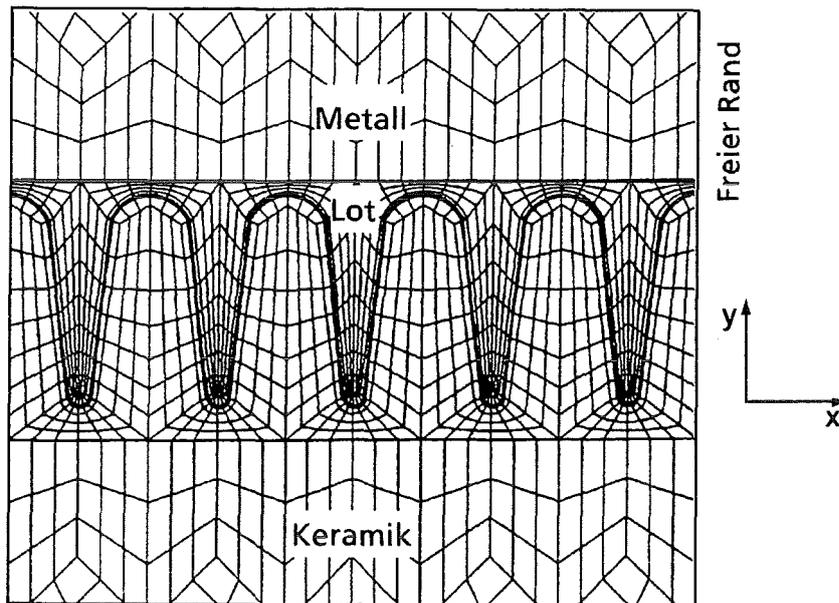


Abbildung 51: Ausschnitt der FE - Struktur 2 für den Verbund mit lasertexturierter Keramik und minimaler Lotschichtdicke am freien Rand.

Der Keramikkörper besitzt an seiner Stirnseite eine texturierte Oberfläche von symmetrisch aneinander gereihten kegelförmigen Vertiefungen der Tiefe $t = 0.45$ mm. Der Radius der Rundung an der tiefsten Stelle beträgt $r = 0.01$ mm und für die Keramikstege an der Stirnseite $r = 0.09$ mm. Der Abstand zwischen zwei Vertiefungen beträgt 0.15 mm. Die beiden Ausschnitte in den Abbildungen 50 und 51 zeigen ein Drittel von der Gesamtbreite der Originalstruktur.

Zur thermischen Belastung der Verbundprobe beim Abkühlen wurden elastische FE -Rechnungen im ebenen Dehnungszustand durchgeführt. Für die Struktur 1 mit auslaufenden Vertiefungen treten am Materialübergang Keramik / Lot des freien Randes die höchsten Zugnormalspannungen σ_y auf (vgl. Abbildung 52).

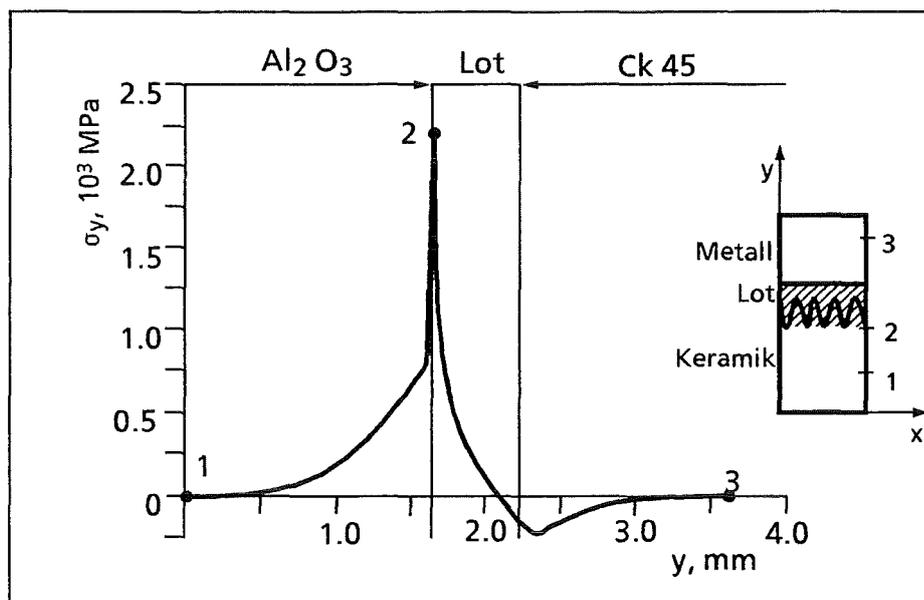


Abbildung 52: Normalspannungen σ_y entlang des freien Randes für die FE - Struktur 1.

Für die Struktur 2 liegen die maximalen Zugnormalspannungen σ_y an der freien Keramikoberfläche in Höhe der Vertiefung (Stelle 2, vgl. Abbildung 53) vor.

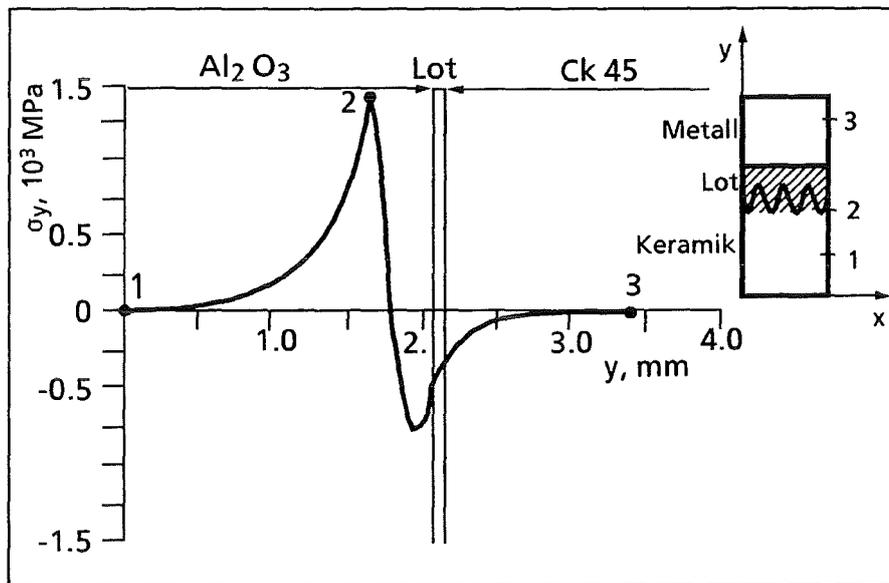


Abbildung 53: Normalspannungen σ_y entlang des freien Randes für die FE - Struktur 2.

Diese hohen Zugnormalspannungen σ_y sind verantwortlich für das Versagen des Verbundes in der Keramik. Im Bereich der texturierten Oberfläche werden die Stege der Keramik auf Zug belastet, während das Lot auf Druck beansprucht wird. Ferner werden die schrägen Flanken der Keramik nahe des freien Randes stark auf Schub beansprucht.

4.3. Stirverbundproben mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen

4.3.1. Innenfase Keramik / Außenfase Metall

In Kapitel 3.2.2.2, Abbildung 31 wurde der Verbund mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen vorgestellt. Für diese Verbundprobe wurde die Fügefläche in der Keramik stirnseitig durch Innenschleifen herausgearbeitet und der metallische Verbundkörper wurde als Gegenstück entsprechend angepaßt.

In Kapitel 2.3.2.2 wurde für diesen Verbund mit den Randwinkeln $\theta_1 = -45^\circ$ und $\theta_2 = 135^\circ$ für den Materialübergang 1 - 2 (Keramik / Lot) der K - Faktor berechnet. In Abbildung 54 ist das Versagen durch Abkühleigenspannungen beim Herstellen dieser Verbundgeometrie im Querschliff zu sehen.

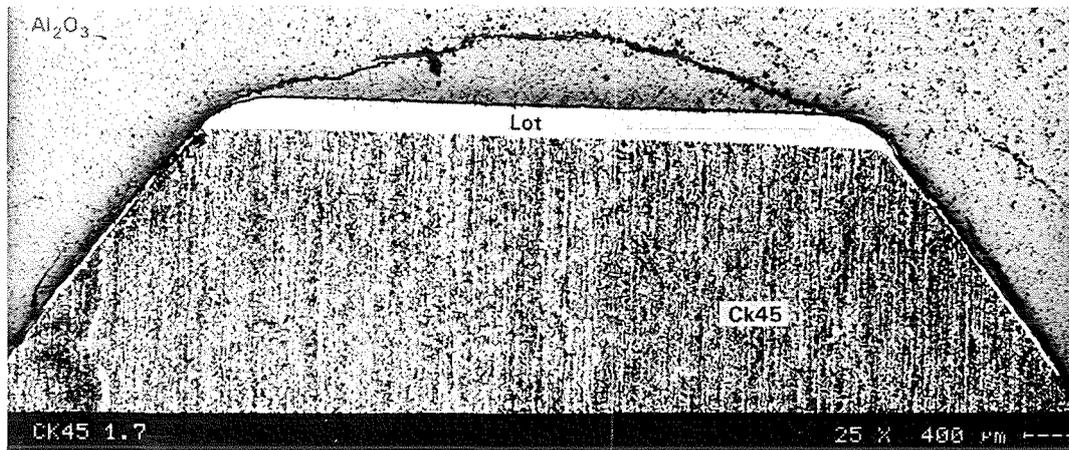


Abbildung 54: Versagen durch Abkühleigenspannungen im angefasten Verbund mit Innenfase Al_2O_3 / Außenfase Ck45.

Im Bereich der Schrägen breitet sich die Schädigung sowohl entlang des Materialüberganges Metall / Lot, als auch entlang der Grenzfläche Lot / Keramik aus. Am Materialübergang Lot / Keramik des freien Randes beginnt ein Riß in der Grenzfläche ein kurzes Stück (200 - 500 μm) zu laufen, ehe dieser in die Keramik auslenkt und parallel zur Grenzfläche weiterläuft. Dieser Riß stoppt auf halber Höhe der Schrägen und hat keinerlei makroskopische Verbindung zur Grenzflächenschädigung. In der Keramik treten im Bereich der Fase, eingeschlossen der freie Rand zum Materialübergang Lot / Keramik hin, reine Drucknormalspannungen auf (siehe Abbildung 55). Im Bereich der Schrägen dominiert in den Materialübergängen die Schubbeanspruchung, die für das Versagen in der Grenzfläche und in nächster Nähe dazu in der Keramik verantwortlich ist.

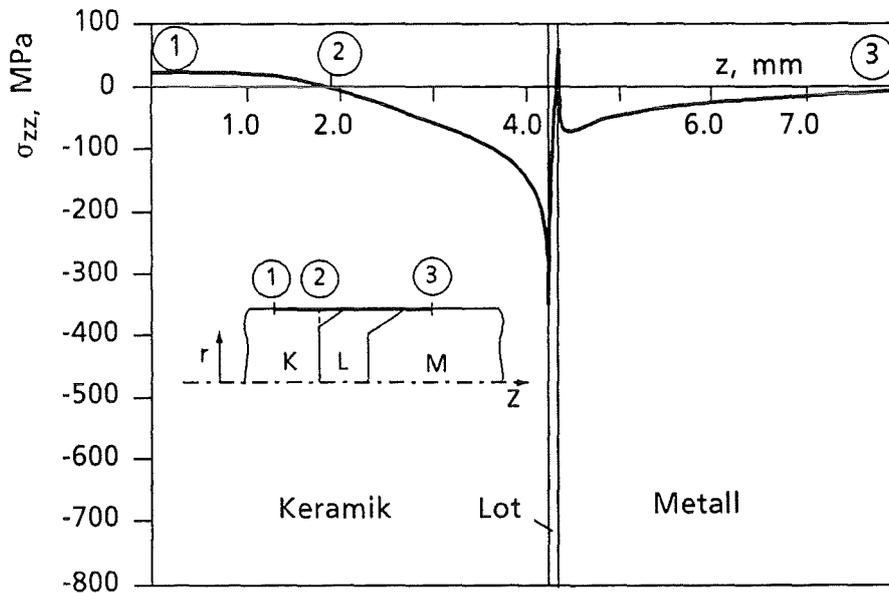


Abbildung 55: Normalspannungen σ_{zz} im freien Randbereich.

Im Bereich des ebenen Plateaus läuft der Riß - ausgehend vom Übergang Fase / Plateau - in der Keramik weiter, wobei der typische, kalottenförmige Ausbruch zu sehen ist. An diesem inneren Querschnittsübergang treten in der Keramik am Materialübergang sehr hohe Zugnormalspannungen auf (siehe Abbildung 56).

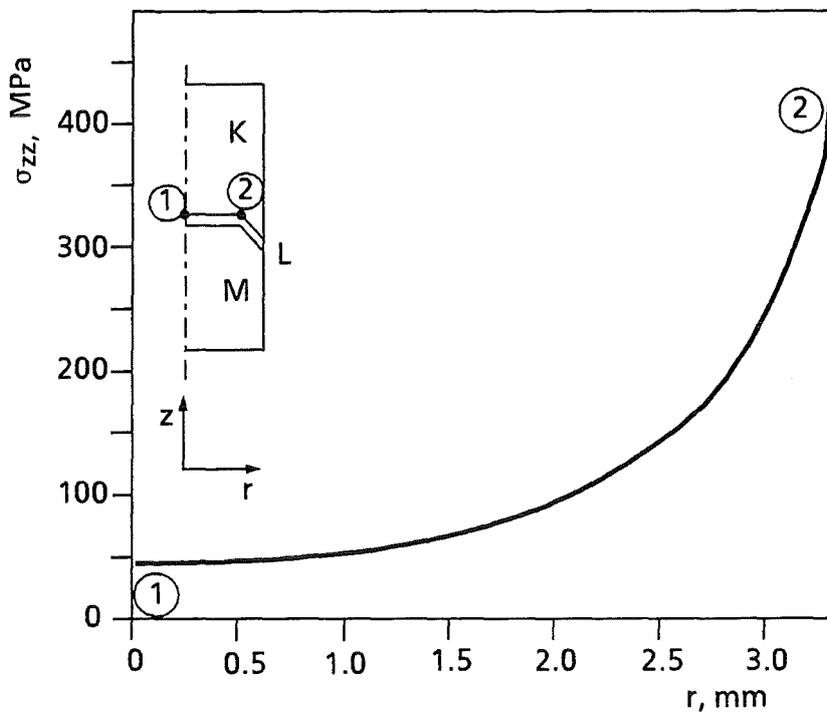


Abbildung 56: Normalspannungen σ_{zz} in der Keramik im Bereich des Plateaus entlang einer Parallelen zur Grenzfläche Lot / Keramik.

4.3.2. Außenfase Keramik / Innenfase Metall

Hier haben nun die Verbundpartner Keramik und Metall die Plätze getauscht. Der K - Faktor für diesen Verbund mit $\theta_1 = 135^\circ$ und $\theta_2 = -45^\circ$ für den Materialübergang 1 - 2 (Keramik / Lot) wurde in Kapitel 2.3.2.3 berechnet. Auch diese Verbundgeometrie versagt aufgrund von Abkühlleigenspannungen bereits beim Herstellen (siehe Abbildung 57). Ein Teil der Schädigung in der Keramik ereignet sich am Übergang Lot / Keramik im freien Randbereich. Zunächst wächst der Riß ein Stück in die Keramik hinein, ehe er sich in axialer und in radialer Richtung verzweigt. Die Rißinitiierung am Materialübergang des freien Randes geht auf sehr hohe Zugnormalspannungen σ_z an dieser singulären Stelle zurück, die qualitativ mit dem Normalspannungsverlauf σ_z in Abbildung 28 (Kapitel 3.2.1) übereinstimmen. Die Normalspannungen σ_z bestimmen zusammen mit den hohen Schubspannungen τ_{rz} das weitere Wachsen dieser Schädigung im Bereich der Schrägen.

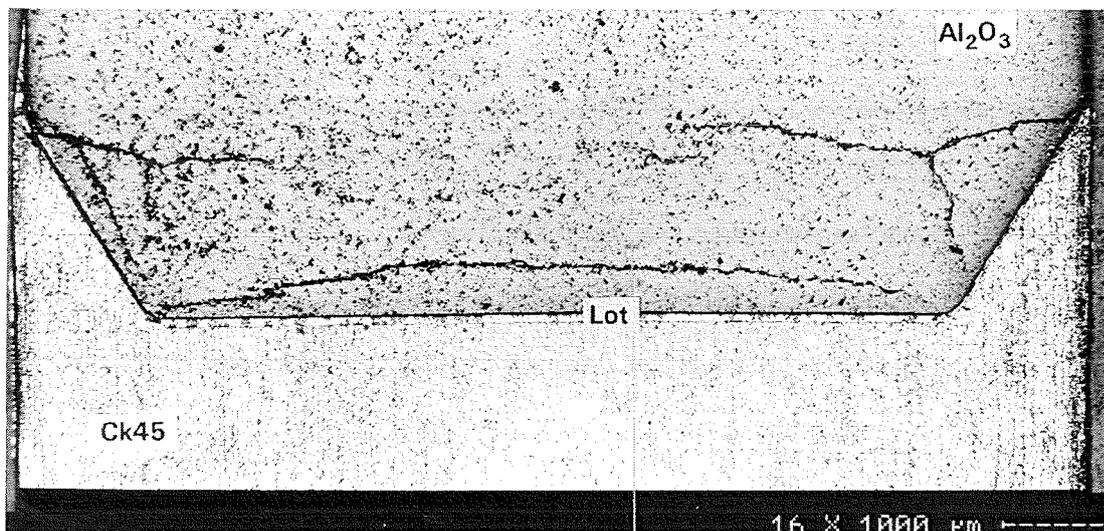


Abbildung 57: Versagen durch Abkühlleigenspannungen im angefasten Verbund mit Innenfase Ck45 / Außenfase Al_2O_3 .

Im Bereich des ebenen Plateaus tritt wieder der kalottenförmige Ausbruch in der Keramik auf, wobei der gekrümmte Riß zu den Übergängen Fase / Plateau hin abfällt. An diesem inneren Querschnittsübergang liegt für die Normal- als auch für die Schubspannung ein lokales Maximum vor. Die gekrümmte Versagenslinie im Plateaubereich resultiert aus einer Normalbeanspruchung, die auf eine erzwungene Biegebeanspruchung der Keramik durch den stärker kontrahierenden Vergütungsstahl zurückgeht.

4.4. Stirverbundproben mit halbkugelförmigen Fügeflächen

4.4.1. Innenhalbkugel Keramik / Außenhalbkugel Metall

Mit der Ausbildung der halbkugelförmigen Fügeflächen wurde der innere Querschnittsübergang (innere Unstetigkeitsstelle) der angefasten Verbundgeometrie entfernt. Im freien Randbereich der Keramik nahe des Materialüberganges Lot / Keramik treten reine Drucknormalspannungen σ_z auf, die qualitativ dem Normalspannungsverlaufe σ_z aus Abbildung 55 für die angefastete Verbundprobe gleichen. Die geometrischen Veränderungen konnten das Versagen aufgrund thermisch induzierter Eigenspannungen beim Abkühlen nicht verhindern (siehe Abbildung 58).

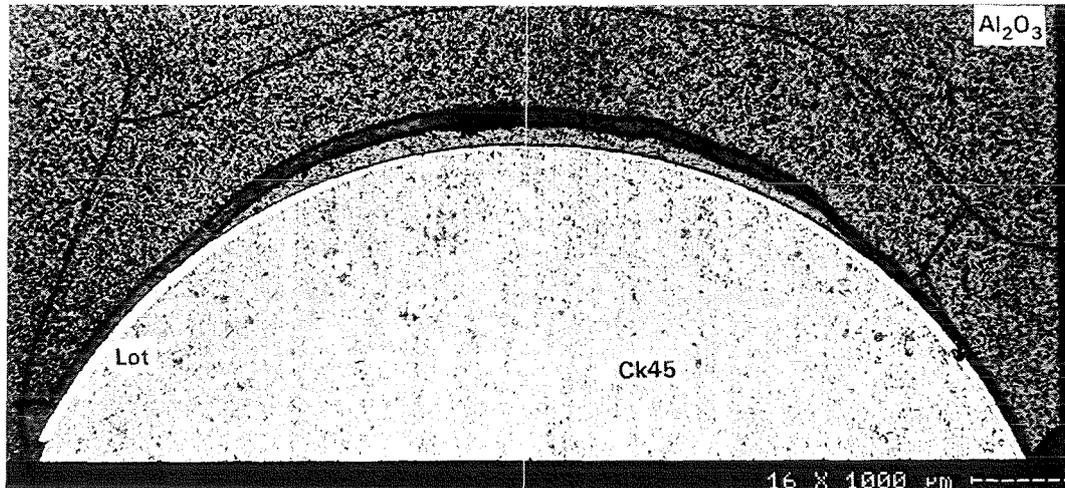


Abbildung 58: Versagen durch Abkühlspannungen im Verbund mit halbkugelförmigen Fügeflächen, (Innenhalbkugel Al_2O_3 , Außenhalbkugel Ck45).

Die Hauptschädigung dieser Verbundprobe beginnt am freien Rand des Materialüberganges Lot / Keramik. In einem größeren Querschnittsbereich kommt es dann zur Ablösung der Keramik vom Lot, ehe das Versagen dann parallel zur Fügefläche in der Keramik weiterläuft und den Verbund total schädigt. Das Lot muß entlang der gewölbten Fügefläche eine sehr hohe Schubbelastung ertragen, die ausgehend vom freien Rand hin zum Scheitel der Halbkugel zunimmt und an der Stelle, wo der Riß in die Keramik auslenkt, maximal wird.

In der Keramik tritt eine weitere Schädigung auf. Diese hat ihren Ursprung im freien Rand in einem Abstand von 2.0 - 2.5 mm zur Grenzfläche. Dabei ist zu beachten, daß der Riß zunächst unter einem flachen Winkel losläuft, und sich anschließend steiler und beinahe parallel zur Hauptschädigung ausbreitet. Diese Schädigung der Keramik wurde erst im Querschliff transparent. Die Drucknormalspannungen σ_z im freien Randbereich der Keramik in nächster Umgebung des singulären Materialüberganges Lot / Keramik wechseln im Abstand von 2.0 mm zu diesem Übergang in den Zugbereich (vgl. Abbildung 55 qualitativ). Im Abstand von ~ 4.0 mm zu diesem Übergang werden die Zugnormalspannungen maximal (~ 220 MPa) und reichen offenbar aus, um diese Schädigung zu initiieren. Mit zunehmendem Abstand nehmen die Normalspannungen erwartungsgemäß auf Null ab.

Die Wirkrichtung der Hauptspannung σ_2 gibt die Ausbreitungsrichtung der realen Eigenspannungsschädigung gut wieder (vgl. Abbildung 59). Die betragsmäßig größere und dazu senkrecht stehende Hauptspannung σ_1 stellt die treibende Kraft der Schädigung dar.

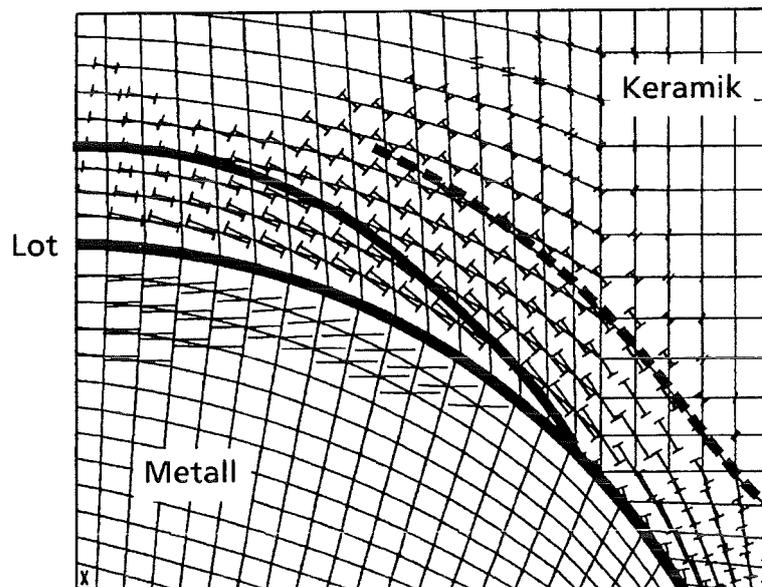


Abbildung 59: Richtungsfeld der Hauptspannung σ_2 für den Stirverbund mit halbkugelförmigen Fügeflächen (Innenhalbkugel Al_2O_3 / Außenhalbkugel Ck45).

4.4.2. Außenhalbkugel Keramik / Innenhalbkugel Metall

Dieser Verbundtyp ist in Abbildung 60 im Querschliff dargestellt und zeigt ebenfalls Versagen durch Abkühlspannungen in der Keramik. Die primäre Schädigung läuft zunächst unter einem flachen Winkel von der Keramikoberfläche aus los und lenkt mit zunehmender Steigung in Richtung der vom Metallpartner eingehüllten Keramikhalbkugel in das Innere der Keramik ab. In einem Abstand von ~ 2.0 mm zum Scheitel der Halbkugel ändert dieser Riß nochmals die Richtung und breitet sich senkrecht zur freien Oberfläche weiter in das Innere der Keramik hinein aus und führt zum totalen Versagen. Senkrecht zum Rißverlauf dieser Primärschädigung gehen Sekundärrisse weg, die abhängig von der lokalen Initiierung unterschiedlich gekrümmt sind, jedoch alle in der Keramik stoppen und nicht bis zur Grenzfläche Lot / Keramik vordringen.

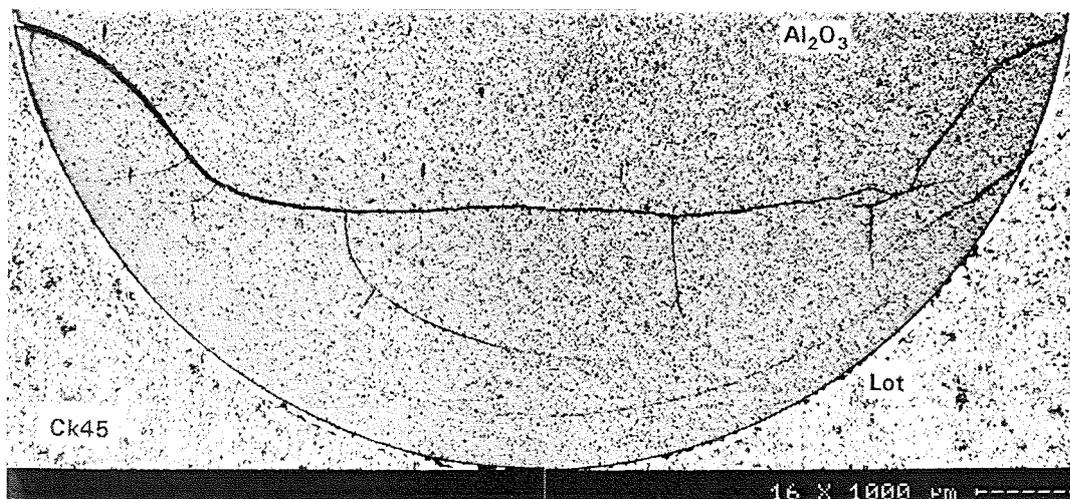


Abbildung 60: Versagen durch Abkühlspannungen im Verbund mit halbkugelförmigen Fügeflächen, (Außenhalbkugel Al_2O_3 , Innenhalbkugel Ck45).

Eigenspannungsberechnungen mit der FEM sagen in der Keramik im Bereich nahe der singulären Stelle, am Materialübergang Lot/Keramik im freien Randbereich, maximale Zugnormalspannungen σ_z voraus.

Aus dem Vektorplot der Hauptspannung σ_1 (Abbildung 61) geht hervor, daß ausgehend von der Keramikoberfläche die Wirklinien der Hauptspannung zunächst senkrecht zur primären Schädigung stehen. Die Keramik erfährt hier neben einer Normalbeanspruchung eine hohe Schubbelastung. Weiter in Richtung der Symmetrieebene hin, liegen die Wirklinien der Hauptspannung σ_1 dann in Richtung der Rißausbreitung, wo die Normalbeanspruchung dominiert. In der Keramik liegt in einem Abstand von 2.0 mm zur gekrümmten Fügefläche ein Richtungswechsel der Hauptspannungen vor, die um etwa 90° drehen. Beim realen Versagen der Verbundprobe treten dort senkrecht zur Primärschädigung die Sekundärrisse auf.

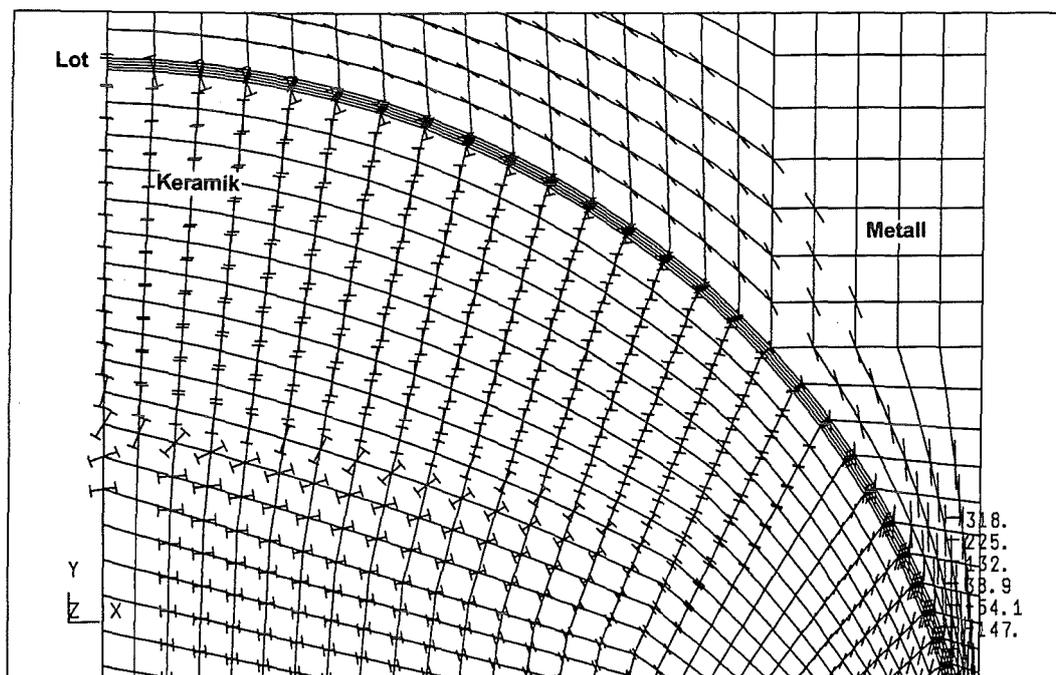


Abbildung 61: Vektorplot der Hauptspannung σ_1 im Bereich der Materialübergänge.

5. Vierpunktbiegeversuche an Keramik - Metall - Verbunden

Zur Bewertung der Lötverbunde wurden Festigkeitsmessungen durchgeführt. Als ein weit verbreiteter Versuch mit relativ einfacher Versuchsführung wurde der Vierpunktbiegeversuch gewählt. Die Festigkeitsuntersuchungen im Vierpunktbiegeversuch wurden an aktivgelöteten, Al_2O_3 - Ni42 - Verbunden unterschiedlicher Fügeflächengeometrien bei Raumtemperatur, in atmosphärischer Umgebung durchgeführt. Der Vierpunktbiegeversuch ist ein rein qualitativer Prüfstest, wobei die daraus resultierenden Biegespannungen ein Maß für die Belastbarkeit des Verbundes darstellen. Die direkte Übertragung der Festigkeitswerte auf Bauteilverbunde ist jedoch unzulässig, da die Festigkeiten im wesentlichen von der Probengeometrie abhängig sind. Für die Werkstoffverbunde haben die thermischen Eigenspannungen, sowie die singulären Spannungen an den Materialübergängen im freien Randbereich, in Folge der thermischen und der mechanischen Belastung, einen maßgeblichen Einfluß auf die erreichbaren Festigkeiten.

5.1. Versuchskonzept

Alle Vierpunktbiegeversuche wurden auf einer elektro - mechanischen Universalprüfmaschine¹ durchgeführt. Die in Abbildung 62 dargestellte Belastungseinrichtung wurde in Anlehnung an die DIN 51110 Teil 1 für die Prüfung von Hochleistungskeramiken [84], beziehungsweise unter Berücksichtigung der Empfehlungen des DVS - Merkblatt 3101, Teil 2 [85], konzipiert. Die Konstruktion der Vorrichtung wurde so ausgeführt, daß kein Torsionsmoment um die Längsachse des Probenkörpers auftritt.

Die Verbundprobe liegt auf zwei Stützrollen auf, die einen Abstand L zueinander haben. Eine Stützrolle liegt auf einer festen Auflage, mit zwei ebenen, zueinander planparallelen Flächen (Schnittdarstellung C - D). Die bewegliche Auflage für die andere Stützrolle ist ein Halbzylinder (Schnittdarstellung A - B). Die bewegliche Lagerung wurde ebenso für die zwei oberen Lastrollen, die im Abstand l zueinander liegen, realisiert. Die Auflagerabstände dieser Belastungsvorrichtung sind $l = 40 \text{ mm}$ und $L = 80 \text{ mm}$. Die Verbundproben wurden in der Belastungsvorrichtung mit Hilfe einer Einlegelehre bis auf $\pm 0.1 \text{ mm}$ genau, mittig ausgerichtet.

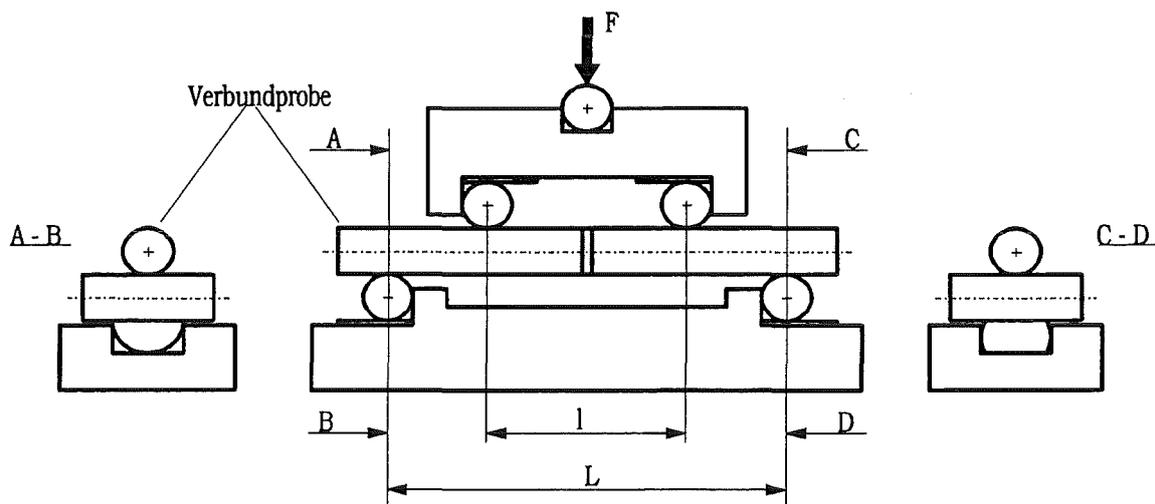


Abbildung 62: Belastungseinrichtung für die Vierpunktbiegeprüfung.

¹ Firma Instron Modell 1361

Die Biegeversuche wurden alle mit stetigem Lastanstieg (800 N/s) in Kraftsteuerung durchgeführt. Die Randfaserspannung nimmt dabei von Null an den beiden äußeren Stützrollen linear zu und wird an den inneren Lastrollen maximal. Die Durchbiegung der Proben ist im Vergleich zu ihrer Höhe sehr klein, so daß der Momentenverlauf und damit die Randfaserspannung im Bereich zwischen den inneren Lastrollen konstant ist.

Mit einem x - y - Schreiber wurde die gemessene Kraft F über der Zeit t aufgezeichnet und zur Berechnung der Biegebruchfestigkeit beziehungsweise der Biegespannung σ_b in die Auswertgleichung (49) eingesetzt.

$$\sigma_b = \frac{M_b}{W_b} \quad (49)$$

mit

$$M_b = \frac{F}{2} \left(\frac{L-1}{2} \right)$$

$$W_b = \frac{\pi d^3}{32} \text{ für zylindrischen Querschnitt, } W_b = \frac{bh^2}{6} \text{ für rechteckförmigen Querschnitt.}$$

Die Festigkeiten der Verbundbiegeproben wurden maßgeblich durch die Festigkeit der Keramik im Verbund bestimmt. Bei der vollkommen spröden Keramik führt die höchste Spannungsspitze an einem bestimmten Fehler - zu unterscheiden sind Oberflächen- und Volumenfehler - zum Versagen. Die zum Versagen führenden Fehler streuen hinsichtlich ihrer Größe und Häufigkeit, woraus die Streuung der Festigkeiten resultiert. Die Streuung der experimentell bestimmten Festigkeiten kann in den meisten Fällen durch die zwei - parametrische Weibull - Verteilung [86],

$$F(\sigma_c) = 1 - \exp\left(-\frac{\sigma_c}{\sigma_0}\right)^m \quad (50)$$

mit den Verteilungsparametern m und σ_0 beschrieben werden.

$F(\sigma_c)$ ist die Wahrscheinlichkeit, daß eine Probe bei der Belastung $\leq \sigma_c$ versagt. σ_0 beschreibt das Festigkeitsniveau bei einer Ausfallwahrscheinlichkeit der Proben von 63.2%. Der Weibullparameter m ist ein Maß für die Streuung der Festigkeiten, wobei ein hohes m für eine geringe Streuung steht. Im Gegensatz zu σ_0 ist der sogenannte Weibullexponent m vom Volumen des Werkstoffs unabhängig.

Bei der Darstellung der Festigkeiten in einem Weibulldiagramm werden die gemessenen Bruchfestigkeiten σ_c zunächst der Größe nach geordnet. Dann wird jedem Wert $i=1\dots n$ eine Versagenswahrscheinlichkeit F_i zugeordnet. Dazu wird folgende Beziehung angewandt

$$F_i = \frac{i - 0.3}{n + 0.4} \quad (51)$$

Logarithmiert man die Gleichung (50) und stellt entsprechend um, so ergibt sich ein linearer Zusammenhang

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1 - F} \right) = m \ln \sigma_c - m \ln \sigma_0 \quad (52)$$

In der Auftragung von $\ln \ln (1 / (1 - F))$ über $\ln \sigma_c$ entspricht die Steigung der Geraden dem Weibullexponent m . σ_0 beschreibt die Lage der Geraden im Weibulldiagramm.

Die Ausgleichsgerade und damit die Parameter m und σ_0 werden ausschließlich rechnerisch mit Hilfe der Maximum - Likelihood - Methode [87] bestimmt. Die Konfidenzintervalle von m und σ_0 werden aus der Tabelle bestimmt, wie sie in DIN 51110 Teil 3 [84] aufgeführt sind.

In Abbildung 63 sind die Ergebnisse für die Vierpunktbiegeprüfung einer Charge von 28 zylindrischen Al_2O_3 - Keramikstäben² im Weibulldiagramm dargestellt. Die homogenen Keramikstäbe hatten einen Durchmesser von $\varnothing = 10$ mm und waren 100 mm lang. Die Weibull - Parameter wurden zu $m = 13.0$ und $\sigma_0 = 373$ MPa bestimmt. Die Proben brachen alle zwischen den inneren Lastrollen.

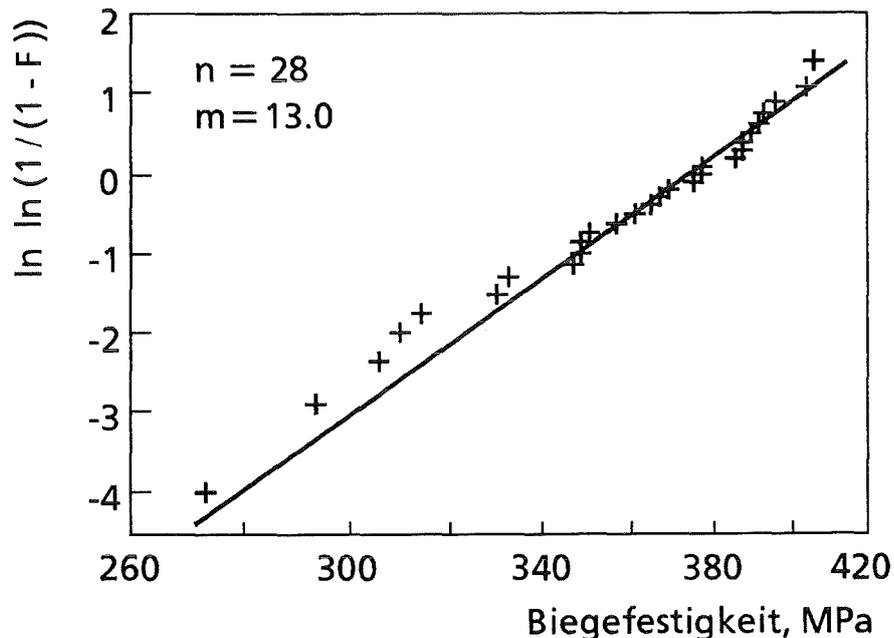


Abbildung 63: Festigkeiten für zylindrische Al_2O_3 - Stäbe in Weibull Darstellung.

Durch fraktographische Untersuchungen am REM konnte der Bruchursprung an sechs Proben eindeutig an der Oberfläche lokalisiert werden. Die Biegefestigkeiten dieser Proben liegen im Bereich $300 \text{ MPa} < \sigma_B < 365 \text{ MPa}$. Die Proben versagten an einer ca. 100 - 140 μm tiefen und über eine Kreisbogenlänge $b = 0.8 - 1.2$ mm geschädigten Zone (vgl. Abbildung 64).

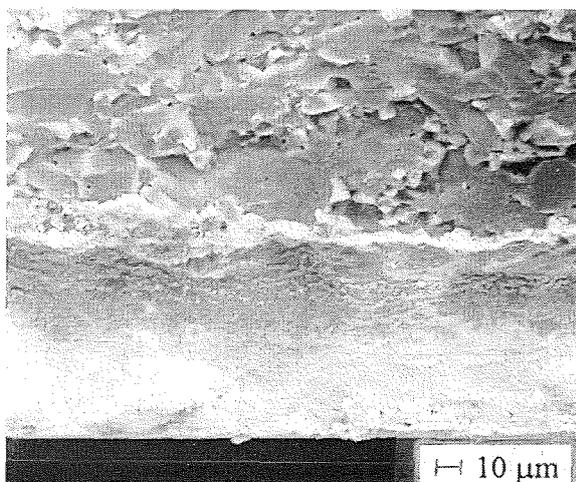


Abbildung 64: Bruchursprung einer Al_2O_3 - Biegeprobe (REM - Aufnahme).

² AL23, Firma Friedrichsfeld, Mannheim

5.2. Biegefestigkeiten verschiedener Stirnverbunde

5.2.1. Stumpfe Stirnverbundprobe

Die stumpfe Stirnverbundgeometrie wurde einmal mit zylindrischem Fügequerschnitt im Durchmesser $\varnothing = 10$ mm, mit einer Gesamtlänge von 100 mm, und mit rechteckförmigen Fügeflächen der Abmessungen $b \times h = 11 \times 10$ mm² ebenfalls 100 mm lang, hergestellt. Die beiden Auflageflächen der rechteckigen Verbundproben wurden nach dem Löten durch mechanisches Schleifen nachbearbeitet, um die geforderte Planparallelität zu gewährleisten. Die Kanten wurden mit einer Fase von 0.1 mm \times 45° gebrochen. Die zylindrischen Verbundproben hingegen wurden direkt, ohne zusätzliches Nacharbeiten, der mechanischen Biegebeanspruchung unterzogen. Die Festigkeiten aus den Vierpunktbiegeversuchen sind der Weibulldarstellung in Abbildung 65 zu entnehmen. Die Verteilungsparameter m und σ_0 sind in Tabelle 15 aufgeführt.

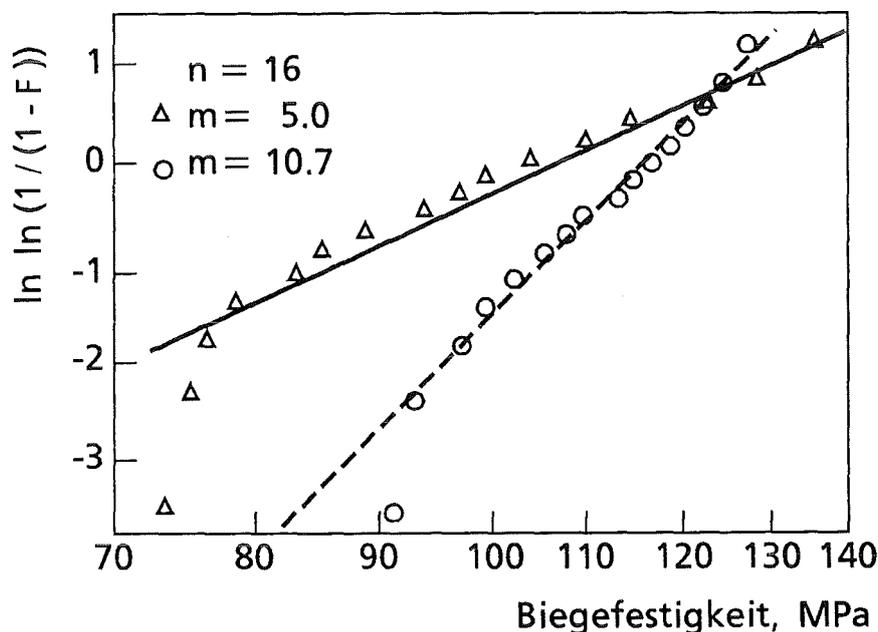


Abbildung 65: Weibullverteilung der Vierpunktbiegefestigkeiten für die stumpfe Stirnverbundproben mit zylindrischem (Δ) und rechteckigem (O) Fügequerschnitt.

stumpfe Stirnverbundprobe	m	σ_0 (MPa)
zylindrischer Fügequerschnitt	5.0	106
rechteckiger Fügequerschnitt	10.7	115

Tabelle 15: Weibullparameter zur Festigkeitsverteilung in Abbildung 65.

Die Verbundproben beider Querschnittsformen versagen in der Keramik nahe der Grenzfläche. Das Bruchbild der rechteckigen Verbundprobe gleicht der Brucherscheinung, wie sie in Abbildung 25 für das Versagen durch Abkühlspannungen im Al_2O_3 - Ck45 - Verbund aufgezeigt ist. Die Wölbung ist in der Mitte der gekrümmten Bruchfläche maximal und fällt an den freien Kanten zum Materialübergang Lot / Keramik hin ab. Bei den zylindrischen Verbundproben war allgemein der kalottenförmige Ausbruch aus der Keramik zu beobachten, wobei die Krümmung der Bruchfläche auf der Zugseite meist größer war, als auf der Druckseite (siehe Abbildung 66).

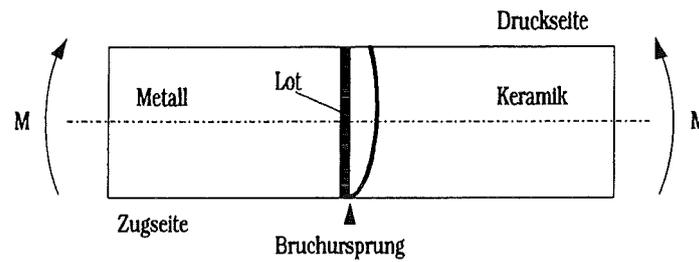


Abbildung 66: Versagen der stumpfen Al_2O_3 - Ni42 - Stirnverbundprobe unter Vierpunktbiegebelastung.

5.2.2. Stirnverbundproben mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen

Für beide Probenvarianten der Stirnverbundgeometrie mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen, einmal die Verbundprobe mit Innenfase Al_2O_3 und Außenfase Ni42 beziehungsweise mit vertauschter Anordnung der Verbundpartner, wurden je 16 Proben aus einer Lötcharge im Vierpunktbiegeversuch getestet. Die zugehörige Festigkeitsverteilung ist im Weibulldiagramm in Abbildung 67 dargestellt. Die entsprechenden Verteilungsparameter m und σ_0 sind der Tabelle 16 zu entnehmen.

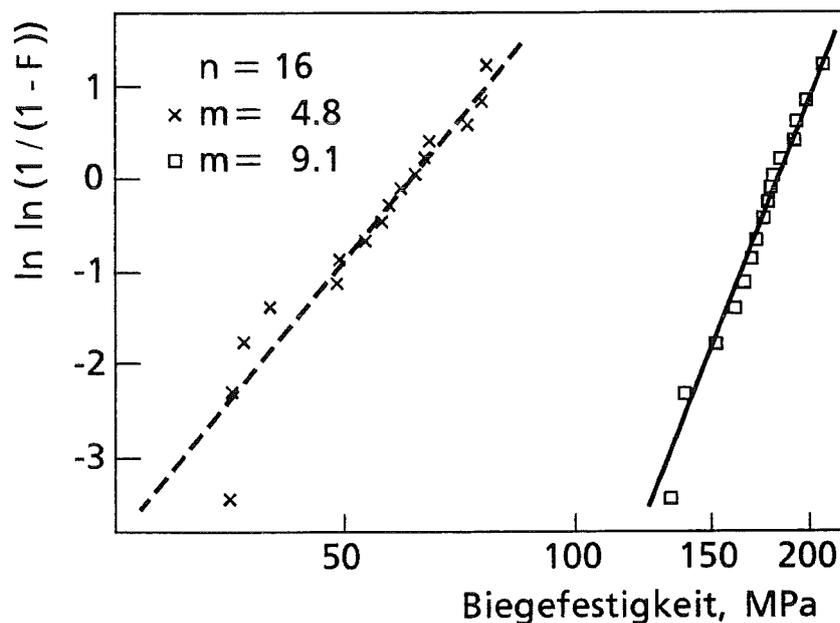


Abbildung 67: Weibullverteilung der Vierpunktbiegefestigkeiten für die Stirnverbundproben mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen, Innenfase Al_2O_3 / Außenfase Ni42 (x) und Außenfase Al_2O_3 / Innenfase Ni42 (□).

Stirnverbundproben mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen	m	σ_0 (MPa)
Innenfase Al_2O_3 , Außenfase Ni42	4.8	60.4
Außenfase Al_2O_3 , Innenfase Ni42	9.1	183

Tabelle 16: Weibullparameter zur Festigkeitsverteilung in Abbildung 67.

Die Festigkeitsverteilung der Verbundprobe mit Innenfase Al_2O_3 und Außenfase Ni42 weist eine große Streuung bei nur niedrigen Festigkeiten auf. Eine geometrische Fehlpassung der beiden Fügeflächen war verantwortlich dafür, daß im Bereich des ebenen Plateaus der kegelförmigen Fügefläche sich eine dickere Lotschicht ausbildete und dafür entlang der schrägen Fase nicht mehr ausreichend Lot zur vollständigen Benetzung zur Verfügung stand. Die Keramik war nach dem Löten bereits vorgeschädigt. Der Ri erstreckte sich von der Grenzfläche Lot / Keramik, direkt am inneren Übergang von mit Lot benetzter Oberfläche zur lotfreien Oberfläche, bis zur äußeren Keramikoberfläche. In Abbildung 68 ist diese Vorschädigung der Keramik, sowie der gesamte Bruchverlauf nach der Vierpunktbiegeprüfung schematisch dargestellt. Der Ri aus der Vierpunktbiegebelastung trifft auf der Druckseite der Verbundbiegeprobe neben der Vorschädigung auf die Keramikoberfläche.

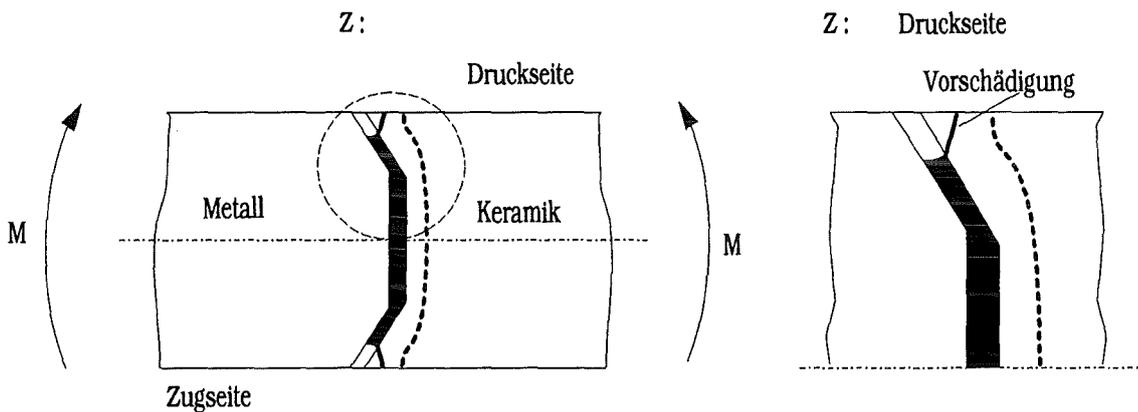


Abbildung 68: Versagen der Stirnverbundprobe mit Innenfase Al_2O_3 / Außenfase Ni42 unter Vierpunktbiegebelastung.

Die Biegefestigkeiten der Verbundprobe mit umgekehrter Anordnung der Materialien sind bei wesentlich geringerer Streuung im Mittel um das dreifache höher. Das Versagen ereignet sich ausschließlich in der Keramik, wobei der Bruchsprung an der auf Zug beanspruchten freien Keramikoberfläche, am Materialübergang Lot / Keramik liegt. Der leicht gekrümmte Riverlauf der Gesamtschädigung ist in Abbildung 69 zu sehen.

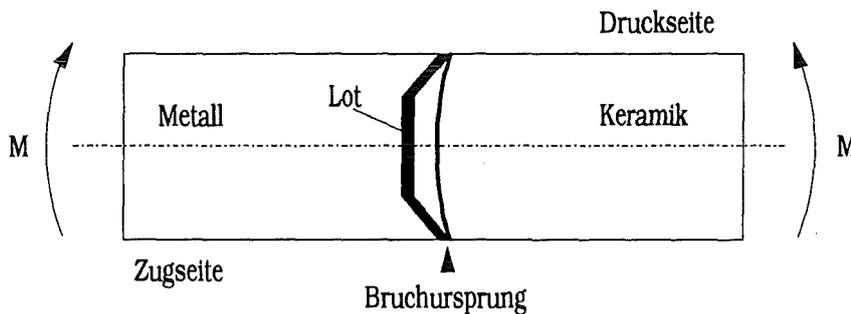


Abbildung 69: Versagen der Stirnverbundprobe mit Außenfase Al_2O_3 / Innenfase Ni42 unter Vierpunktbiegebelastung.

5.3. Diskussion der Ergebnisse

Das Weibulldiagramm in Abbildung 70 enthält die Festigkeitsverteilungen aller zylindrischen Verbundproben, einschließlich der für die homogene Keramikprobe. Die Festigkeit der homogenen Keramik ist höher, als die Festigkeit der durch thermische Eigenspannungen belasteten Keramik im Verbund. Die erreichten Festigkeiten für die einzelnen Verbundproben unterscheiden sich dabei deutlich voneinander. So wurde für die Stirnverbundprobe mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen (Innenfase Ni42 / Außenfase Al₂O₃) die höchsten Festigkeiten bei der niedrigsten Streuung bestimmt. Für die stumpfe Stirnverbundgeometrie sind die Festigkeiten höher, als für die Stirnverbundprobe mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen (Innenfase Al₂O₃ / Außenfase Ni42), wobei die Weibullexponenten m annähernd gleich sind.

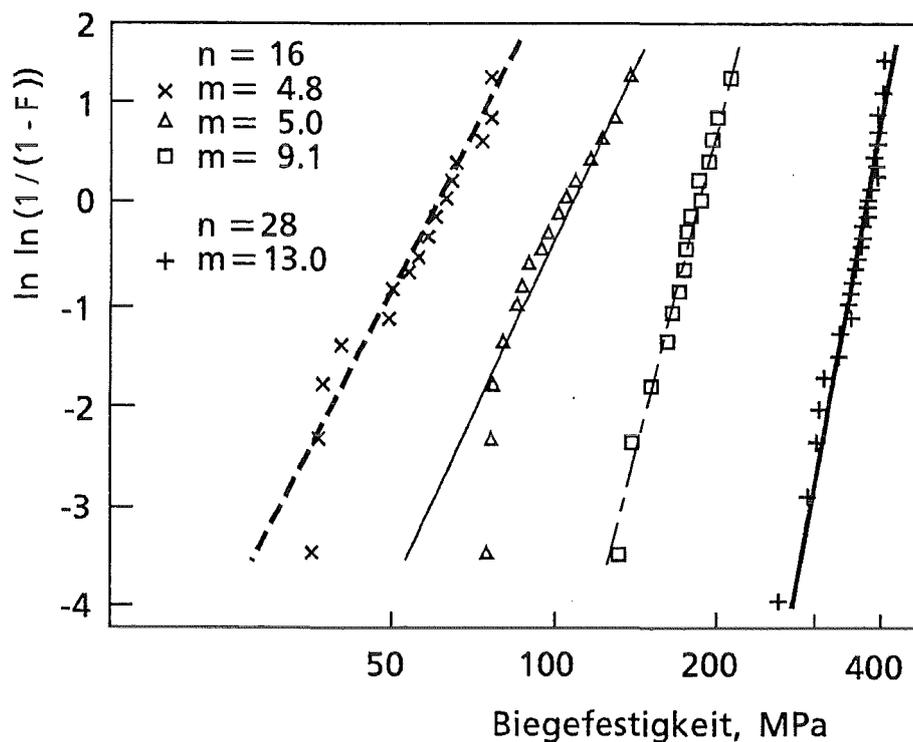


Abbildung 70: Weibullverteilung der Vierpunktbiegefestigkeiten für die zylindrischen Stirnverbundproben:

- (\times) Stirnverbundprobe mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen
Innenfase Al₂O₃ / Außenfase Ni42.
- (Δ) stumpfe Stirnverbundgeometrie Al₂O₃ / Ni42.
- (\square) Stirnverbundprobe mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen
Außenfase Al₂O₃ / Innenfase Ni42.
- ($+$) homogene Al₂O₃ - Probe.

Für alle im Biegeversuch getesteten Keramik- und Keramik - Metall - Verbundproben sind in Tabelle 17 die ermittelten Weibullparameter und ihre Konfidenzintervalle zusammengefaßt. Die Konfidenzintervalle beziehen sich auf das Konfidenzniveau 90%.

Probe	σ_0 [Konf.-Int.] (MPa)	m [Konf.-Int.]
homogene Al ₂ O ₃ - Keramik	373 [364 , 383]	13 [10.1 , 16.8]
stumpfer Stirnverbund (zylindrisch)	106 [97 , 116]	5 [3.5 , 7.0]
stumpfer Stirnverbund (rechteckig)	115 [110 , 120]	10.7 [7.7 , 15.2]
Kegelstumpf (Innenfase Al ₂ O ₃ / Außenfase Ni42)	60.4 [55 , 67]	4.8 [3.1 , 6.2]
Kegelstumpf (Außenfase Al ₂ O ₃ / Innenfase Ni42)	183 [174 , 192]	9.1 [6.5 , 12.9]

Tabelle 17: Weibullparameter und ihre Konfidenzintervalle der Festigkeitsverteilungen für die Keramik- und Keramik - Metall - Verbundproben aus Biegeversuchen.

Die Konfidenzintervalle des Weibullparameters m der homogenen Keramik sollte sich mit dem, der in der Keramik gebrochenen Verbundproben überschneiden, da die gleichen Halbzeuge der Al₂O₃ - Keramik (AL23) verwendet wurden. Im Rahmen der Konfidenzintervalle stimmen die Werte für den Weibullexponenten m der homogenen Keramikprobe, der rechteckigen Stirnverbundprobe, und der Stirnverbundprobe mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen (Außenfase Al₂O₃, Innenfase Ni42) überein. Der σ_0 - Wert der homogenen Keramik ist um das 2 - 6 - fache höher, als für die beiden Verbundproben. Der Mehrachsigkeitseffekt bei den Verbundproben - aus thermischer und mechanischer Belastung bedingte Spannungssingularitäten an den Materialübergängen der freien Oberfläche - reduziert die Festigkeiten gegenüber der homogenen Keramik.

Für die zylindrische Stirnverbundprobe und für die Stirnverbundprobe mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen (Innenfase Al₂O₃, Außenfase Ni42) sind die Werte für den Weibullexponenten m unvereinbar mit denen der anderen Biegeproben. Die lokal unterschiedliche und mehrachsige Eigenspannungsbeltung der Keramik in den beiden Verbundprobentypen infolge der thermischen und mechanischen Belastung, sowie mögliche Fehler bei der individuellen Handhabung im Herstellungsprozeß, erklären dieses Verhalten.

Im Vergleich der stumpfen Stirnverbunde enthalten die zylindrischen Stirnverbunde möglicherweise etwas größere Fehler am bruchauslösenden Materialübergang Keramik / Lot, die dazu stärker streuen, als beim rechteckigen Stirnverbund. Durch das mechanische Schleifen der Auflageflächen bei der rechteckigen Stirnverbundprobe nach dem Löten könnte die Fehlergröße am Materialübergang Keramik / Lot minimiert worden sein. Die durchgeführten Bruchflächenanalysen am REM konnten diese Vermutung nicht eindeutig bestätigen.

Bei der Stirnverbundprobe mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen (Innenfase Al₂O₃, Außenfase Ni42) waren in Folge einer geometrischen Fehlpassung die Schrägen der kegelstumpfförmigen Fügefläche nur unvollständig mit Lot benetzt (vgl. Abbildung 68). Dieser lotfreie Spalt wirkt bei der Biegebeanspruchung als Kerbe, wobei die erreichbaren Festigkeiten erheblich herabgesetzt werden und stark streuen. So wurden für diese Verbundgeometrie die niedrigsten Festigkeiten bestimmt. Mit Hinblick auf die Ergebnisse der Eigenspannungsberechnungen mit der FEM, werden für diese Verbundprobe Druckspannungen am singulären Materialübergang Lot / Keramik vorhergesagt.

Für die Verbundgeometrie mit umgekehrter Anordnung der Verbundpartner Al₂O₃ und Ni42 wurden, wie bei der stumpfen Stirnverbundprobe, an der Keramikoberfläche nahe dem singulären Übergang Lot / Keramik Zugeigenspannungen bestimmt, die den Bruchursprung im realen Verbund festlegen. Die höheren Festigkeiten der Stirnverbundprobe mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen (Außenfase Al₂O₃ / Innenfase Ni42) gegenüber der stumpfen Stirnverbundprobe der gleichen Materialpaarung stehen vermutlich in Verbindung mit dem K - Faktor (vgl. Kapitel 2.3).

6. Zugversuche an Keramik - Metall - Verbunden

Die Zugprüfung ist wie der Vierpunktbiegeversuch ein qualitativer Prüfstest und läßt keine direkte Übertragung der Festigkeiten auf ein Bauteil zu. Im einachsigen Zugversuch liegt bei homogenen Materialien im Prüfquerschnitt der Zugprobe ein homogener Spannungszustand vor, wobei der größte Fehler zum Versagen führt. Bei den Biegeproben bestimmen hier die Fehler an der auf Zug belasteten Oberfläche die Festigkeit. Die Zugversuche an gelöteten Keramik - Metall - Verbunden hatten zum Ziel, den gesamten Fügequerschnitt einer homogenen äußeren Belastung zu unterziehen und damit ein größeres Probenvolumen zu testen.

6.1 Versuchskonzept

Konkrete Richtlinien für die Zugprüfung von gelöteten Verbindungen sind in der Literatur bislang ausschließlich für den gelöteten Verbund zwischen zwei gleichen Materialien zu finden. Die DIN 8525 Teil 3 [88] beschreibt das Vorgehen zur Zugprüfung von Hartlötverbindungen Metall - Metall. Die Zugprobe ist eine gefügte Rundprobe mit Gewindeköpfen zur Probeneinspannung. Die ASTM Spezifikation F19 - 64 [89, 90] ist die Empfehlung für eine standardisierte Zugprüfung von metallisiert gelöteten Keramik - Keramik - Verbunden.

Die hier entwickelte Prüfeinrichtung basiert auf dem Vorschlag von Wielage und Ashoff [91], wonach der mit einem Gewinde versehene metallische Fügepartner über eine Schraubverbindung, und die Keramik in eine Klebehülse eingeklebt, in eine Einspannvorrichtung eingebaut werden.

6.1.1 Anforderungen an die Prüfvorrichtung

An die Prüfvorrichtung wird dabei die zentrale Anforderung gestellt, keine Biegemomente zu übertragen, um so eine homogene Spannungsverteilung im Prüfquerschnitt zu ermöglichen. Eine biegemomentfreie Prüfvorrichtung bedeutet:

- die Zugprobe muß momentenfrei eingebaut werden können.
- die Einspannvorrichtung darf während des Zugversuchs keinerlei Exzentrizitäten des Kraftangriffs an der Probe verursachen, die zu Biegemomenten führen.

Beim Einspannen der Zugproben in einer entsprechenden Zugvorrichtung sind zwei Möglichkeiten zu unterscheiden:

- 1) eine (biege)steife Vorrichtung, die das Ausrichten jeder einzelnen Zugprobe, die mit mindestens drei Dehnungsmeßstreifen appliziert ist [92], über entsprechende Einstellmöglichkeiten gewährleistet [93].
- 2) ein biegeschlaffer und selbstausrichtender Versuchsaufbau, wie er hier angestrebt wurde, um einen biegemomentfreien Einbau zu gewährleisten. Das System "Zugprobe / Einspannung" richtet sich unter Zugbelastung so aus, daß außer den durch die Probe selbst verursachten, praktisch keine Biegemomente auftreten.

6.1.2 Prüfvorrichtung mit Kevlarseilen

Zunächst wurden geschmiedete Gliederketten zur Kraftübertragung zwischen der Prüfmaschine und der Zugprobe verwendet. Die bei Zugbelastung zwischen den einzelnen Kettengliedern auftretende Reibung verhinderte eine saubere Ausrichtung, woraus große Streuungen in den Biegedehnungen resultierten.

Mit dem Konzept, das flexible Seile mit Kevlarkern zur Einspannung von Zugproben nutzt, konnten die rein aus dem Versuchsaufbau resultierenden Biegedehnungen reproduzierbar bestimmt und ihre Verursacher gezielt getrennt und beseitigt werden (siehe dazu Kapitel 6.4). Die Kevlarseile der Firma Cusin werden im Bergsport als Sicherungsseile benutzt. Diese Seile haben laut

Herstellerangaben eine Bruchlast von 20 kN und sind dennoch mit einem Durchmesser von nur 5.5 mm sehr dünn.

Die Abbildung 71 zeigt den Versuchsaufbau mit Kevlarseilen. In der Gesamtübersicht links ist die Aufhängung der Zugprobe, hier eine mit DMS beklebte Keramik - Metall - Verbundprobe, im Maschinenrahmen einer elektromechanischen Zwei - Spindel - Zugprüfmaschine³ zu sehen. Im Bild rechts ist die Einspannung der Keramik - Metall - Verbundprobe nochmals vergrößert dargestellt.

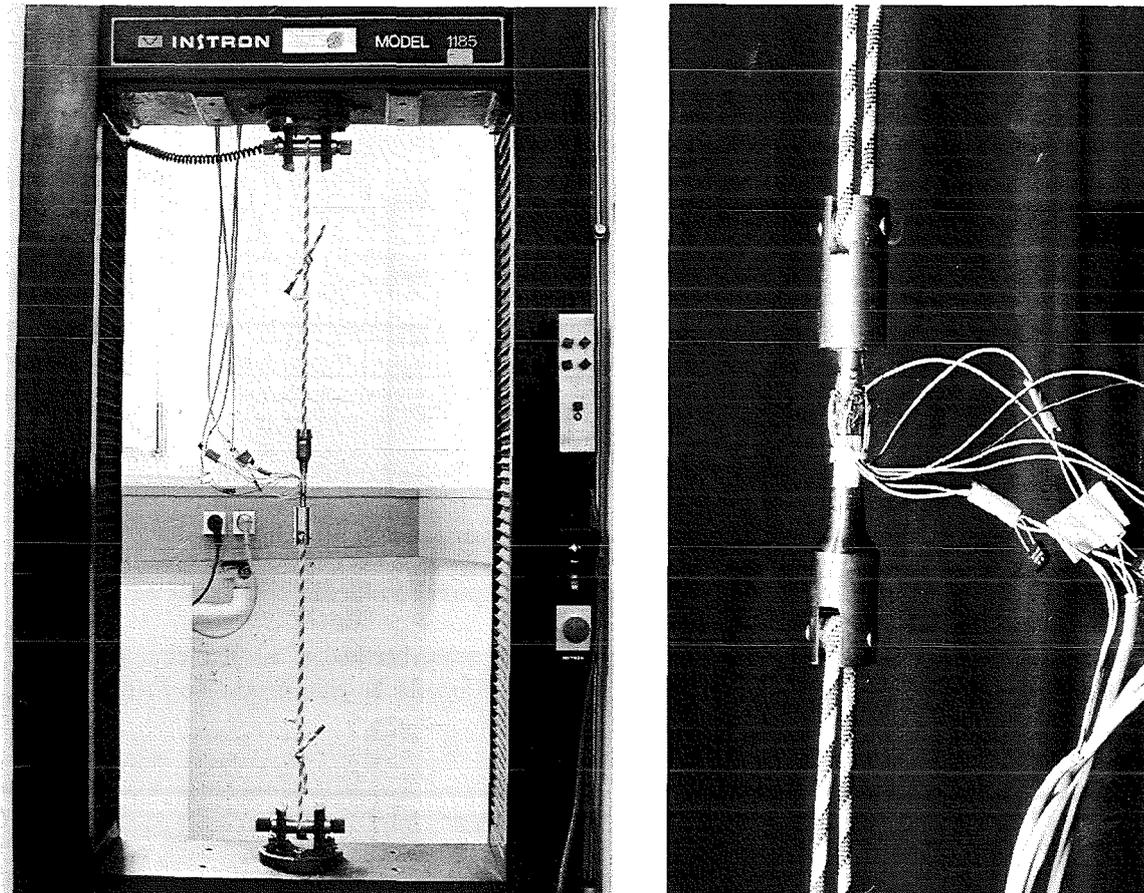


Abbildung 71: Der Versuchsaufbau zur Zugprüfung mit Kevlarseilen.

Der metallische Verbundpartner der Zugverbundprobe wird in eine Schraubhülse eingeschraubt. Auf der gegenüberliegenden Stirnseite der Schraubhülse wurde eine Nut eingebracht, in der das untere Seilstück geführt und über einen Paßstift umgelenkt wird. Die Keramik hingegen wird in eine Metallklebehülse eingeklebt, die an der gegenüberliegenden, geschlitzten Stirnseite das obere Seilstück aufnimmt.

³ Firma Instron Modell 1185

6.2 Einkleben / Klebehülsen

Die Klebehülse wurde entsprechend einem Konstruktionsvorschlag von Gürtler und Weddigen [94] ausgeführt. Die Idee dabei ist, die äußere Kontur der Klebehülse so zu gestalten, daß im Bereich der Klebfuge die auf den Kleber wirkende Scherkraft, die der anliegenden Prüfkraft entspricht, konstant ist. Unerwünschte Spannungsüberhöhungen an der Oberfläche der Keramikprobe am Austritt aus der Klebehülse können so weitestgehend vermieden, und damit das Risiko einer Versagensinitiierung der Probe an dieser Stelle auf ein Minimum reduziert werden.

Zunächst wurden die Klebehülsen und die Verbundproben ca. 3 Minuten lang in einem Ultraschallbad mit Azeton gereinigt, anschließend mit Wasser abgespült und getrocknet. Die zu verbindenden Flächen wurden mit dem Zweikomponentenkleber UHU plus endfest 300, ein lösungsmittelfreies Epoxidharz, bestrichen und ineinander geschoben. Für den Kleber werden folgende Aushärtebedingungen empfohlen (vgl. Tabelle 18).

Zeit	Temperatur [°C]
12 h	25
45 min	70
10 min	100
5 min	180

Tabelle 18: Aushärtebedingungen für den Zweikomponentenkleber UHU plus endfest 300.

Der Kleber UHU plus endfest 300 ist bis 200°C temperaturbeständig. Er hat eine Zugschersfestigkeit von 22 MPa, woraus sich bei der vorhandenen Klebefläche eine maximale Prüfkraft von $F = 17279 \text{ N}$ ergibt.

$$\tau_{\max} = \frac{F_{\max}}{A_{\text{Mantel}}}, \text{ mit } A_{\text{Mantel}} = \pi \cdot D \cdot l = \pi \cdot 10 \cdot 25 \text{ mm}^2 \text{ folgt}$$

$$F_{\max} = \tau_{\max} \cdot A_{\text{Mantel}} = \pi \cdot 22 \cdot 250 \text{ N} = 17279 \text{ N}$$

An den Metallseiten der Proben wurde je eine Schraubhülse angebracht. Diese Schraubhülsen haben mit $d = 25 \text{ mm}$ den gleichen Außendurchmesser wie die Klebehülsen. Danach wurden die so vorbereiteten Proben in eine Klebevorrichtung gestellt (vgl. Abbildung 72). Diese Klebevorrichtung richtet Schraub- und Klebehülse in einer Flucht zueinander aus. Eine Probe, die frei von Fertigungsfehlern ist, wird durch die Schraubverbindung zwischen Probe und Schraubhülse näherungsweise fluchtend ausgerichtet. Die Folge ist eine im Idealfall von radialem Versatz und Winkelfehlern freie Klebeverbindung zwischen Probe und Klebehülse.

Die mit den Proben bestückte Klebevorrichtung wurde in einen Laborofen gestellt, um das Aushärten des Klebers zu beschleunigen. Das Aushärten erfolgte bei einer Temperatur von 100°C, wobei die Haltezeit 10 Minuten betrug. Anschließend kühlte der Ofen mit 5°C / min auf Raumtemperatur ab.

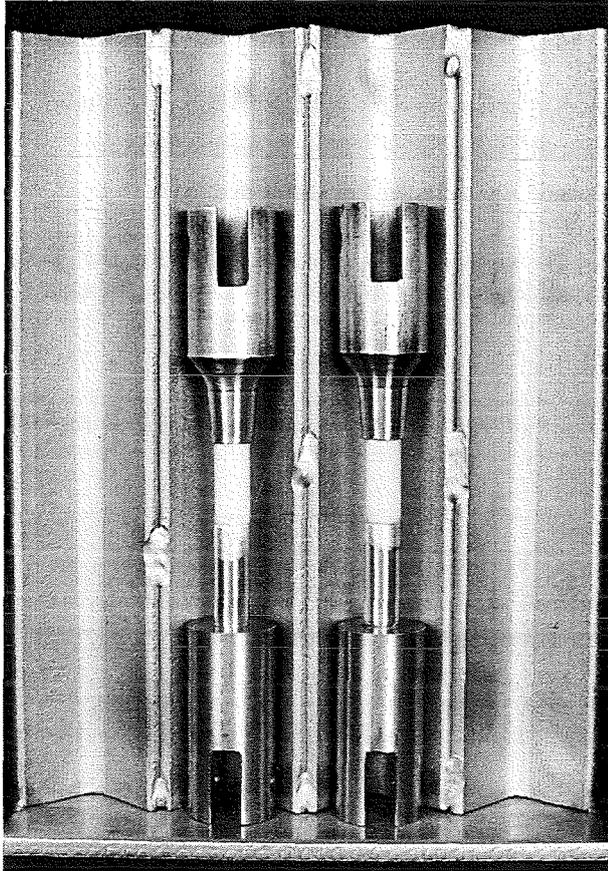


Abbildung 72: Klebevorrichtung.

6.3 Schraubhülse

Zur Einspannung der Metallseite der Verbundproben wurde eine an einer Seite mit Innengewinde M10 versehene Stahlhülse verwendet. An der gegenüberliegenden geschlitzten Seite der Hülse (Schlitzweite $s = 6.0$ mm) kann die Seilschlinge mit Hilfe eines Paßstiftes befestigt werden (vgl. Abbildung 73).

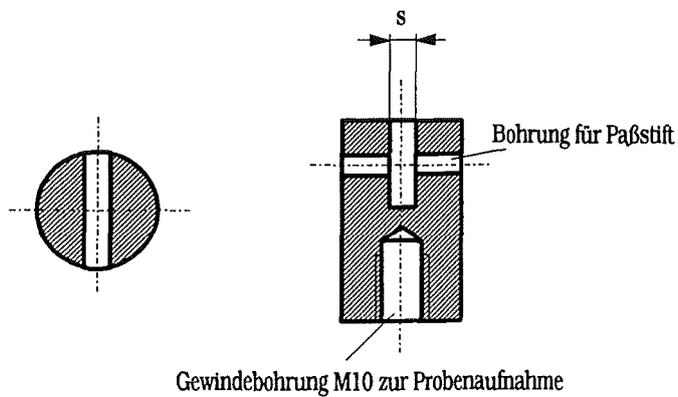


Abbildung 73: Schraubhülse.

Die Schraubverbindungen können zusätzliche Biegemomente hervorrufen, die folgende Ursachen haben:

- Radiales Spiel in der Schraubverbindung zwischen Hülse und Probe
- Ein schief und / oder außermittig in der Hülse sitzendes Gewinde
- Eine außermittig sitzende Bohrung zur Paßstiftaufnahme

Jede der genannten Fehlermöglichkeiten führt zu einer Verschiebung der Kraftangriffslinie von der Probenachse weg, und aufgrund dieser Exzentrizität entsteht bei Zugbelastung ein auf die Probe wirkendes Biegemoment. Auf radiales Spiel in Schraubverbindungen bei Einspannungen für Zugversuche, als Ursache nicht reproduzierbarer Versuchsbedingungen, weisen z.B. Jones und Brown [95, 96] hin. Ob eine bestimmte Schraubhülse für Zugversuche verwendet werden kann, hängt von der Größe ihres Einflusses auf den Biegeanteil und des möglichen Streubereiches aufgrund des Gewindespieles ab.

6.4 Fehlermessungen und ihre theoretische Bewertung

6.4.1. Fertigungsfehler bei den gelöteten Verbundproben

Beim Löten der Keramik - Metall - Verbundproben können trotz Führung der Verbundprobenteile in einer speziell profilierten Haltevorrichtung (siehe Kapitel 3.3) folgende Fertigungsfehler auftreten:

- radialer, paralleler Versatz der Symmetrieachsen von Keramik- und Metallprobenkörper (vgl. Abbildung 74)

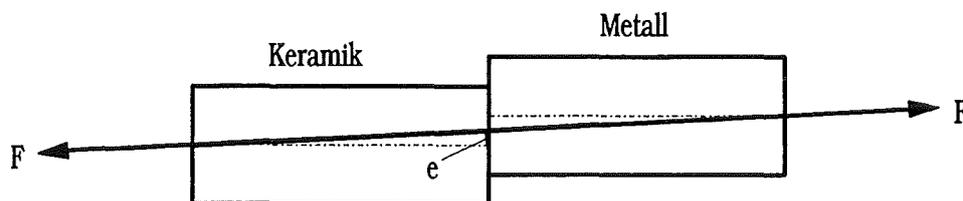


Abbildung 74: Radialer Versatz zwischen Keramik und Metall ohne Lotschicht (schematische Darstellung).

- Winkelfehler, d.h. die Zylinderachsen von Keramik und Metall liegen nicht in einer Flucht, sondern schneiden sich unter einem Winkel α (vgl. Abbildung 75).

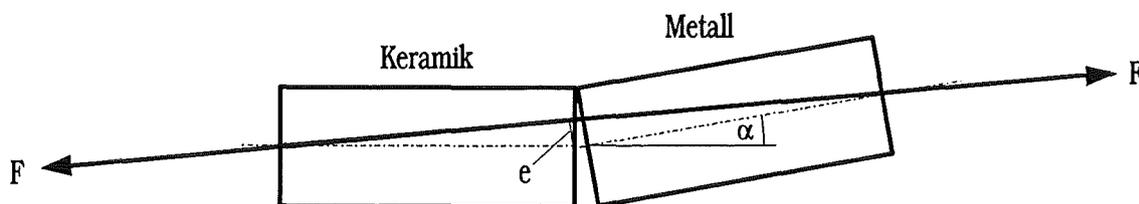


Abbildung 75: Winkelfehler α zwischen Keramik und Metall ohne Lotschicht (schematische Darstellung).

Beide Fertigungsfehler führen im Zugversuch zu Biegespannungen, die sich den Zugspannungen überlagern und so eine inhomogene Spannungsverteilung über dem Probenquerschnitt zur Folge haben (vgl. Abbildung 76).

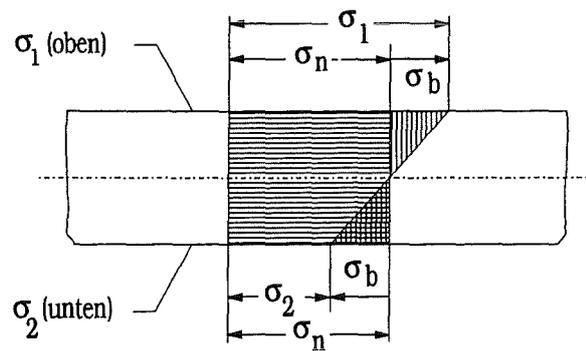


Abbildung 76: Im Zugversuch überlagerte Biegespannungen führen zu einer inhomogenen Spannungsverteilung.

Die Kraftwirkungslinie, wie sie in den Abbildungen 74 und 75 dargestellt ist, hat in der Fügeebene den größten Abstand (Exzentrizität e) zu den Symmetrieachsen von Keramik und Metall. Daher ist das Biegemoment $M_b = F \cdot e$ und somit die Biegespannung $\sigma_b = M_b / W_b$ hier maximal (W_b : = Widerstandsmoment). Auf der Zugseite der auf Biegung belasteten Randfaser erfährt die Probe eine um die Biegespannung σ_b erhöhte Spannung σ_1 . Die spröde Al_2O_3 - Keramik reagiert möglicherweise empfindlich auf diese erhöhte Spannung, wodurch die gemessene Zugfestigkeit von der Größe der überlagerten Biegespannung und damit von der Größe der Fertigungsfehler abhängt.

Deshalb wurden alle Verbundproben auf diese Fertigungsfehler hin nach der in Anhang A3 vorgestellten Methode geprüft. Mit den Gln. 1 und 2 aus Anhang A3 wurden die Winkelfehler α im Bereich $0.08^\circ \leq \alpha \leq 1.15^\circ$ bestimmt.

Allgemein wird als Kenngröße für die daraus resultierenden Biegemomente der Biegeanteil B angegeben. Der Biegeanteil B wird von verschiedenen Autoren als Quotient der Biegespannung σ_b zur Normalspannung σ_n ($B = \sigma_b / \sigma_n$) [95, 96] oder als Quotient der Biegedehnung ϵ_b zur Normaldehnung ϵ_n definiert ($B = \epsilon_b / \epsilon_n$) [93, 97]. Bei linear elastischem Werkstoffverhalten führen beide Quotienten zu gleichen Werten für den Biegeanteil B .

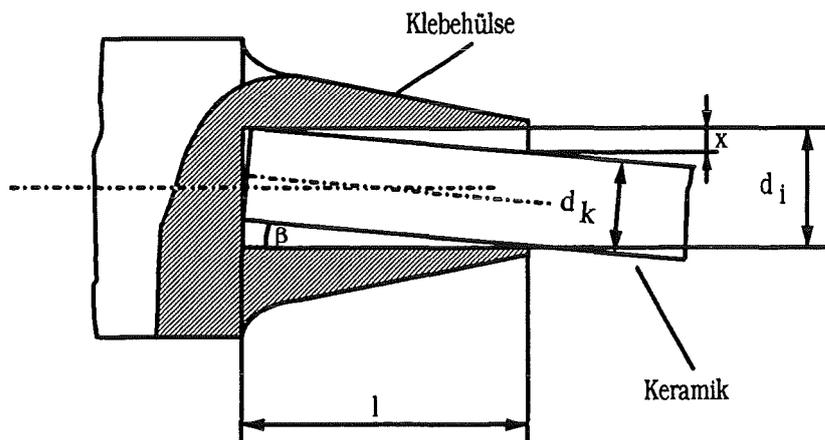
Die Biegeanteile B_α wurden für den kleinsten und den größten gemessenen Winkelfehler α mit Hilfe der in Anhang A4 hergeleiteten Gl. 5 berechnet (vgl. Tabelle 19).

Winkelfehler α [°]	Biegeanteil B_α [%]
0.08	4
1.15	52

Tabelle 19 Kleinster und größter gemessener Winkelfehler α bei Keramik - Metall - Verbunden und ihre Biegeanteile B_α .

6.4.2. Winkelfehler zwischen Verbundprobe und Klebehülse

Die gelöteten Keramik - Metall - Verbunde haben alle einen kleinen radialen Versatz, sowie Abweichungen von einer gemeinsamen Fluchtachse (vgl. Kapitel 6.4.1), so daß die Keramik aufgrund des Klebespaltes von 0.1 mm ($d_i - d_k = 0.2$ mm) nicht zentrisch in der Klebehülse sitzt. In Abbildung 77 ist der größtmögliche Winkelfehler β , der durch das Einkleben auftreten kann, dargestellt.



d_i := Innendurchmesser der Hülse

d_k := Außendurchmesser der Keramikprobe

l := Klebelänge

Abbildung 77: Maximaler Winkelfehler β zwischen Klebehülse und Keramik.

Für den maximal möglichen Winkelfehler β zwischen Keramikprobe und Klebehülse gilt:

$$x = d_i - \frac{d_k}{\cos\beta} \quad \text{kleine } \beta: \cos\beta \approx 1$$

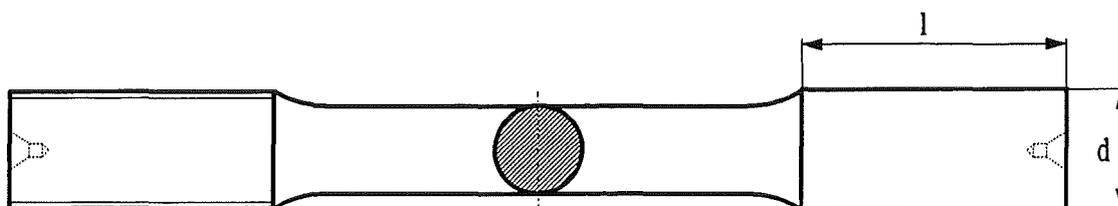
$$x = d_i - d_k = 0.2 \text{ mm}$$

$$\tan\beta = \frac{x}{l} \quad \text{mit } l = 25 \text{ mm folgt:}$$

$$\beta = 0.46^\circ$$

Nach der in Anhang A5 hergeleiteten Gl. 12 ergibt sich daraus ein Biegeanteil $B_\beta = 11.0\%$. Der Winkelfehler β wurde verkleinert, indem die Klebspaltdicke auf 0.05 mm reduziert wurde. Dies ist der von Gürtler und Weddigen [94] empfohlene Wert. Dadurch verringert sich der mögliche Maximalfehler zu $\beta = 0.23^\circ$, was zu einem $B_\beta = 5.5\%$ führt (vgl. Anhang A5).

Die tatsächlich auftretenden Winkelfehler β wurden zunächst an fünf homogenen Metallproben gemessen, die im Gegensatz zu den Verbundproben frei von radialem Versatz und ohne Winkelfehler sind. Die Metallproben haben an einer Seite ein Gewinde der Größe M10. An der gegenüberliegenden Stirnseite ist eine glatte, geschliffene zylindrische Fläche der Länge $l = 28$ mm und einem Durchmesser von $d = 10$ mm zum Aufkleben der Hülse vorgesehen (vgl. Abbildung 78).



Gewinde M10

Abbildung 78: Homogene Metallprobe.

Anschließend wurden die Winkelfehler β an zehn Keramik - Metall - Verbundproben gemessen. Die Werte für den Winkelfehler β liegen bei den Keramik - Metall - Verbundproben höher als im Fall der Klebungen von homogenen Metallproben. In Tabelle 20 sind die maximalen Winkelfehler β und die daraus resultierenden Biegeanteile B_β (vgl. Gl. 12 aus Anhang A5) enthalten.

Proben	Winkelfehler β [°]	Biegeanteil B_β [%]
homogene Metallprobe	0.06	1.4
Keramik - Metall - Verbundprobe	0.37	8.6

Tabelle 20: Größter gemessener Winkelfehler β und Biegeanteil B_β für homogene Metall- und Keramik - Metall - Verbundproben

6.4.3. Zugseile der Zugvorrichtung

Die Untersuchungen hatten zum Ziel den Einfluß der Zugseile auf den Biegeanteil zu prüfen. Die Versuche wurden mit Hilfe einer homogenen Metallprobe durchgeführt, wie sie in Kapitel 6.4.2 beschrieben ist. Um den gesamten Biegeanteil bei einer Zugprobe bestimmen zu können, wurde die Probenverlängerung beziehungsweise -dehnung an vier um 90° versetzten Meßaufnehmern (vgl. Anhang A6) gemessen. Die aufgeschraubte Metallhülse wurde gekontert. Zusätzliche Biegeanteile, die von einem schiefen und / oder exzentrischen Gewinde herrühren werden in dieser Messung mit erfaßt. Die Effekte einer ungekonterten Schraubverbindung werden anschließend separat diskutiert. Aus der Klebung können nur kleine Biegeanteile überlagert werden (Winkelfehler β zwischen Probe und Klebehülse, siehe Kapitel 6.4.2).

Die folgenden Angaben dokumentieren die Versuchsdurchführung:

- Die Probe wurde mit einer Querhauptgeschwindigkeit von 20 mm / min gezogen.
- Die Maximalkraft betrug $F = 6000$ N, was bei der Metallprobe mit einem Durchmesser von $d = 8$ mm einer Normalspannung von $\sigma_n = 119.4$ MPa entspricht. Bei einer Streckgrenze des Probenwerkstoffes von $R_p = 210$ MPa ist die maximale Normalspannung genügend klein, so daß sich die Belastung im rein linear - elastischen Verformungsbereich abspielt.
- Während des Versuchs wurden die Dehnungen ε_{b1} , ε_{b2} , ε_{n1} , ε_{n2} auf zwei x - y - Meßschreibern jeweils in Abhängigkeit von der Kraft F (Zugnormalkraft) aufgezeichnet.

Die Gesamtbiegedehnung (ε_{bges}) kann mit $\varepsilon_{bges} = \sqrt{\varepsilon_{b1}^2 + \varepsilon_{b2}^2}$ berechnet werden (vgl. Gl. 9 in Anhang A8). Die Normaldehnungen ε_{n1} und ε_{n2} stimmen überein, d.h. es gilt: $\varepsilon_n = \varepsilon_{n1} = \varepsilon_{n2}$. Der Gesamtbiegeanteil läßt sich nun als Quotient von Gesamtbiegedehnung ε_{bges} und Normaldehnung ε_n berechnen $B_{ges} = \frac{\varepsilon_{bges}}{\varepsilon_n}$.

Resultate der Untersuchungen:

1. Die Ausrichtung der Kevlarseile zwischen dem oberen und unteren Querhaupt der Zugprüfmaschine wurde beliebig variiert. In den einzelnen Positionen hatten die gemessenen Biegedehnungen gleiches Vorzeichen, und der Absolutwert des Gesamtbiegeanteils änderte sich praktisch nicht.
2. Die Seilknoten der oberen und der unteren Kevlarschlinge sind auf gegengleicher Seite anzuordnen. Die Lage des Seilknoten auf der jeweiligen Seite ist jedoch unerheblich.
3. Der Einfluß der Zugseile auf den Biegeanteil (B_{Seil}) wurde mit dem Verfahren in Anhang A9 zu $B_{Seil} = 4\%$ bestimmt.

6.4.4. Schraubverbindung mit dem metallischen Fügepartner

Zur Bestimmung des Einflusses einer Schraubhülse auf den Biegeanteil wurde die Hülse auf die mit DMS beklebte Metallprobe aufgeschraubt und nach einem ersten Versuch in ihrer Ausgangsstellung (0°) um 180° verdreht und ein zweiter Versuch vorgenommen. Danach wurde in der Ausgangsstellung das erste Experiment wiederholt und der beschriebene Ablauf ein weiteres Mal durchgeführt. Anschließend wurden auch die Stellungen 360° und 540° überprüft, um einen möglichen Einfluß der Einschraubtiefe der Probe auf den Biegeanteil festzustellen.

5 Schraubhülsen wurden nach dieser Vorgehensweise untersucht. Für die beste Schraubhülse, die anschließend bei den Zugversuchen zur Anwendung kam, ist die Versuchsreihe mit den aus den Meßwerten berechneten Biegeanteilen (vgl. Anhang A9) in Tabelle 21 nochmals aufgezeigt.

Versuch	1	2	3	4	5	6
Stellung	0°	180°	0°	180°	360°	540°
$B_{1,3}$ [%]	14.4	9.1	13.9	7.9	13.0	8.2
$B_{2,4}$ [%]	9.5	3.1	10.1	2.6	10.0	3.5

$B_{1,3}$: Biegeanteil in der Meßebebene der DMS 1 und 3

$B_{2,4}$: Biegeanteil in der Meßebebene der DMS 2 und 4

Tabelle 21: Versuchsreihe zur Bestimmung des Biegeanteils der Schraubhülse

Die Ergebnisse dieser Versuchsreihe zeigen, daß sich bei 0° und 360° , sowie bei 180° und 540° annähernd gleiche Biegeanteile ergeben, und damit reproduzierbare Versuchsbedingungen vorliegen. Die Einschraubtiefe zwischen Hülse und Probe wirkt sich nicht auf den Biegeanteil aus. Mit den in Anhang A9 abgeleiteten Zusammenhängen wurde der Biegeanteil der Schraubhülse zu $B_{\text{Hülse, ges}} = 4.8\%$ bestimmt.

6.5 Untersuchungen mit DMS beklebten Verbundproben

Im Kapitel 6.4 wurden die einzelnen Komponenten der Einspannvorrichtung im Hinblick auf überlagerte Biegung im Zugversuch aufgezeigt. Die Untersuchungen hier hatten zum Ziel, die an Keramik - Metall - Verbundproben mit DMS gemessenen Biegeanteile im Gesamtsystem "Verbundprobe / Einspannung", mit dem Biegeanteil B_α des Winkelfehlers α der Verbundprobe zu vergleichen. Dazu wurden die beiden Verbundproben, mit dem kleinsten und dem größten Winkelfehler α (vgl. Kapitel 6.4.1), auf Zug belastet. Bei guter Übereinstimmung der Biegeanteile, ist der Biegeanteil aus der Probeneinspannung minimal. Der Biegeanteil wird dann maßgeblich durch die Größe des Winkelfehlers α der Verbundprobe bestimmt.

Die beiden Keramik - Metall - Verbundproben wurden mit DMS appliziert (vgl. Anhang A7), und die Versuche wie nachfolgend beschrieben durchgeführt

- Die Probe wurde mit einer Querhauptgeschwindigkeit von 20 mm / min gezogen.
- Die Maximalkraft betrug nur $F = 3000$ N ($\sigma_n = 59.7$ MPa), um einen vorzeitigen Bruch der Probe auszuschließen.
- Während des Versuchs wurden die Dehnungen $\epsilon_1, \epsilon_2, \epsilon_3, \epsilon_4$ auf zwei x - y - Meßschreibern jeweils in Abhängigkeit der Kraft F an der Kraftmeßdose (Normalkraft) aufgezeichnet.

In der Tabelle 22 sind die aus den Winkelfehlern α berechneten Biegeanteile B_α (vgl. Tabelle 19) den gemessenen Biegeanteilen gegenübergestellt.

Verbundproben	Winkelfehler α	Biegeanteil B_α ⁴	gemessener Biegeanteil B
Verbundprobe 1	0.08°	4%	8%
Verbundprobe 2	1.15°	52%	46%

Tabelle 22: Der Biegeanteil B_α aus dem Winkelfehler α der Verbundprobe und der gemessene Biegeanteil B im Gesamtsystem "Zugprobe / Einspannung"

Die Ergebnisse in Tabelle 22 zeigen, daß der aus dem gemessenen Winkelfehler α bestimmte Biegeanteil (vgl. Anhang A4 und A5), den experimentell aus DMS - Messungen bestimmten Biegeanteil nur wenig über- bzw. unterschätzt, und damit die theoretische Abschätzung über den Winkelfehler α einen sinnvollen Richtwert für den zu erwartenden Biegeanteil liefert.

Um zu gewährleisten, daß die Biegeanteile die vom Seil (B_{Seil}) und von der Schraubverbindung ($B_{\text{Hülse}}$) herrühren, als systematische Fehlergröße für alle Versuche gleich sind, muß die Lage der Biegeebene aufgrund des Winkelfehlers α , relativ zu den Ebenen von B_{Seil} und $B_{\text{Hülse}}$, immer gleich sein. Dies wird dadurch erreicht, indem die Stelle mit maximalem α markiert wird (vgl. Anhang A3) und beim Einkleben relativ zur Klebehülse gleich ausgerichtet wird. Die Verbundproben sind in der Prüfvorrichtung so einzubauen, daß diese Markierung relativ zur Schraubhülse und zu den Seilen die gleiche Position einnehmen.

6.6. Ergebnisse

Die Verbundproben wurden nach dem Herstellen auf Fehler hinsichtlich radialem Versatz und auf Winkelfehler hin geprüft (vgl. Kapitel 6.4.1). Die Qualität der Lötverbindung wurde durch eine Sichtprüfung und durch lichtmikroskopische Betrachtungen der Lötnaht am äußeren Umfang der einzelnen Verbundproben kontrolliert. Die zerstörungsfreie Ultraschallprüfung (Impuls - Echo - Prüfung) konnte keine zuverlässigen Informationen zur Qualität der Lötnaht liefern. Die reflektierten Schallwellen der Fügenschicht werden im stark absorbierenden Keramikformkörper abgeschwächt. Ferner stammen die reflektierten Intensitäten meist nicht allein aus der Lötnaht, da über die gesamte Laufstrecke (Höhe der zylindrischen Keramik $H = 50 - 70$ mm) die Schallwellen an vorhandenen Inhomogenitäten in der Keramik zusätzlich gestreut werden.

Alle Zugversuche an den Keramik - Metall - Verbunden wurden mit der in Kapitel 6.1 beschriebenen Prüfvorrichtung mit Kevlarseilen durchgeführt. Die Verbundproben wurden bei einer konstanten Verschiebung des Querhauptes von 20 mm / min bis zum Bruch belastet, wobei an zwei x - y - Schreibern die Zugnormalkraft F über der Zeit t in unterschiedlicher Auflösung aufgezeichnet wurde.

Die Keramik - Metall - Verbundproben wurden so in die Zugvorrichtung eingebaut, daß die markierte Stelle mit maximalem Winkelfehler α relativ zur aufgeschraubten Stahlhülse und zu den Seilen in dieselbe Richtung zeigte. Die Stahlhülse selber wurde auf den metallischen Verbundpartner so aufgeschraubt, daß die Markierung auf der Hülse relativ zum Seil bei allen Versuchen gleich ausgerichtet war.

⁴ mit Gl. 5 aus Anhang A4

6.6.1. Stumpfe Stirnverbundprobe

Die gemessenen Winkelfehler lagen im Bereich $0.08^\circ \leq \alpha \leq 0.44^\circ$. Die 35 Verbundproben wurden in dem Zustand getestet, wie sie nach dem Herstellen vorlagen, wobei Zugfestigkeiten im Bereich zwischen 71 MPa und 160 MPa erreicht wurden. In Abbildung 79 sind die Bruchflächen zweier Verbundproben zu sehen, die repräsentativ für die beiden beobachteten Brucherscheinungen stehen.

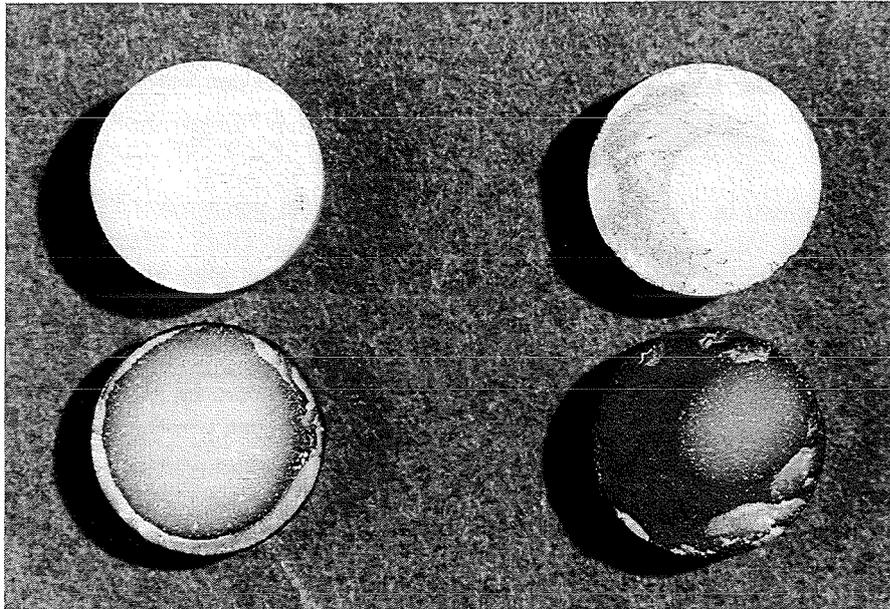


Abbildung 79: Bruchflächen zweier stumpf gelöteter Al_2O_3 - Ni42 - Verbundproben nach dem Zugversuch (Brucherscheinungen: 1 (links) und 2 (rechts)).

Bei der Brucherscheinung 1 (links) tritt reines Versagen in der Keramik nahe der Grenzfläche Keramik / Lot auf. Der kreisförmige Ausbruch ist von einem Ring umgeben, der mit dem äußeren Rand der Probe abschließt. Diese Brucherscheinung wurde ausschließlich bei den Proben beobachtet, bei denen die Keramikoberfläche nahe des Materialübergangs mit Lot benetzt war. Das Versagen beginnt an der freien Oberfläche der Keramik direkt am Übergang von mit Lot benetzter zu lotfreier Oberfläche, in einem Abstand von 0.3 - 0.6 mm zum Materialübergang Keramik / Lot. Der Riß läuft dann zunächst nach unten in die Grenzfläche und bildet damit den äußeren Ring, der sich von der glatten, gekrümmten Bruchfläche deutlich absetzt. Bei den Verbundproben mit nahezu lotfreier Keramikoberfläche (ideale Berandung), trat die Brucherscheinung 2 (rechts) auf. Der Bruch ereignete sich vornehmlich in der Grenzfläche Keramik / Lot mit einem kleinen Ausbruch in der Keramik.

Die im Zugversuch bestimmten Festigkeiten für die Verbundproben mit Brucherscheinung 2 sind höher, als für die Proben, deren Bruchflächen dem Aussehen von Bruchbild 1 entsprechen. Die zugehörigen Festigkeitsverteilungen (a und b) sind im Weibulldiagramm der Abbildung 80 aufgezeigt [98].

Bei weiteren 20 Verbundproben wurde das Lot, das die Keramikoberfläche benetzt hatte, durch mechanisches Schleifen in Probenlängsrichtung entfernt, mit dem Ziel, exakt gleiche Randbedingungen für diese Verbundproben zu schaffen. Bei diesen Verbundproben kam es zu einem reinen Versagen in der Keramik, mit einem kalottenförmigen Ausbruch aus der Keramik (Brucherscheinung 3 in Abbildung 81). Die gekrümmte Bruchfläche fällt nach außen zum freien Rand des Materialüberganges Keramik / Lot hin ab. Ferner brachte das Nachbearbeiten eine deutliche Festigkeitssteigerung (vgl. Verteilung c in Abbildung 80), sowie eine wesentlich geringere Streuung der Festigkeiten mit sich.

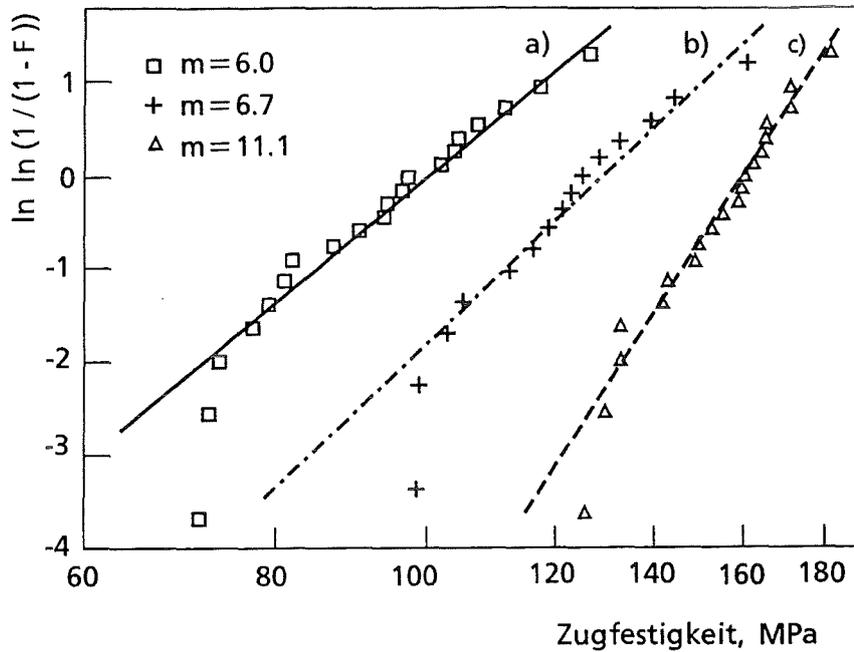


Abbildung 80: Zugfestigkeiten der stumpfen Al_2O_3 - Ni42 - Stirnverbundgeometrie für die Brucherscheinungen 1 (\square), 2 (+) und 3 (Δ).

stumpfe Stirnverbundgeometrie	Weibullexponent m	σ_0 [MPa]
a) Brucherscheinung 1	6.0	100
b) Brucherscheinung 2	6.7	129.3
c) Brucherscheinung 3	11.1	159.2

Tabelle 23: Weibullparameter zur Festigkeitsverteilung in Abbildung 80.

Der Weibullexponent m ist mit $m = 11.1$ beinahe doppelt so groß, wie für die Verbundproben mit den Brucherscheinungen 1 und 2 mit $m = 6.0$ beziehungsweise $m = 6.7$. Die Zugeigenspannungen in der Keramikoberfläche wurden durch Druckspannungen reduziert, die durch das mechanische Schleifen induziert wurden, und damit wesentlich zur Festigkeitssteigerung beigetragen haben.

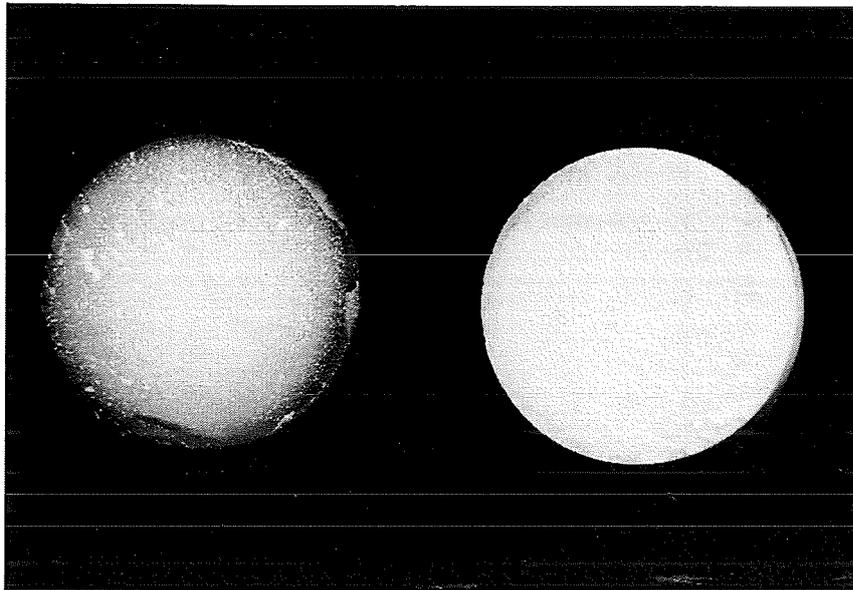
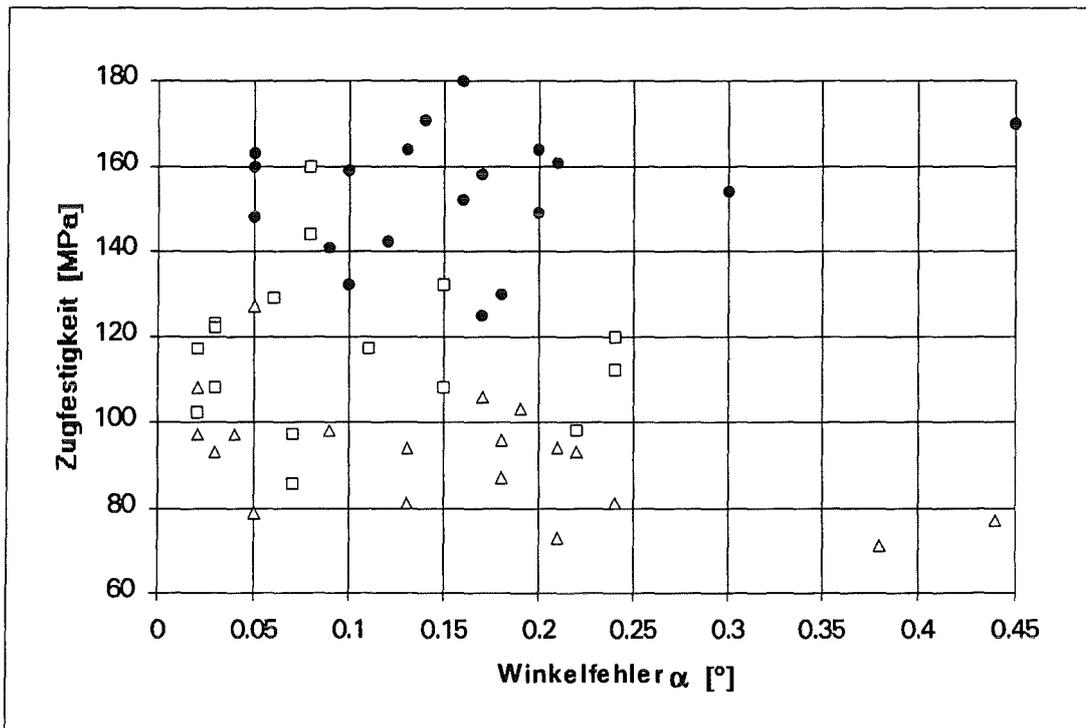


Abbildung 81: Bruchfläche einer nach dem Lötten nachbearbeiteten stumpfen Al_2O_3 - Ni42 - Stirnverbundgeometrie nach dem Zugversuch (Brucherscheinung 3).

Zwischen der Größe der Fertigungsfehler (Winkelfehler α) und den im Zugversuch erreichten Festigkeiten besteht kein eindeutiger Zusammenhang (vgl. Abbildung 82). Beispielsweise differieren die Winkelfehler α für die Verbundproben mit Brucherscheinung 1 bei einem Festigkeitsniveau von ~ 100 MPa im Bereich von $0.05^\circ \leq \alpha \leq 0.22^\circ$, das einem Biegeanteil von $2.6\% \leq B_\alpha \leq 10.3\%$ entspricht.

Würde ein eindeutiger Zusammenhang zwischen dem Biegeanteil B_α und den Festigkeiten bestehen, dann wären die höchsten Festigkeiten für die Verbundproben mit dem kleinsten Winkelfehler α zu erwarten. Im Fall der Verbundprobe mit der Brucherscheinung 2 wird die maximale Festigkeit von $\sigma = 160$ MPa für $\alpha = 0.08^\circ$ und einem $B_\alpha = 4.1\%$ bestimmt, wobei der kleinste Winkelfehler $\alpha = 0.02^\circ$ war. Die höchste Festigkeit von $\sigma = 180$ MPa wurde für eine Verbundprobe mit $\alpha = 0.17^\circ$ der Brucherscheinung 3 bestimmt. Für den Bruchflächentyp 3 wurden für drei Proben ein Winkelfehler von $\alpha = 0.05^\circ$ ($B_\alpha = 2.6\%$) gemessen. Die zugehörigen Festigkeiten liegen im Bereich $148 \text{ MPa} \leq \sigma \leq 163 \text{ MPa}$.



Δ := Brucherscheinung 1 \square := Brucherscheinung 2 \bullet := Brucherscheinung 3

Abbildung 82: Zugfestigkeiten und die zugehörigen Winkelfehler α .

6.6.2. Stumpfe Stirnverbundprobe mit lasertexturierter Fügefläche der Keramik

Bei der Entwicklung von hochfesten Keramik - Metall - Verbindungen für den Fusionsreaktor zwischen einem kohlefaserverstärkten Kohlenstoff CFC - Werkstoff und einer hochtemperaturbeständigen Molybdänlegierung TZM wurde die ebene Fügefläche des CFC - Werkstoffs im geschliffenen Zustand und in Form der lasertexturierter Oberfläche eingesetzt. Reheis et al. [99] erzielten im Schertest eine Festigkeitssteigerung von 40% für die Verbundprobe mit lasertexturierter Oberfläche des CFC gegenüber einer geschliffenen Oberflächenqualität.

Die vielen kleinen kegelförmigen Vertiefungen in der laserbearbeiteten Keramikoberfläche sind im gelöteten Verbund mit Lot ausgefüllt. Das Ausbreiten der grenzflächennahen Risse in der Keramik, wie sie bei Keramik - Metall - Verbunden meist auftreten, die aufgrund einer thermischen und / oder mechanischen Belastung versagen, soll durch das duktile Lot gestoppt werden. Die besondere Oberflächentopographie der Keramikfügefläche hat damit im Zusammenspiel mit dem Lot die Funktion, den Reißwiderstand zu erhöhen.

Für die hier durchgeführten Untersuchungen am aktivgelöteten Verbund Al_2O_3 - Keramik / Eisen - Nickel - Legierung Ni42 wurde durch Laserbehandlung der Al_2O_3 - Keramik eine ähnliche Beschaffenheit der Oberfläche realisiert (vgl. Abbildungen 30a und b "Stirnverbund mit lasertexturierter Oberfläche" Kap. 3.2.2.2).

Die Festigkeitsverteilung für die 20 getesteten Verbund-proben ist in der Abbildung 83 dargestellt. Die Weibullparameter wurden zu $m = 10.9$ und $\sigma_0 = 109.3$ MPa bestimmt. Die höchste Festigkeit von $\sigma = 123$ MPa wurde für die Verbundprobe mit dem größten gemessenen Winkelfehler $\alpha = 0.54$ ($B_\alpha = 26\%$) erreicht.

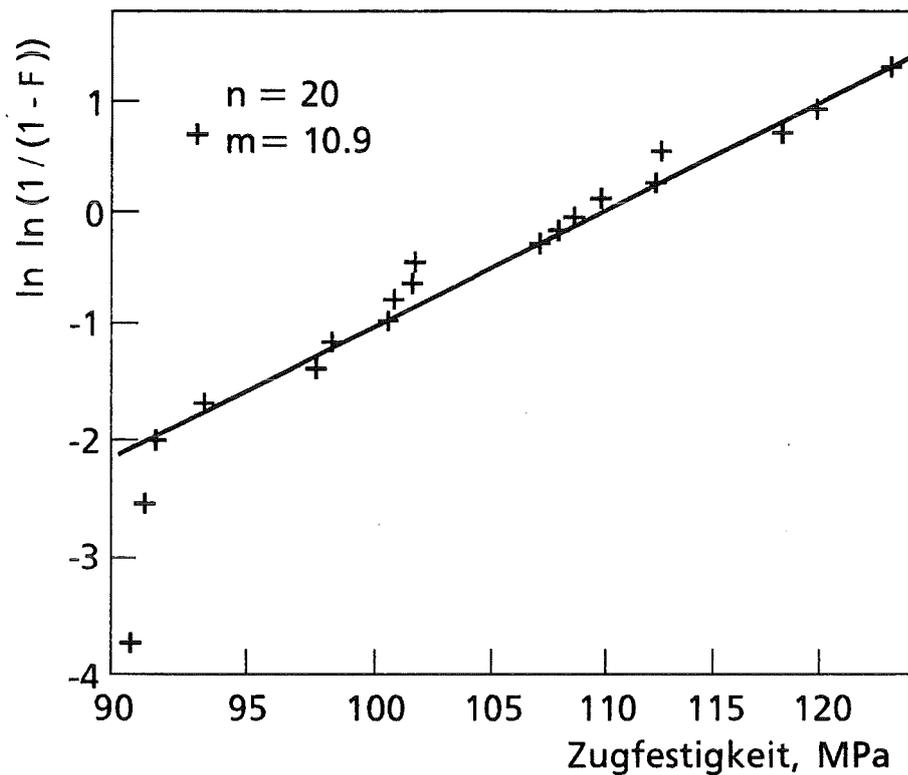


Abbildung 83: Zugfestigkeiten für die stumpfe Stirnverbundprobe mit lasertexturierter Fügefläche der Keramik.

Die Verbundproben versagten alle in der Keramik. Der Bruch der Verbundproben ging vom freien Rand am Materialübergang Keramik / Lot los und breitete sich zunächst in nächster Nähe zur Grenzfläche weiter aus (vgl. Abbildung 84). Auf beiden Bruchflächen ist in diesem randnahen Bereich die Oberflächenstruktur durch die Laserbearbeitung zu erkennen, da das Lot in diesem Bereich aus den kegeligen Vertiefungen der Keramik herausgezogen wurde. Die Schädigung lenkt dann in die Keramik aus und zeigt den kalottenförmigen Bruchspiegel.

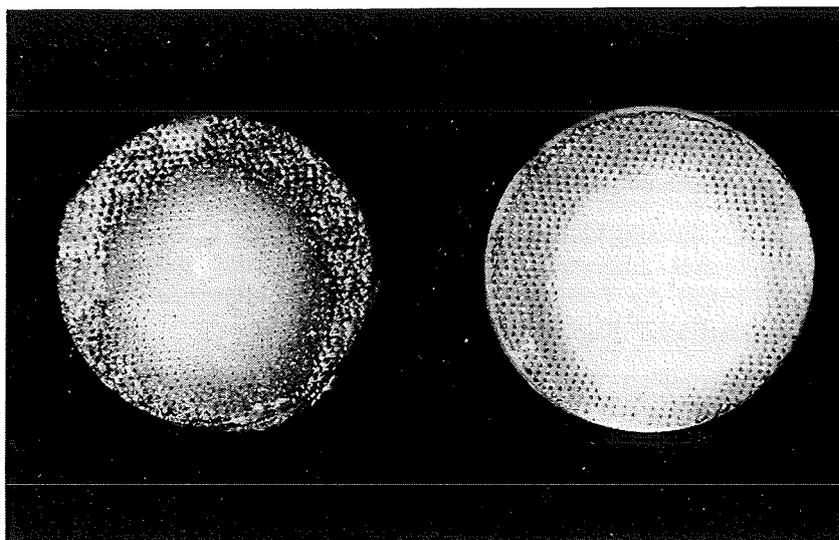


Abbildung 84: Bruchflächen für die stumpfe Stirnverbundprobe mit lasertexturierter Fügefläche der Keramik nach dem Zugversuch.

6.6.3. Stirnverbundproben mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen

6.6.3.1 Innenfase Keramik / Außenfase Metall

Für den Probentyp mit Innenfase Al_2O_3 und Außenfase Ni42 und für die Verbundprobe mit vertauschter Anordnung der Verbundpartner wurden jeweils 23 Verbundproben im Zugversuch getestet. Für die Verbundprobe mit Innenfase Al_2O_3 und Außenfase Ni42 wurde lediglich eine mittlere Festigkeit von $\bar{\sigma} = 33 \text{ MPa}$ erreicht, wobei die niedrigste Festigkeit mit $\sigma_{\min} = 5.4 \text{ MPa}$ und die höchste Festigkeit zu $\sigma_{\max} = 127.4 \text{ MPa}$ bestimmt wurde.

Bei den meisten Verbundproben war die Keramik im Bereich der Schrägen nach dem Löten bereits vorgeschädigt. Die Schädigung breitete sich entlang der Schrägen in der Grenzfläche Keramik / Lot aus und stoppte am Übergang von der Schrägen in den ebenen Plateaubereich. Bei diesen Proben benetzte das Lot die Schrägen nicht vollständig bis zum freien Rand. Der Riß lenkte an der lotfreien inneren Oberfläche in die Keramik aus und lief senkrecht nach außen zur äußeren Oberfläche hin durch. Das Grenzflächenversagen entlang der Schrägen ist auf die hohe Schubbelastung der Lotschicht in diesem Bereich zurückzuführen. Am Materialübergang Keramik Lot treten spröde Reaktionsschichten in der Lötnaht (vgl. Kapitel 3.4.2.3) auf, die dieser Belastung nicht standhalten.

Die genaue Innenbearbeitung der kegelstumpfförmigen Kontur in der Keramik und das Anpassen des metallischen Verbundpartners waren für diesen Verbundprobentyp sehr schwierig nur zu realisieren, so daß die Qualität der gelöteten Verbundproben dem großen Unterschied in den Zugfestigkeiten entspricht.

6.6.3.2 Außenfase Keramik / Innenfase Metall

Für die Verbundprobe mit Außenfase Al_2O_3 und Innenfase Ni42 hingegen wurde eine mittlere Festigkeit von $\bar{\sigma} = 86 \text{ MPa}$ erreicht. Die im Zugversuch erzielten Festigkeiten sind im Weibulldiagramm in Abbildung 85 aufgezeigt. Die Weibullparameter wurden zu $m = 10.1$ und $\sigma_0 = 90 \text{ MPa}$ bestimmt. Die Festigkeiten liegen im Weibulldiagramm nicht auf einer Geraden. Die Vermutung, daß hier möglicherweise zwei konkurrierende Fehlermechanismen vorliegen, konnte nicht bestätigt werden.

Die Winkelfehler lagen hier im Bereich $0^\circ \leq \alpha \leq 0.55^\circ$ und den zugehörigen Biegeanteilen von $0\% \leq B_\alpha \leq 27.6\%$. Die höchste Festigkeit von $\sigma = 103 \text{ MPa}$ wurde für die Verbundprobe mit dem zweit größten gemessenen Winkelfehler $\alpha = 0.51$ ($B_\alpha = 25.6\%$) erreicht.

Bei dieser Verbundprobe waren die Fügeflächengeometrien der Keramik- und Metallformkörper genau aufeinander abgestimmt und daher eine fehlerfreie Lötung der Verbundproben gegeben. Die Bruchflächen der Verbundproben lassen sich entsprechend der Darstellung in Abbildung 86 charakterisieren. Die kalottenförmig gekrümmte Rißfront in der Keramik fällt zum äußeren freien Rand hin ab. Die Bruchfläche zeigt eine schuppenartige Struktur mit einer rauhen Oberfläche.

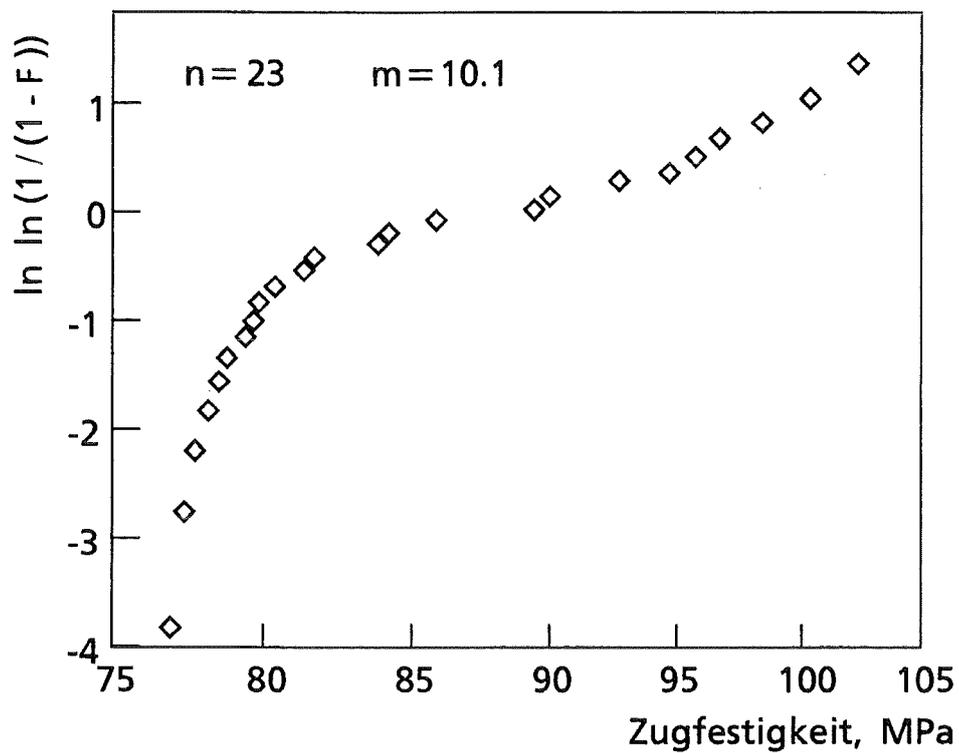


Abbildung 85: Zugfestigkeiten im Weibulldiagramm für die Verbundprobe mit kegelförmigen Fügeflächen (Außenfase Al_2O_3 , Innenfase Ni42).

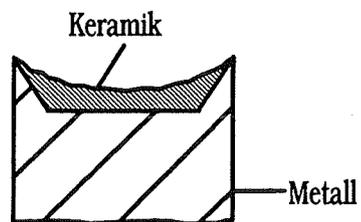


Abbildung 86: Bruch einer Stirnverbundprobe mit kegelförmigen Fügeflächen, nach dem Zugversuch (Innenfase Ni42, Außenfase Al_2O_3) schematisch.

6.6.4. Stirnverbundproben mit halbkugelförmigen Fügeflächen

6.6.4.1 Innenhalbkugel Keramik / Außenhalbkugel Metall

Von 25 gelöteten Verbundproben waren drei Proben fehlerhaft gelötet und deren Festigkeiten daher sehr niedrig. Für die anderen Verbundproben dieser Fügeflächengeometrie waren die Fügeflächen vollständig benetzt. Die Winkelfehler der Verbundproben lagen im Bereich $0.02^\circ \leq \alpha \leq 0.36^\circ$, und die zugehörigen Biegeanteile wurden zu $1.1\% \leq B_\alpha \leq 16.3\%$ bestimmt. Die Festigkeiten streuten zwischen $51 \text{ MPa} \leq \sigma \leq 134 \text{ MPa}$ mit einer mittleren Festigkeit $\bar{\sigma} = 90 \text{ MPa}$. Die Festigkeitsverteilung nach Weibull ist in Abbildung 88 Kapitel 6.6.4.1 aufgezeigt. Die Weibullparameter sind $m = 4.5$ und $\sigma_0 = 100.6 \text{ MPa}$. Die charakteristische Brucherscheinung ist in Abbildung 87 dargestellt.

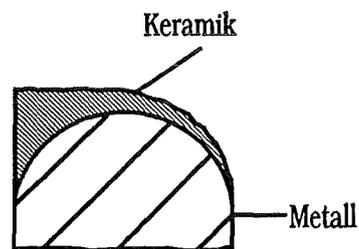


Abbildung 87: Bruch einer Stirnverbundprobe mit halbkugelförmigen Fügeflächen, nach dem Zugversuch (Innenhalbkugel Al_2O_3 , Außenhalbkugel Ni42).

Der Bruch beginnt am Materialübergang des freien Randes und lenkt dann in die Keramik aus. Der Ri folgt zunchst einer gekrmmten Linie, in einem Abstand von 0.6 - 1.5 mm zur Grenzflche. Bei Erreichen des Scheitels der gekrmmten Fgeflche luft der Ri quasi senkrecht zur freien Oberflche durch.

6.6.4.2 Auenhalbkugel Keramik / Innenhalbkugel Metall

Auch fr diese Verbundvariante wurden 25 Proben geltet, wobei an vier Proben der Ltspalt nicht vollstndig bis zum freien Rand mit Lot ausgefllt war. Die Winkelfehler der Verbundproben lagen im Bereich $0.05^\circ \leq \alpha \leq 0.32^\circ$, und die zugehrigen Biegeanteile wurden zu $2.3\% \leq B_\alpha \leq 14.5\%$ bestimmt. Die Festigkeiten streuten zwischen $56 \text{ MPa} \leq \sigma \leq 146 \text{ MPa}$ mit einer mittleren Festigkeit $\bar{\sigma} = 99 \text{ MPa}$.

Die Weibullparameter der Festigkeitsverteilung in Abbildung 88 sind $m = 4.0$ und $\sigma_0 = 102.1 \text{ MPa}$.

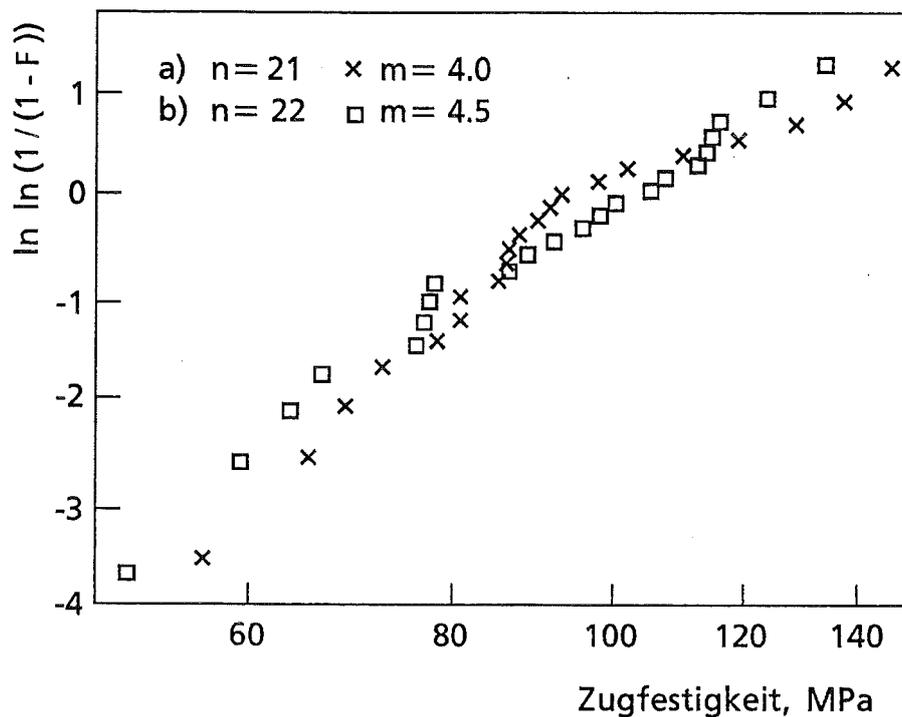


Abbildung 88: Zugfestigkeiten im Weibulldiagramm für die Verbundprobe mit halbkugelförmigen Fügeflächen.

(x) Innenhalbkugel Ni42, Außenhalbkugel Al_2O_3

(□) Innenhalbkugel Al_2O_3 , Außenhalbkugel Ni42

Alle Verbundproben sind in der Keramik gebrochen. Das Versagen in der Keramik initiiert am Materialübergang des freien Randes, wobei die Bruchfläche der Keramik kalottenförmig gekrümmt ist (vgl. Abbildung 89). Die Bruchfläche ist meist zerklüftet und von schuppenartiger Struktur, wenn der Krümmungsradius der Bruchfläche groß ist (vgl. Abbildung 89, Bruchbild 1 links). Dringt die Schädigung in der Keramik weniger tief in Richtung der Grenzfläche Keramik / Lot hin vor, dann lenkt der Riß in eine senkrecht zur äußeren Oberfläche liegende Ebene ein. Die Bruchfläche ist im Bereich 1 zerklüftet und im Bereich 2 glatt und nur wenig gekrümmt (vgl. Abbildung 89, Bruchbild 2 rechts).

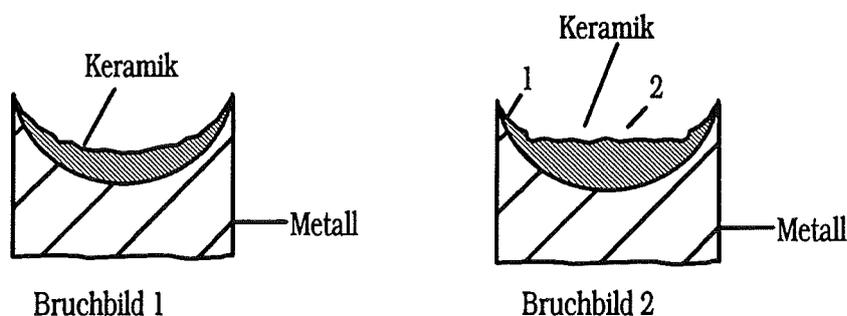


Abbildung 89: Bruchbilder 1 und 2 einer Stirnverbundprobe mit halbkugelförmiger Fügefläche nach dem Zugversuch (Innenhalbkugel Ni42, Außenhalbkugel Al_2O_3).

6.6.5 Statistischer Vergleich von Biege- und Zugversuch

Die zu erwartenden Festigkeiten für die homogene Keramik aus dem Zugversuch können auf der Basis von gemessenen Festigkeiten aus dem Vierpunktbiegeversuch vorhergesagt werden. Die nachfolgenden Ausführungen greifen auf die Ergebnisse der Vierpunktbiegeprüfung an homogenen, zylindrischen Al_2O_3 -Proben (vgl. Kapitel 5.1) zurück. Für das Versagen dieser zylindrischen Al_2O_3 -Stäbe waren Oberflächenfehler verantwortlich (vgl. Abbildung 64). Ausgehend von einer Oberflächen-Fehlerpopulation läßt sich die Gleichung zur Beschreibung der Festigkeitsverteilung nach Weibull, Gl. (50) in Kapitel 5.1, auch schreiben als

$$F(\sigma_c) = 1 - \exp \left[- \frac{S}{S_0} \left(\frac{\sigma_c}{\sigma_s} \right)^m \right] \quad (53)$$

wobei die Bezugsfläche S_0 den Wert 1 mm^2 hat.

Die Gl. (53) gibt den Einfluß der Oberfläche auf die Festigkeitsverteilung bei homogener Belastung im Zugversuch wieder. Bei einer inhomogenen Spannungsverteilung, wie sie bei Biegung vorliegt, wird in Gl. (53) der Ausdruck $\sigma_c^m S$ durch

$$\int [\sigma(x, y, z)]^m dS$$

ersetzt, wobei über die Oberfläche integriert wird. Die räumliche Spannungsverteilung $\sigma(x, y, z)$ kann geschrieben werden als

$$\sigma(x, y, z) = \sigma^* \cdot g(x, y, z) \quad (54)$$

Dabei ist σ^* eine charakteristische Spannung, die proportional der äußeren Belastung ist, z.B. die Randfaserspannung bei Biegung. Beim Versagen wird der kritische Wert von σ^* als die Festigkeit σ_c bezeichnet. Es ist dann

$$F(\sigma_c) = 1 - \exp \left[- \frac{1}{S_0} \left(\frac{\sigma_c}{\sigma_s} \right)^m \int g^m(x, y, z) dS \right] \quad (55)$$

Das Integral in Gl. (55) wird als effektive Oberfläche bezeichnet,

$$S_{\text{eff}} = \int g^m(x, y, z) dS \quad (56)$$

wobei $g(x, y, z)$ eine Geometriefunktion ist. Damit läßt sich Gl. (55) auch schreiben als

$$F(\sigma_c) = 1 - \exp \left[- \frac{S_{\text{eff}}}{S_0} \left(\frac{\sigma_c}{\sigma_s} \right)^m \right] \quad (57)$$

Der Spannungsverlauf in der Biegeprobe ist gegeben durch

$$\sigma = \sigma^* \cdot \frac{y}{r} \quad (58)$$

wobei σ^* die Randfaserspannung und y der Abstand von der neutralen Faser ist.

Aus Gl. (54) folgt für die Geometriefunktion

$$g(x, y, z) = \frac{y}{r} \quad (59)$$

Zugspannungen sind für das Versagen der zylindrischen Probe verantwortlich, so daß die Gl. (56) nur über die Zugseite der Zylindermantelfläche integriert wird. Zusammen mit dem Mantelflächenelement $dS = \ell r d\varphi$ und dem Abstand $y = r \cos\varphi$ kann die Gl. (56) nun geschrieben werden als

$$S_{\text{eff}} = 2 \int_0^{\frac{\pi}{2}} \left(\frac{y}{r}\right)^m dS = 2 \ell r \int_0^{\frac{\pi}{2}} \cos^m \varphi d\varphi = 2 \ell r \left(\frac{\pi \Gamma(m+1)}{2^{m+1} \Gamma\left(\frac{m+2}{2}\right) \Gamma\left(\frac{m+2}{2}\right)} \right) \quad (60)$$

wobei die Länge ℓ den Bereich mit konstanter Randfaserspannung zwischen den inneren Auflagern kennzeichnet. Die auf Zug belasteten Oberflächenanteile zwischen den inneren und äußeren Auflagern - Randfaserspannung nimmt vom inneren zum äußeren Auflager stetig auf Null ab - wurden hier nicht berücksichtigt. Γ ist die Gammafunktion.

Mit Gl. (60) in Gl. (57) eingesetzt, berechnet sich die Versagenswahrscheinlichkeit für die Biegeprobe aus

$$F(\sigma_c)_{\text{Bieg}} = 1 - \exp \left[- \frac{2 \pi \ell r}{S_0} \left(\frac{\sigma_c}{\sigma_s} \right)^m \left(\frac{\Gamma(m+1)}{2^{m+1} \Gamma\left(\frac{m+2}{2}\right) \Gamma\left(\frac{m+2}{2}\right)} \right) \right] \quad (61)$$

Im Fall der homogen belasteten Zugprobe entspricht die effektive Oberfläche S_{eff} der Mantelfläche des Zylinders:

$$S_{\text{eff}} = 2 \pi r \ell \quad (62)$$

Mit Gl. (62) in Gl. (57) eingesetzt, kann die Versagenswahrscheinlichkeit für die Zugprobe geschrieben werden als

$$F(\sigma_c)_{\text{Zug}} = 1 - \exp \left[- \frac{2 \pi \ell r}{S_0} \left(\frac{\sigma_c}{\sigma_s} \right)^m \right] \quad (63)$$

Bei gleicher Versagenswahrscheinlichkeit von Biege- (Gl. (61)) und Zugprobe (Gl. (63)) folgt

$$\sigma_{\text{Zug}} = \sigma_{\text{Bieg}} \left(\frac{\Gamma(m+1)}{2^{m+1} \Gamma\left(\frac{m+2}{2}\right) \Gamma\left(\frac{m+2}{2}\right)} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (64)$$

6.6.6. Diskussion der Ergebnisse

In Abbildung 90 sind die Festigkeiten der im Zugversuch getesteten Verbundproben im Weibulldiagramm dargestellt. Nicht enthalten sind die Festigkeiten für den Stirnverbund mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen der Konfiguration Innenfase Al_2O_3 / Außenfase Ni42 (vgl. Kapitel 6.6.3.1).

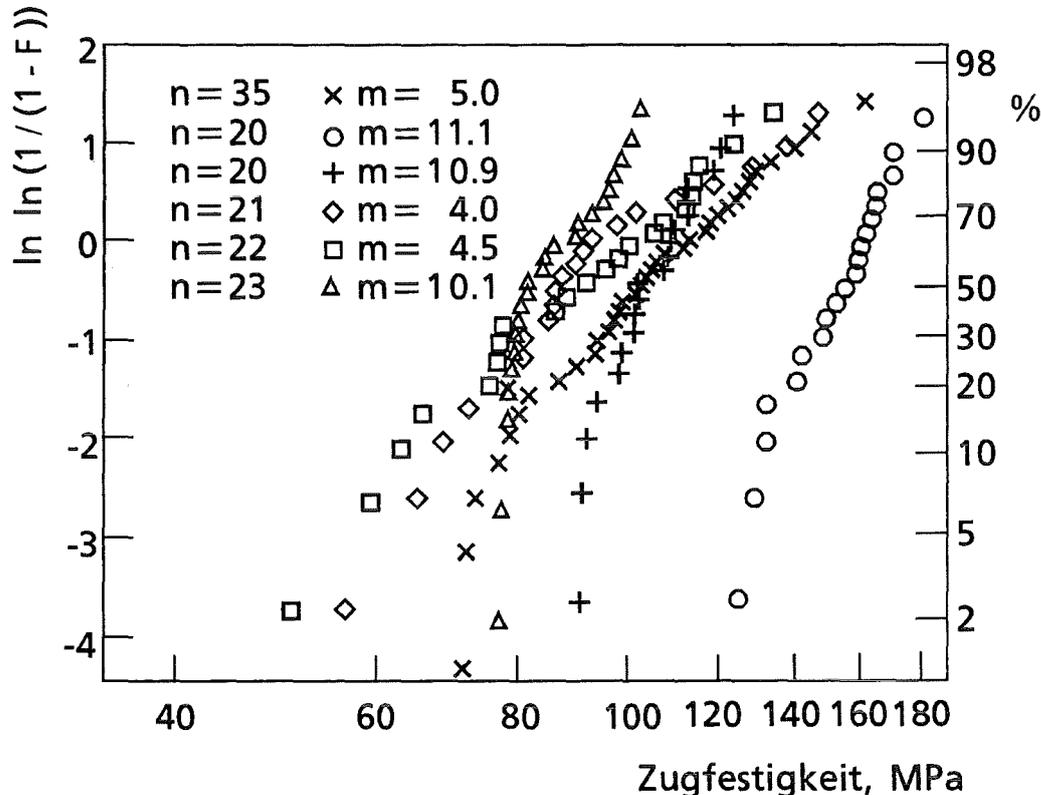


Abbildung 90: Zugfestigkeiten für Stirnverbundproben unterschiedlicher Fügeflächen-geometrien.

- (x) stumpfer Stirnverbund ohne Nachbearbeitung
- (o) stumpfer Stirnverbund mit Nachbearbeitung
- (+) stumpfer Stirnverbund mit lasertexturierter Keramik
- (◇) Stirnverbund mit Innenhalbkugel Ni42 / Außenhalbkugel Al_2O_3
- (□) Stirnverbund mit Innenhalbkugel Al_2O_3 / Außenhalbkugel Ni42
- (△) Stirnverbund mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen (Innenfase Ni42 / Außenfase Al_2O_3)

Die Festigkeiten der stumpfen Stirnverbunde mit den Brucherscheinungen 1 und 2 (vgl. Kapitel 6.6.1) sind hier zu einer Wertereihe für den Stumpfverbund ohne Nachbearbeitung zusammengefasst. Die Festigkeiten dieser Verbundprobe liegen bei gleichen Versagenswahrscheinlichkeiten höher als die Festigkeiten für die Verbundproben mit kegelstumpfförmigen und halbkugelförmigen Fügeflächen. Die höchsten Festigkeiten wurden eindeutig für die stumpfen Stirnverbunde erzielt, die nach dem Löten durch mechanisches Schleifen nachbearbeitet wurden. Durch die mechanische Schleifbearbeitung werden an der Keramikoberfläche Druckspannungen induziert. Diese Druckspannungen reduzieren die herstellungsbedingten Zugeigenspannungen in der Keramik, wodurch höhere Festigkeiten erreicht werden. Lediglich für die Verbundproben mit lasertexturierter Keramik liegen die Festigkeiten bei Versagenswahrscheinlichkeiten $\leq 50\%$ zwischen den beiden Qualitäten der stumpfen Stirnverbunde mit geschliffenen Fügeflächen.

Das Festigkeitsniveau der Verbundprobe mit Innenhalbkugel Ni42 / Außenhalbkugel Al₂O₃ ist für Versagenswahrscheinlichkeiten $\geq 30\%$ deutlich höher, als für den Verbund mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen (Innenfase Ni42 / Außenfase Al₂O₃). Am inneren Querschnittsübergang der kegelstumpfförmigen Fügefläche treten in der Keramik Zugspannungsüberhöhungen auf (vgl. Abbildung 56, Kapitel 4.3.1), die die Festigkeit dieses Verbundtyps bestimmen. Das Fehlen dieser geometrischen Unstetigkeit durch die kontinuierliche Krümmung der halbkugelförmigen Fügefläche, korrespondiert mit den höheren Festigkeiten dieser Verbundprobe.

Die erzielten Festigkeiten für die beiden Verbundprobentypen mit halbkugelförmigen Fügeflächen unterscheiden sich nur unwesentlich. Vom Standpunkt der thermisch induzierten Eigenspannungen ausgehend, treten am Materialübergang des freien Randes Druckspannungen für die Verbundprobe mit Innenhalbkugel Al₂O₃ / Außenhalbkugel Ni42 auf. Für die vertauschte Anordnung der Verbundmaterialien liegen am freien Rand der Keramik, vorallem in nächster Umgebung zum Materialübergang Keramik / Lot, Zugeigenspannungen vor. Diese Aussagen gelten qualitativ für den Verbund Al₂O₃ / Ni42 gleich, wie sie für den Verbund Al₂O₃ / Ck45 in Kapitel 4.4 explizit aufgeführt sind.

In Tabelle 24 sind die ermittelten Weibullparameter und ihre Konfidenzintervalle für die gerechnete Keramikzugprobe, und für alle im Zugversuch getesteten Keramik - Metall - Verbunde aufgeführt.

Probe	σ_0 [Konf.-Int.] (MPa)	m [Konf.-Int.]
homogene Al ₂ O ₃ - Keramik	314 [306 , 322]	13 [10.1 , 16.8]
stumpfer Stirnverbund (Brucherscheinung 1)	100 [93 , 107]	6 [4.4 , 8.1]
stumpfer Stirnverbund (Brucherscheinung 2)	129.3 [121 , 138]	6.7 [4.7 , 9.6]
stumpfer Stirnverbund (Brucherscheinung 3)	159.2 [154 , 165]	11.1 [8.3 , 15.2]
stumpfer Stirnverbund mit lasertexturierter Keramik	109.3 [105 , 113]	10.9 [8.1 , 14.9]
Kegelstumpf (Außenfase Al ₂ O ₃ / Innenfase Ni42)	90 [87 , 93]	10.1 [7.7 , 13.3]
Halbkugel (Außen Al ₂ O ₃ / Innen Ni42)	102.1 [92 , 113]	4 [2.9 , 5.3]
Halbkugel (Innen Al ₂ O ₃ / Außen Ni42)	100.6 [93 , 109]	4.5 [3.4 , 6.1]

Tabelle 24: Weibullparameter und ihre Konfidenzintervalle der Festigkeitsverteilungen für die Keramik- und die Keramik - Metall - Verbundproben aus Zugversuchen.

Für die homogene Keramikzugprobe wurde der Weibullparameter σ_0 und sein Konfidenzintervall rechnerisch bestimmt. Der Weibullexponent der homogenen Keramikbiegeprobe beträgt $m = 13.0$ (vgl. Tabelle 17, Kapitel 5.3). Den Weibullexponent m in Gl. (64) eingesetzt, ergibt

$$\sigma_{\text{Zug}} = 0.843 \cdot \sigma_{\text{Bieg}} \quad (65)$$

Der Weibullparameter σ_0 und die Werte der Intervallgrenzen sind aus der Stichprobe der Zugfestigkeiten zu bestimmen. Die Zugfestigkeiten werden aus den einzelnen Biegefestigkeiten mit Gl. (65) berechnet.

Im Rahmen der Konfidenzintervalle stimmen die Werte des Weibullexponenten m für

- die homogene Keramikprobe,
- die stumpfe Stirnverbundprobe mit Brucherscheinung 3,
- die stumpfe Stirnverbundprobe mit lasertexturierter Fügefläche der Keramik, und
- die Stirnverbundprobe mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen (Außenfase Al₂O₃ / Innenfase Ni42) überein.

Der gerechnete σ_0 - Wert der homogenen Keramik ist um das 2 - 3 - fache höher, als für die Keramik - Metall - Verbunde. Zugeigenspannungen an der Keramikoberfläche, sowie zusätzliche Spannungsüberhöhungen am singulären Materialübergang Keramik / Lot in Folge der mechanischen Belastung sind verantwortlich für die wesentlich niedrigeren Festigkeiten der Verbundproben gegenüber der homogenen Keramik.

Für die stumpfen Stirnverbunde mit den Brucherscheinungen 1 und 2 sind die Werte für den Weibullexponenten m unvereinbar mit dem Wert für den stumpfen Stirnverbund mit der Brucherscheinung 3. Der letztere Verbund wurde nach dem Löten durch mechanisches Schleifen der Keramikoberfläche im Bereich der Lötnaht nachbearbeitet. Die kritischen Fehler der beiden unbearbeiteten Chargen waren vermutlich größer, als für die nachbearbeitete Probencharge. Die durchgeführten fraktographischen Untersuchungen konnten den experimentellen Nachweis nicht erbringen.

Die Weibullexponenten m der Verbundproben mit halbkugelförmigen Fügeflächen sind unvereinbar mit dem der homogenen Keramikprobe, und der damit verträglichen Verbundproben. Die Weibullexponenten sind mit $m = 4.0$ und $m = 4.5$ noch kleiner, als die für die stumpfen Stirnverbunde mit den Brucherscheinungen 1 und 2, mit $m = 6.0$ und $m = 6.7$.

Die im Vergleich zur homogenen Keramik niedrigen Weibullparameter m der getesteten Verbundproben typen zeigen keine eindeutige Abhängigkeit von den bestimmten Biegeanteilen aus Winkelfehlern und den Abweichungen aus einer gemeinsamen Fluchtachse. Die Ergebnisse für die stumpfe Stirnverbundgeometrie zeigen schön, daß vielmehr die Zuverlässigkeit und Reproduzierbarkeit der Probenvorbereitung und der anschließende Lötprozeß das erreichbare Ergebnis entscheidend vorbestimmen und deshalb diese Punkte weiter zu optimieren sind. Aus dem Lötspalt austretendes Lot, daß in der nächsten Umgebung zum Materialübergang die freie Keramikoberfläche benetzt, hat einen völlig anderen lokalen Eigenspannungszustand zur Folge, als im Vergleich dazu ein ideal freier Materialübergang mit lotfreier Keramikoberfläche, woraus die Unterschiede im Bruchverhalten resultieren.

7. Zusammenfassung

Beim stoffschlüssigen Fügen von Keramik mit Metall bei hohen Temperaturen entstehen beim Abkühlen Eigenspannungen im Werkstoffverbund. An der freien Oberfläche können an den Materialübergängen lokal sehr hohe Spannungen auftreten. Hohe Zugspannungen an der Keramikoberfläche können bereits zum Versagen des Verbundes durch Abkühleigenspannungen bei der Herstellung führen.

Die hier durchgeführten Arbeiten konzentrierten sich darauf, durch konstruktive Gestaltung der Fügeflächengeometrie diese lokalen Zugspannungsüberhöhungen in der Keramik möglichst zu vermeiden. Die Keramik - Metall - Verbunde wurden mit dem Aktivlötverfahren hergestellt. Analytische Rechnungen und numerische Rechnungen mit der Finite Element Methode (FEM) stützten die experimentellen Untersuchungen hinsichtlich der Charakterisierung des Eigenspannungszustandes der verschiedenen Verbundprobegeometrien.

Im ersten Teil der Arbeit werden die an verschiedenen Keramik - Metall - Plattenverbunden von Eigenmann mit dem Verfahren der Röntgenbeugung, und von Pintschovius mit dem Verfahren der Neutronenbeugung gemessenen Eigenspannungen mit eigenen FE - Rechnungen verglichen. Das Konzept zur Berechnung des K - Faktors, der ein Maß für das singuläre Spannungsfeld im freien Randbereich an den Materialübergängen darstellt, wird vorgestellt und auf die experimentell untersuchten Probegeometrien angewandt. Ausgehend vom rechtwinkligen Dreischichtverbund, einer aktivgelöteten Verbindung zwischen dem Vergütungsstahl Ck45 und einer Al_2O_3 - Keramik, die durch Abkühleigenspannungen in der Keramik versagt, wurde die Geometrie der Fügefläche verändert. Für das aktivgelötete Verbundsystem zwischen der Eisen - Nickel - Legierung Ni42 und der Al_2O_3 - Keramik wurden die verschiedenen Verbundprobegeometrien im Vierpunktbiegeversuch und im Zugversuch getestet.

Die wichtigsten Resultate sind nachstehend zusammengefaßt.

- Die Ergebnisse, der im Zentrum der Plattenoberfläche mit den Verfahren der Röntgenbeugung und Neutronenbeugung gemessenen Eigenspannungen stimmen gut mit den Ergebnissen der FE - Rechnungen überein. Mit der Neutronenstrahlung war es möglich das Eigenspannungsprofil im Querschnitt, entlang der Symmetrieachse des Plattenverbundes, zu messen. Die Neutronenbeugungsmessungen und die Eigenspannungsrechnungen mit der FEM bestätigten den biaxialen Eigenspannungszustand ($\sigma_x = \sigma_y, \sigma_z = 0$) für die dünnen Plattenverbunde, sowie den 3 - achsigen Spannungszustand ($\sigma_x = \sigma_y, \sigma_z \neq 0$) für die Verbunde mit nicht vernachlässigbaren Dickenabmessungen gegenüber den lateralen Abmessungen. Die elastoplastischen FE - Rechnungen für homogene Abkühlung berücksichtigen linear - elastisches Materialverhalten der Keramik und elastisch - ideal plastisches Materialverhalten für das Lot und den metallischen Verbundpartner.

Verbundsystem: Vergütungsstahl Ck45 - Al_2O_3 - Keramik

- Die stumpfen Stirnverbunde mit rechteckförmigen beziehungsweise zylindrischen Fügeflächen aus dem Vergütungsstahl Ck45 und der Al_2O_3 - Keramik versagten bereits beim Herstellen durch thermisch induzierte Eigenspannungen während des Abkühlens. Bei den Verbundproben mit lotfreier Keramikoberfläche im Materialübergangsbereich (ideale Berandung) beginnt das Versagen direkt am singulären Materialübergang Keramik / Lot, und lenkt dann in die Keramik aus, das den typischen Kalottenbruch zur Folge hat. Ist die Oberfläche der Keramik mit Lot benetzt, dann initiiert die Schädigung in der Keramik dort, wo die lotfreie Oberfläche beginnt.
- Mit Hilfe der FEM wurde der Verlauf der Eigenspannungsschädigung für den stirnseitig gelöteten Al_2O_3 - Ck45 - Verbund nachvollzogen. Als Bruchkriterium wurde das Kriterium der maximalen Energiefreisetzungsrates verwendet. Die Ausrichtung der maximalen Hauptspannung σ_1 an der Rißspitze war stets senkrecht zur errechneten Rißausbreitungsrichtung, wonach der Eigenspannungsriß in der Keramik unter reiner Mode - I Belastung wächst.

- FE - Rechnungen zur thermischen Belastung einer Keramik - Metall - Verbundprobe mit simuliertem Eigenspannungsriß wurden mit FE - Rechnungen einer ungeschädigten Struktur verglichen. Die Wirkrichtung der Hauptspannung nahe der Rißspitze war an gleichen Knotenpunkten der ungeschädigten Struktur praktisch gleich. Ist der reale Rißverlauf der Eigenspannungsschädigung bekannt, dann kann dieser qualitativ anhand der Hauptspannungen aus der FE - Rechnung für die ungeschädigte Struktur interpretiert werden. Wesentlich zeitintensivere und kostspieligere Rechnungen sind notwendig, wenn Vorausberechnungen einer möglichen Schädigung, beziehungsweise Rißfortschrittsrechnungen mit bruchmechanischen Ansätzen angestrebt werden.
- In einem ersten Schritt wurden durch ein rein empirisches Vorgehen die Geometrieverhältnisse am kritischen Materialübergang Keramik / Lot durch das Anfasen des Randes der ebenen Fügeflächen von Keramik - und Metallkörper mit einer 30°- beziehungsweise 60°- Fase verändert. Die Aktivlote wurden in unterschiedlichen Abmessungen und Folienstärken bereitgestellt, so daß sich bei identischer Geometrie der Keramik- und Metallkörper, unterschiedliche Randgeometrien an den Materialübergängen ausbilden konnten. Alle Verbundprobentypen der gelöteten Verbindung Al_2O_3 / Ck45 versagten in der Keramik infolge der hohen Abkühleigenspannungen.
- In die Fügefläche der Al_2O_3 - Keramik wurden mittels Laser kegelförmige Vertiefungen eingebracht, die nach dem Löten mit Lot ausgefüllt waren. Bei grenzflächennahem Versagen der Keramik, sollte sich die am freien Rand initiiierende Schädigung im "duktilen Lot" tot laufen (blunting effect). Meist tritt jedoch eine geringe Lotmenge aus dem Lötspalt aus und benetzt die Keramikoberfläche. Das Versagen beginnt dann in einem Abstand 0,35 - 0,7 mm zur Grenzfläche, direkt am Übergang von mit Lot benetzter zu lotfreier Keramikoberfläche. Da die Vertiefungen nur 0,45 mm in die Keramik hineinragten, war das Stoppen der Schädigung nicht möglich. Die doppelte bis dreifache Tiefe der kegeligen Einschüsse wären erforderlich, die herstellungstechnisch nur schwierig zu realisieren sind.
- Eigenspannungsberechnungen mit Hilfe der FEM zeigten für die Verbundgeometrie mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen, der Variante Innenfase Keramik / Außenfase Metall, daß in der Keramik am singulären Randbereich Druckspannungen auftreten. Der reale Al_2O_3 - Ck45 - Verbund versagte auch hier beim Herstellen aufgrund von Abkühleigenspannungen. Hohe Schubbelastungen in der Lotschicht entlang der kegeligen Fase hatten ein beidseitiges Grenzflächenversagen zur Folge. Am Übergang von der Fase in den stumpfen Plateaubereich, einer inneren Unstetigkeitsstelle, lenkte das Versagen in die Keramik aus und zeigte den typischen, kalottenförmigen Ausbruch. Für die umgekehrte Anordnung der Verbundpartner, Außenfase Keramik / Innenfase Metall, liegen in der Keramik am singulären Materialübergang des freien Randes Zugspannungen vor, die hier das Versagen auslösten.
- Bei der Stirnverbundprobe mit halbkugelförmigen Fügeflächen weist der Probentyp mit Innenhalbkugel Keramik / Außenhalbkugel Metall Druckspannungen in der Keramik am Materialübergang Keramik / Lot des freien Randes auf. Die hohen Schubbelastungen in der Lotschicht, die vom freien Rand in Richtung des Scheitels der gekrümmten Fügefläche hin zunehmen, waren verantwortlich für das Ablösen der Keramik vom Lot. Der Grenzflächenriß lenkt im Bereich des Scheitels in die Keramik aus. Die umgekehrte Anordnung der Verbundpartner mit Außenhalbkugel Keramik / Innenhalbkugel Metall versagt in der Keramik durch Abkühleigenspannungen. Hohe Zugspannungen am singulären Materialübergang Keramik / Lot sind die Verursacher der Schädigung.

Verbundsystem: Eisen - Nickel - Legierung Ni42 - Al_2O_3 - Keramik

- Bei der Aktivlötverbindung zwischen der Al_2O_3 - Keramik, und einer im Wärmeausdehnungsverhalten der Keramik angepaßten Eisen - Nickel - Legierung Ni42, konnte für die verschiedenen Probentypen mechanisch prüfbare Verbunde hergestellt werden. Der K - Faktor ist für den Fall das K positive Werte annimmt (stumpfer Stirnverbund) für das Verbundsystem Al_2O_3 - Ni42 kleiner (kein Versagen durch Abkühleigenspannungen), wie für den Al_2O_3 - Ck45 - Verbund (Versagen durch Abkühleigenspannungen).

Vierpunktbiegeversuche

- Die mittlere Biegefestigkeit der homogenen Keramik ($\overline{\sigma_B} = 340 \text{ MPa}$) ist etwa doppelt so hoch, wie die mittlere Festigkeit der besten Keramik - Metall - Verbundprobe ($\overline{\sigma_B} = 165 \text{ MPa}$), dem Stirnverbund mit kegelstumpfförmiger Fügefläche mit Außenfase Keramik / Innenfase Metall.
- Das Festigkeitsniveau der stumpfen Stirnverbunde mit zylindrischen und rechteckigen Pobenquerschnitten ist im Rahmen der Konfidenzintervalle für den Weibullparameter σ_0 verträglich. Die Streuung der Festigkeiten hingegen, ist im Fall der rechteckigen Stirnverbunde mit $m = 10.7$ kleiner, als im Fall der zylindrischen Stirnverbunde mit $m = 5.0$. Die Weibullparameter m sind unvereinbar. Die geringere Streuung der Festigkeiten für die rechteckigen Verbundproben resultiert möglicherweise aus der Veränderung der zum Versagen führenden Fehlerpopulation, sowie dem geänderten Eigenspannungszustand an den durch mechanisches Schleifen nachbearbeiteten Oberflächen.
- Der Stirnverbund mit kegelstumpfförmiger Fügefläche der Variante Außenfase Keramik / Innenfase Metall hatte die höchsten Festigkeiten bei der niedrigsten Streuung. Aus den thermischen Eigenspannungsberechnungen wurden für diesen Verbundprobentyp Zugspannungen in der Keramik am Materialübergang Keramik / Lot des freien Randes vorhergesagt. Für die umgekehrte Anordnung sind lokale Druckspannungen in der Keramik zu erwarten. Dieser Verbundprobentyp zeigte jedoch wegen einer geometrischen Fehlpassung der beiden Formkörper die niedrigsten Biegefestigkeiten. Die saubere Innenbearbeitung der Keramik und das Anpassen der kegeligen Fügeflächen erwiesen sich als sehr problematisch.
- Im Rahmen der Konfidenzintervalle sind die Weibullexponenten m der stumpf gelöteten, zylindrischen Stirnverbundgeometrie und für die Stirnverbundgeometrie mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen (Innenfase Al_2O_3 / Außenfase Ni42) unvereinbar mit dem für die homogene Keramikprobe. Der σ_0 - Wert der homogenen Keramik ist um das 2 - 6 - fache höher, als für die Verbundproben. Die Zugeigenspannungen in der Keramik und die in Folge der thermischen und mechanischen Belastung bedingten Spannungssingularitäten an den Materialübergängen der freien Oberfläche, sowie unterschiedlich verteilte Fehlergrößen, reduzieren die Festigkeiten der Verbundproben gegenüber der homogenen Keramik.

Zugversuche:

Mit der hier entwickelten Prüfeinrichtung werden biegeschlaffe Kevlar-seile zur Kraftübertragung zwischen der Prüfmaschine und der Zugprobe verwendet. Die Biegung, die durch die Verbundproben selbst verursacht wird (z.B. durch Fertigungsungenauigkeiten), wurde an zwei Verbundproben exemplarisch gemessen. Die gemessenen Biegeanteile stimmten mit den entwickelten theoretischen Abschätzungen gut überein.

- Bei der stumpfen Stirnverbundgeometrie, die nach dem Herstellen ohne Nachbehandlung direkt geprüft wurden, waren zwei unterschiedliche Brucherscheinungen zu beobachten, die eindeutig dem Aussehen der Lötnaht im freien Randbereich zugeordnet werden konnten. Das Festigkeitsniveau der Brucherscheinung 1 ($m = 6.0$, $\sigma_0 = 100 \text{ MPa}$) mit reinem Versagen in der Keramik ist niedriger, als für die Brucherscheinung 2 ($m = 6.7$, $\sigma_0 = 129.3 \text{ MPa}$) mit überwiegend Grenzflächenversagen. Für eine Probencharge wurde nach dem Löten das Lot auf der Keramikoberfläche durch mechanisches Schleifen entfernt. Diese Verbundproben erzielten die höchsten Festigkeiten ($m = 11.1$, $\sigma_0 = 159.2 \text{ MPa}$). Die vergleichsweise hohen Festigkeiten werden den reduzierten Zugeigenspannungen an der Keramikoberfläche durch überlagerte (Druck-) Schleifeigenspannungen zugesprochen.
- Die Festigkeiten der stumpfen Stirnverbundprobe mit lasertexturierter Fügefläche der Keramik liegen für Versagenswahrscheinlichkeiten unter 50% zwischen den beiden Qualitäten der stumpfen Stirnverbundgeometrie mit geschliffenen Fügeflächen.

- Das Festigkeitsniveau der beiden Verbundprobentypen mit halbkugelförmigen Fügeflächen ist praktisch gleich. Jedoch sind die Festigkeiten der Verbundprobe mit halbkugelförmigen Fügeflächen höher, als für die Verbundtypen mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen. Zugspannungen in der Keramik am inneren Querschnittsübergang der Verbundprobe mit kegelstumpfförmigen Fügeflächen reduzieren die erreichbaren Festigkeiten. Das Fehlen dieser geometrischen Unstetigkeit durch die kontinuierliche Krümmung der halbkugelförmigen Fügefläche, korrespondiert mit den höheren Festigkeiten dieser Verbundproben.
- Das Wechselspiel zwischen den singulären Eigenspannungen in der lokalen Randzone des Materialübergangs und den Eigenspannungen im Lötnahtbereich außerhalb dieses Randbereiches schaffen einen komplexen Eigenspannungszustand, der das reale Festigkeitsverhalten bestimmt. Die Optimierung der Fügeflächengeometrie im Hinblick auf verminderte Eigenspannungen im singulären Randbereich, schafft neue Problemzonen an anderer Stelle des Fügequerschnittes, wobei hohe Normal- und Schubbelastungen in der Keramik und im Lot auftreten, so daß der positive Effekt der geringen lokalen Eigenspannungen nicht ausgeschöpft werden kann.

Die hier vorliegenden Untersuchungen zeigen deutlich, daß durch eine geeignete geometrische Gestaltung der Fügeflächen von Keramik und Metall, die kritischen Zugeigenspannungen in der Keramik am freien Materialübergang Lot / Keramik reduziert oder gar vermieden werden können. Diese lokalen Eigenspannungszustände können mit dem Konzept des K - Faktors beschrieben werden. Das K - Konzept setzt die Annahme rein linear elastischen Materialverhaltens der Verbundpartner voraus und die Bedingung, daß der Eigenspannungszustand vollständig als ebenes Problem behandelt werden kann. Die Eigenspannungen in zylindrischen Verbundproben können im ebenen Fall vollständig durch rotationssymmetrische Rechnungen bestimmt werden. Der K - Faktor kann für sich allein jedoch keine Auskunft darüber geben, wie ein Werkstoffverbund zu dimensionieren ist. Die Erweiterung des K - Konzeptes auf reales Werkstoffverhalten, die das plastische Werkstoffverhalten von Lot und Metall entsprechend berücksichtigen, ist notwendig. Diese Basis ermöglicht vielleicht die Entwicklung eines gültigen Versagenskriteriums beziehungsweise einer Dimensionierungsrichtlinie.

Eigenspannungsmessungen mit dem Verfahren der Röntgenbeugung oder besser noch mit dem Verfahren der Neutronenbeugung liefern wertvolle Informationen, um die gerechneten Eigenspannungen und damit die Gültigkeit der getroffenen Annahmen zu überprüfen.

Bei großen Unterschieden im Wärmeausdehnungsverhalten der beiden Verbundpartner Keramik und Metall können entsprechend aufwendige Fügeflächengeometrien helfen hohe lokale Zugeigenspannungen in der Keramik am singulären Materialübergang Keramik / Lot zu vermeiden. Das Versagen durch thermisch induzierte Eigenspannungen beim Abkühlen bereits bei der Herstellung kann dadurch nicht verhindert werden, da an anderer Stelle des Fügequerschnittes hohe Zugeigenspannungen im Lot und in der Keramik auftreten, wie es z.B. für den Verbund zwischen dem Vergütungsstahl Ck45 und einer Al_2O_3 - Keramik hier aufgezeigt wurde.

Die beste Lösung, um die Zugeigenspannungen in der Keramik im Keramik - Metall - Verbund zu vermindern oder gar zu vermeiden, ist die Auswahl eines im Wärmeausdehnungsverhalten der Keramik angepassten metallischen Verbundpartners (hier: Eisen - Nickel - Legierung Ni42 verbunden mit einer Al_2O_3 - Keramik). So lassen sich bei einfachster Gestaltung der Fügeflächen - plane, ebene Flächen - durch eine unkomplizierte Handhabung im Fertigungsprozeß, mechanisch feste Verbunde herstellen, die in ihrer Zuverlässigkeit und Reproduzierbarkeit hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften noch optimiert werden können.

8. Anhang

A1 K - Faktoren für den rechtwinkligen Zwei- und Dreischichtverbund

Verbund	Material- kombinat.	E ₁	α ₁	v ₁	Über- gang i - j	ω	σ _{y0ij}	K _{Lij}	K _{Lij∞}
		E ₂	α ₂	v ₂					
		[GPa]	[10 ⁻⁶ K ⁻¹]						
DSEST,Ck (EDZ)	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23	1 - 2	0.1363	-3.1838	1.526	2.31
	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3	1 - 3	0.0266	-4.2589		3.96
	Ck45	210	11.1	0.3					
DSEST,Ni (EDZ)	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23	1 - 2	0.1363	-3.1838	1.02	2.31
	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3	1 - 3	0.0582	1.497		-1.29
	Ni42	150	5.6	0.3					
DSRST,Ck (RSZ)	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23	1 - 2	0.1363	-3.1838	1.41	
	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3	1 - 3	0.0266	-4.2589		
	Ck45	210	11.1	0.3					
DSRST,Ni (RSZ)	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23	1 - 2	0.1363	-3.1838	1.05	
	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3	1 - 3	0.0582	1.497		
	Ni42	150	5.6	0.3					

Rechtwinkliger 3-Schichtverbund (90° / -90°) mit $H_1/L = H_3/L = 10.0$ und $H_2/L = 0.025$.

EDZ: = ebener Dehnungszustand, RSZ: = rotationssymmetrischer Spannungszustand.

Verbund	Material- kombinat.	E ₁	α ₁	v ₁	Über- gang i - j	ω	σ _{y0ij}	K _{Lij}	K _{Lij∞}
		E ₂	α ₂	v ₂					
		[GPa]	[10 ⁻⁶ K ⁻¹]						
ZSEST (EDZ)	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23					
	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3	1 - 2	0.1363	-3.1838	2.31	2.31
ZSRST (RSZ)	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3					
	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23	1 - 2	0.1363	-3.1838	2.15	

Rechtwinkliger 2-Schichtverbund (90° / -90°) mit $H_1/L = H_2/L = H/L = 2.0$.

EDZ: = ebener Dehnungszustand, RSZ: = rotationssymmetrischer Spannungszustand.

A2 K - Faktoren für den Zwei- und Dreischichtverbund mit $\theta_j - \theta_i = \pi$

Verbund	Material-kombinat.	E_1	α_1	ν_1	Über-gang i - j	ω	σ_{y0ij} [MPa]	Winkel θ_i / θ_j [°]	K_{Lij} [MPa]
		E_2	α_2	ν_2					
		E_3 [GPa]	α_3 [$10^{-6}K^{-1}$]	ν_3					
DSK-45,Ck	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23	1 - 2	0.094372	5.51112	-45/135	-2.01
	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3					
	Ck45	210	11.1	0.3					
DSK135,Ck	Ck45	210	11.1	0.3	2 - 3	-0.1254	5.51112	-45/135	-4.3
	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3					
	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23					
DSK-45,Ni	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23	1 - 2	0.094372	5.51112	-45/135	-1.53
	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3					
	Ni42	150	5.6	0.3					
DSK135,Ni	Ni42	150	5.6	0.3	2 - 3	-0.1254	5.51112	-45/135	-5.5
	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3					
	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23					

3-Schichtverbund ($\theta_j - \theta_i = \pi$, $i=1,2$; $j=i+1$) mit $H_1/L = H_3/L = 10.0$ und $H_2/L = 0.02$.

Verbund	Material-kombinat.	E_1	α_1	ν_1	Über-gang i - j	ω	σ_{y0} [MPa]	Winkel θ_i / θ_j [°]	K_{Lij} [MPa]
		E_2	α_2	ν_2					
		[GPa]	[$10^{-6}K^{-1}$]						
ZSK-45	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23	1 - 2	0.094372	5.51112	-45/135	- 2.23
	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3					
ZSK135	Ag-Cu-Ti	72	18.95	0.3	1 - 2	-0.1254	5.51112	-45/135	- 3.52
	Al ₂ O ₃	350	8.1	0.23					

2-Schichtverbund ($\theta_2 - \theta_1 = \pi$) mit $H_2/L = 0.02$.

A3 Meßmethode und Auswertung zur Bestimmung des Winkelfehlers α

Eine Keramik - Metall - Verbundprobe wurde metallseitig in ein Präzisionsdreibackenfutter eingespannt (vgl. Abbildung 91).

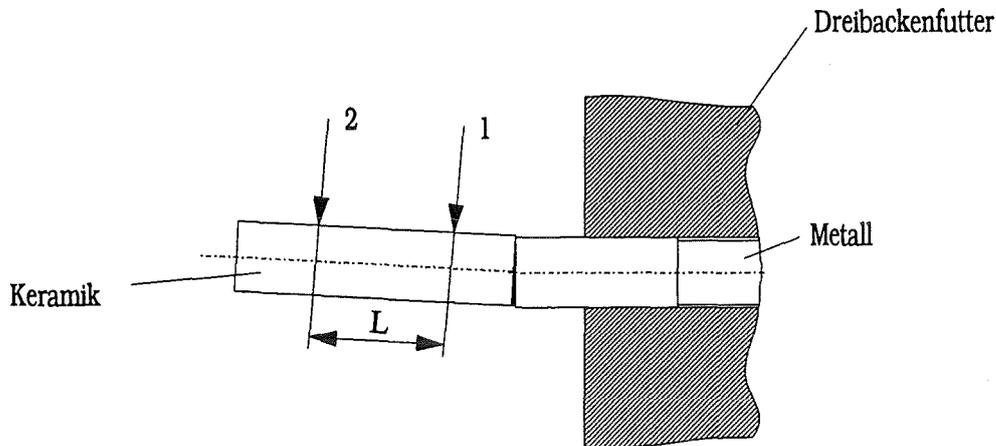


Abbildung 91: Keramik - Metall - Verbundprobe, eingespannt im Dreibackenfutter.

An Position 1 wurde der Taststift der Meßuhr angesetzt (vgl. Abbildung 92). Nachdem der Taststift an der Meßstelle anliegt und die Meßuhr auf die Nullstellung abgeglichen ist, wurde das Dreibackenfutter mit der eingespannten Probe um 360° gedreht. Die Stelle des größten Ausschlags der Meßuhr nach oben (+ - Richtung) wurde markiert, und der Betrag der größten Abweichung nach unten (- - Richtung) wurde addiert und ergibt damit die Exzentrizität e_1 . Es muß überprüft werden, ob sich der Zeiger der Meßuhr nach einer Umdrehung des Dreibackenfutters wieder in seiner Ausgangsposition (der Nullstellung) befindet. Ist dies nicht der Fall, muß die Messung wiederholt werden. An Meßposition 2 wurde wie an Stelle 1 vorgegangen. Analog zur Messung an Position 1 wird hier aus der Summe der größten Abweichungen die Exzentrizität e_2 bestimmt.

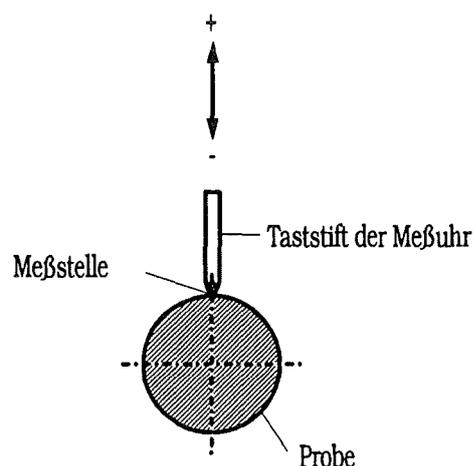


Abbildung 92: Taststift der Meßuhr auf der Keramikprobe.

Mit einem Meßschieber ließ sich der Abstand l der beiden Meßstellen bestimmen. Befinden sich die Markierungen der Höchstauschläge beider Meßpositionen auf einer zur Keramikachse parallelen Randfaser, dann kann der Winkelfehler α wie folgt berechnet werden:

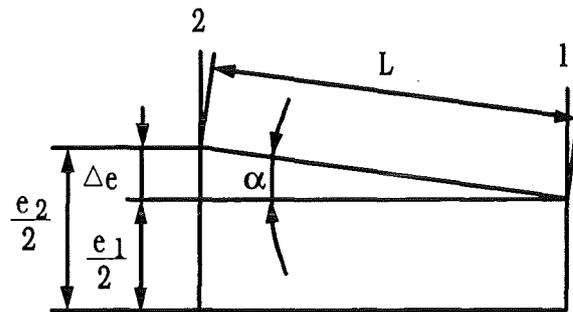


Abbildung 93: Skizze zur Berechnung des Winkelfehlers α im einfachsten Fall.

$$\Delta e = \frac{1}{2}(e_2 - e_1)$$

$$\sin \alpha = \frac{\Delta e}{L} \Rightarrow \alpha = \arcsin \frac{e_2 - e_1}{2 \cdot L}$$

Liegen die Maxima von Meßposition 1 und 2 nicht auf einer zur Stabachse des Keramikkörpers parallelen Randfaser, bedeutet dies, daß die Ebenen des Maximalversatzes und des Winkelfehlers α nicht aufeinander liegen, sondern sich unter einem Winkel δ schneiden (vgl. Abbildungen 94, 95, 96). Die Berechnung von α nach der zuvor genannten Methode würde im Fall versetzter Maxima kleinere Werte für α liefern, als die, die tatsächlich vorhandenen sind.

In Abbildung 96 sind die Maxima der beiden Meßpositionen um einen Winkel φ versetzt. Die Ebenen des Maximalversatzes und des Winkelfehlers α wiederum sind um den Winkel $\delta = 90^\circ$ versetzt :

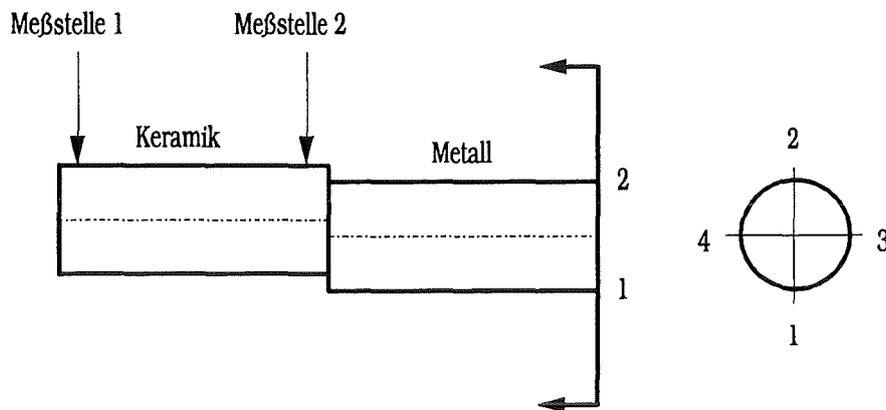


Abbildung 94: Ansicht Blickrichtung in Ebene (3, 4).

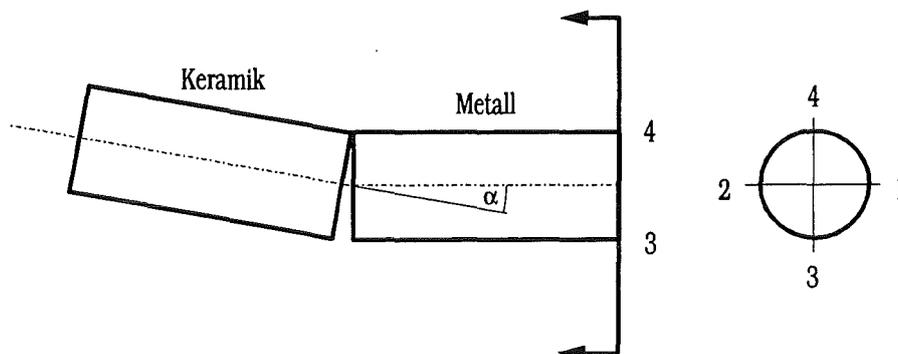
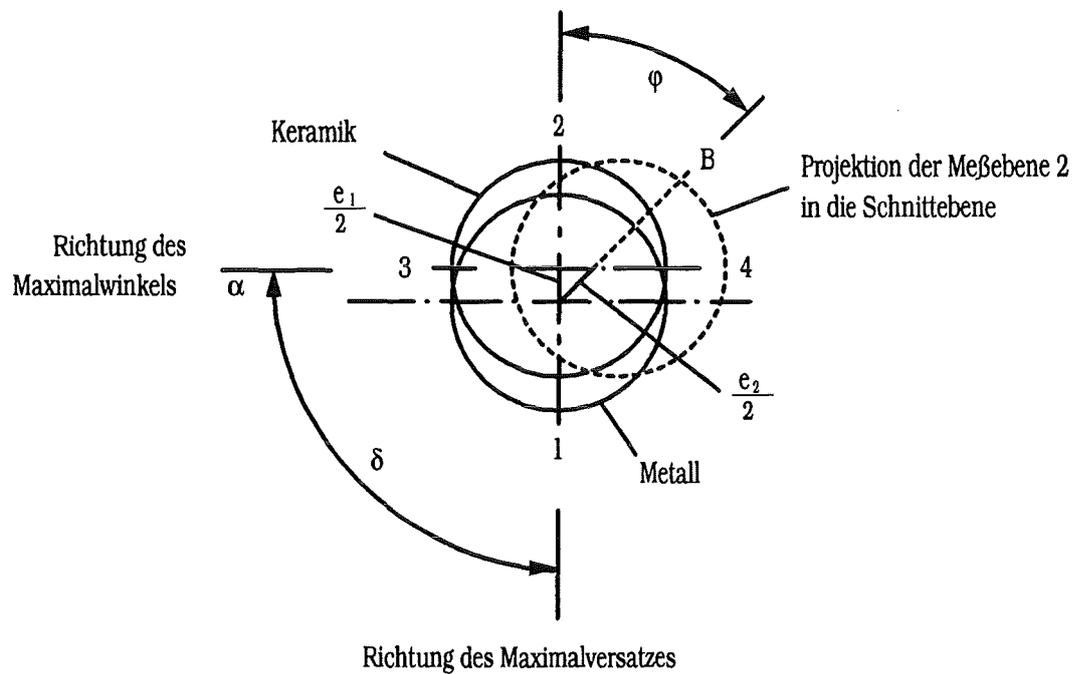


Abbildung 95: Ansicht Blickrichtung in Ebene (1, 2).

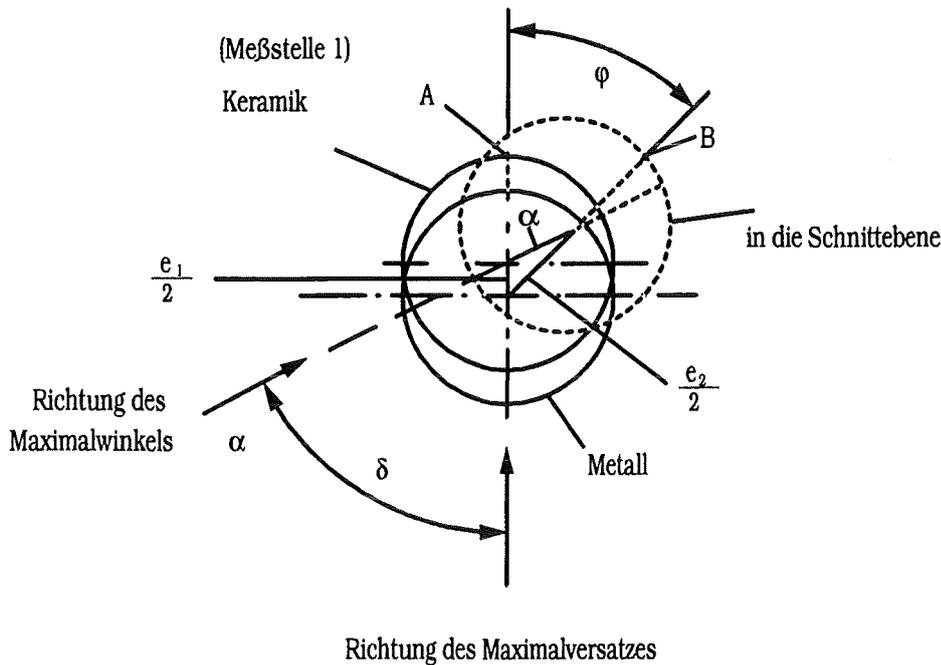
Schnitt durch die Fügefläche:



- A: Maximaler Ausschlag der Meßuhr in Position 1.
- B: Maximaler Ausschlag der Meßuhr in Position 2.
- l: Abstand von Position 1 zu Position 2.
- φ : Winkel zwischen Maximum A und B.
- α : Winkelfehler zwischen Keramik und Metall.

Abbildung 96: Schnitt durch die Fügefläche für den Fall, daß $\delta = 90^\circ$ beträgt.

Im allgemeinen gilt ($\delta \neq 90^\circ$):



A: Maximaler Ausschlag der Meßuhr in Position 1.

B: Maximaler Ausschlag der Meßuhr in Position 2.

φ : Winkel zwischen Maximum A und B.

α : Winkelfehler zwischen Keramik und Metall.

Abbildung 97: Schnitt durch die Fügefläche bei beliebigem δ .

geg: e_1, e_2, l, φ

ges: α , im Bogenmaß: α_B

Der Kosinussatz lautet:

$$(\alpha_B \cdot l)^2 = \left(\frac{e_1}{2}\right)^2 + \left(\frac{e_2}{2}\right)^2 - \frac{e_1}{2} \cdot \frac{e_2}{2} \cdot 2 \cos \varphi$$

$$\alpha_B = \frac{\sqrt{\left(\frac{e_1}{2}\right)^2 + \left(\frac{e_2}{2}\right)^2 - \frac{e_1}{2} \cdot \frac{e_2}{2} \cdot 2 \cos \varphi}}{l} \quad (1)$$

$$\alpha \text{ in Grad: } \alpha = \frac{360^\circ}{2\pi} \cdot \alpha_B \quad (2)$$

Zur genauen Berechnung des Winkelfehlers α muß also zusätzlich zu e_1 und e_2 auch der Winkel φ zwischen den Maxima der Meßpositionen 1 und 2 bekannt sein. Mit Hilfe der Winkelskala am Dreibackenfutter läßt sich φ leicht bestimmen, indem die abgelesenen Winkelwerte von Punkt A und Punkt B voneinander subtrahiert werden.

A4 Theoretische Abschätzung des im Zugversuch auftretenden Biegeanteils aufgrund des Winkelfehlers α zwischen Keramik und Metall

α := Winkelfehler der gelöteten Keramik - Metallverbundprobe (vgl. Kapitel 6.4.1).

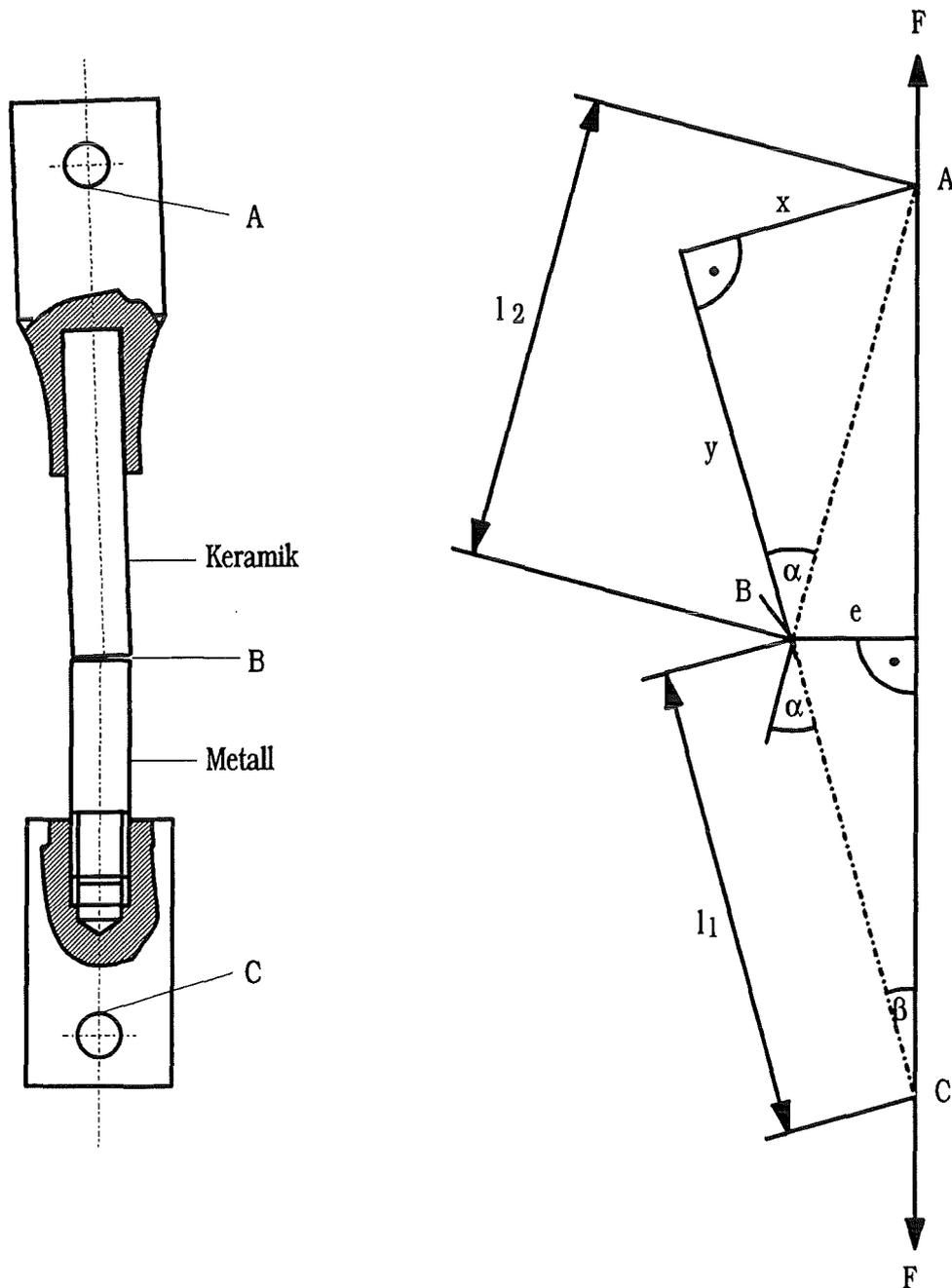


Abbildung 98: Skizze zur Berechnung des Biegeanteils B_α .

Voraussetzungen:

- Die Klebehülse sitzt ohne radialen Versatz und Winkelfehler auf der Keramik.
- Die Schraubhülse sitzt ohne radialen Versatz und Winkelfehler auf dem Metall.
- Einzige Ursache von Biegemomenten ist der Winkelfehler α zwischen Keramik und Metall.
- Die Kraftwirkungslinie ist die Gerade \overline{AC} , wobei A und C die Kraftangriffspunkte auf dem jeweiligen Paßstift sind.
- Die Abschätzung gilt für rein linear - elastisches Materialverhalten.

$$\text{geg: } \begin{aligned} l_1 &= \overline{BC} \\ l_2 &= \overline{AB} \\ \alpha & \end{aligned}$$

$$\text{ges: } \begin{aligned} e, B \quad e &:= \text{maximaler Abstand der Probenachse zur Kraftwirkungslinie} \\ B &:= \text{Biegeanteil} \end{aligned}$$

$$\sin \beta = \frac{e}{l_1} \quad e = l_1 \sin \beta \quad (1)$$

$$\tan \beta = \frac{x}{y+l_1} = \frac{l_2 \sin \alpha}{l_2 \cos \alpha + l_1} \quad (2)$$

Für kleine Winkel α, β gilt: $\cos \alpha \approx 1$, $\sin \beta \approx \tan \beta$.

$$(2) \text{ in } (1): \quad e = \frac{l_1 \cdot l_2}{l_1 + l_2} \sin \alpha \quad (3)$$

$$B = \frac{\sigma_b}{\sigma_n}$$

$$\sigma_b = \frac{M_b}{W_b} = \frac{F \cdot e}{W_b} = \frac{32 \cdot F \cdot e}{\pi \cdot d^3} \quad W_b := \text{Widerstandsmoment}$$

$$\sigma_n = \frac{F}{A} = \frac{4 \cdot F}{\pi \cdot d^2}$$

$$B = \frac{32 \cdot F \cdot e \cdot \pi \cdot d^2}{\pi \cdot d^3 \cdot F} = \frac{8 \cdot e}{d} \quad (4)$$

$$(3) \text{ in } (4): \quad B_\alpha = \frac{8 \cdot l_1 \cdot l_2}{d \cdot (l_1 + l_2)} \sin \alpha \quad (5)$$

A5 Abschätzung des durch die Kombination der Winkelfehler α und β verursachten Biegeanteils

α := Winkelfehler der gelöteten Keramik - Metall - Verbundprobe (vgl. Kapitel 6.4.1).

β := Winkelfehler zwischen der Keramik und der Klebehülse (vgl. Kapitel 6.4.2).

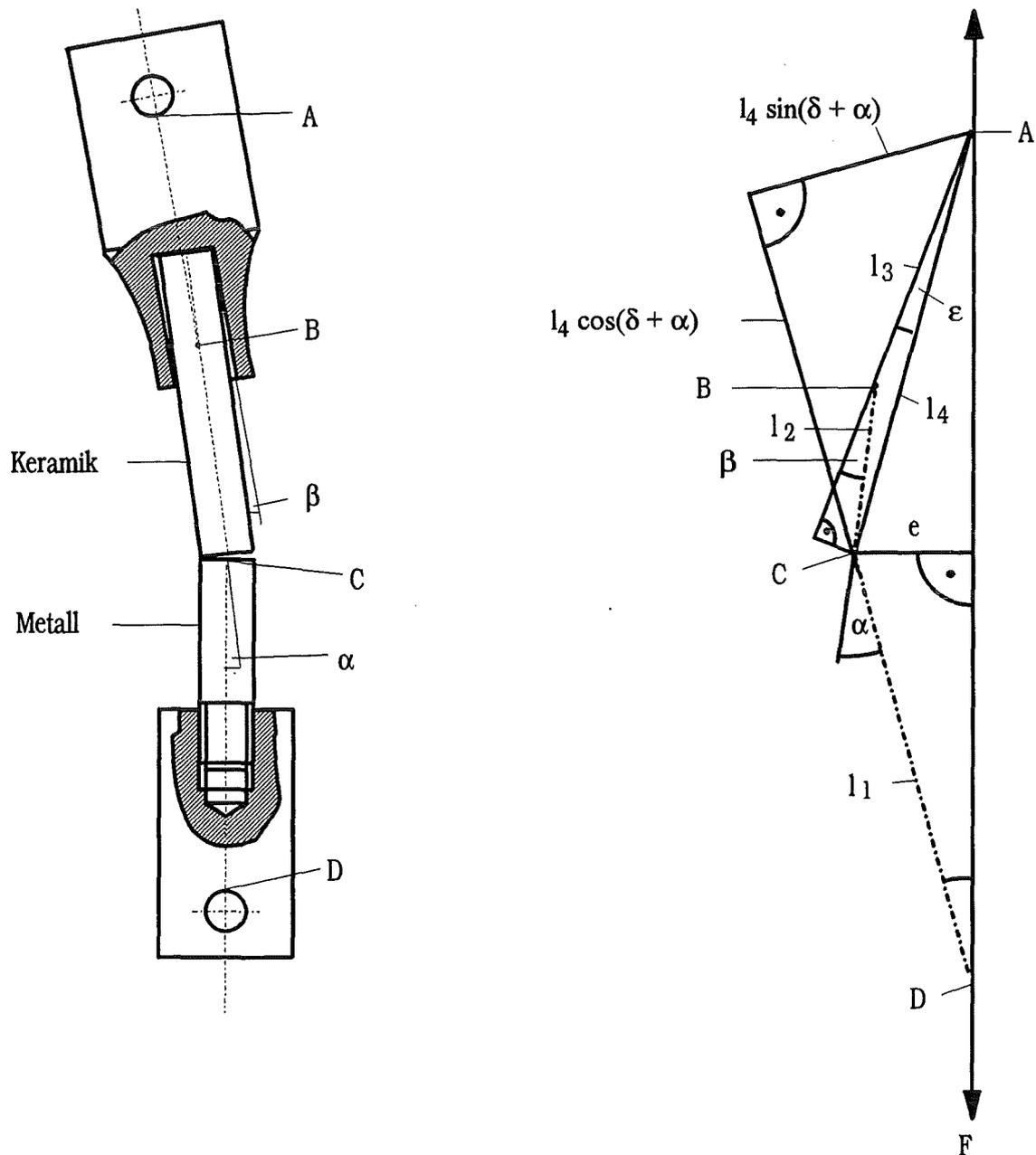


Abbildung 99: Skizze zur Berechnung des Biegeanteils $B = B_\alpha \pm B_\beta$.

Voraussetzungen:

- Die Schraubhülse sitzt ohne radialen Versatz und Winkelfehler auf dem Metall.
- Ursache von Biegemomenten sind die Winkelfehler α und β .
- Kraftwirkungslinie ist die Gerade \overline{AD} , wobei A und D die Kraftangriffspunkte am jeweiligen Paßstift sind.
- Die Abschätzung gilt für rein linear - elastisches Materialverhalten.

$$\begin{aligned} \text{geg: } l_1 &= \overline{CD} \\ l_2 &= \overline{BC} \\ l_3 &= \overline{AB} \\ \alpha, \beta & \end{aligned}$$

ges: e, B e: = maximaler Abstand der Probenachse zur Kraftwirkungslinie
 B: = Biegeanteil

$$e = l_1 \sin \gamma \quad (1)$$

$$\tan \gamma = \frac{l_4 \sin(\delta + \alpha)}{l_4 \cos(\delta + \alpha) + l_1} \quad (2)$$

$$l_4 = \sqrt{(l_3 + l_2 \cos \beta)^2 + l_2^2 \sin^2 \beta} \quad (3)$$

$$\delta = 180^\circ - \varepsilon - 180^\circ + \beta$$

$$\delta = \beta - \varepsilon \quad (4)$$

$$\tan \varepsilon = \frac{l_2 \sin \beta}{l_2 \cos \beta + l_3} \quad (5)$$

Für kleine Winkel gilt:

$$\sin x \cong x$$

$$\tan x \cong x$$

$$\cos x \cong 1$$

x im Bogenmaß

$$\text{aus (1):} \quad e = l_1 \cdot \gamma \quad (1')$$

$$\text{aus (2):} \quad \gamma = \frac{l_4 (\delta + \alpha)}{l_4 + l_1} \quad (2')$$

$$\begin{aligned} \text{aus (3):} \quad l_4 &= \sqrt{(l_3 + l_2)^2 + l_2^2 \cdot \beta^2} \\ l_4 &= \sqrt{l_3^2 + 2l_2 l_3 + l_2^2 (1 + \beta^2)} \end{aligned}$$

$$\text{mit } \beta^2 \approx 0 \text{ folgt:} \quad l_4 = l_2 + l_3 \quad (3')$$

$$\text{aus (5):} \quad \varepsilon = \frac{l_2 \cdot \beta}{l_2 + l_3} \quad (5')$$

$$(5') \text{ in (4):} \quad \delta = \beta - \frac{l_2 \cdot \beta}{l_2 + l_3}$$

$$\delta = \beta \frac{l_3}{l_2 + l_3} \quad (6)$$

$$(6) \text{ in (2'):} \quad \gamma = \frac{l_4}{l_1 + l_4} \left(\beta \frac{l_3}{l_2 + l_3} + \alpha \right) \quad (7)$$

$$(3') \text{ in (7):} \quad \gamma = \frac{l_2 + l_3}{l_1 + l_2 + l_3} \left(\beta \frac{l_3}{l_2 + l_3} + \alpha \right) \quad (8)$$

$$(8) \text{ in (1'):} \quad e = \frac{l_1 (l_2 + l_3)}{l_1 + l_2 + l_3} \left(\beta \frac{l_3}{l_2 + l_3} + \alpha \right) \quad (9)$$

$$B = \frac{8e}{d} \quad (\text{Gl. (4) aus Anhang A4})$$

$$\text{mit (9):} \quad B = \frac{8}{d} \cdot \frac{l_1 (l_2 + l_3)}{l_1 + l_2 + l_3} \cdot \left(\alpha + \beta \frac{l_3}{l_2 + l_3} \right) \quad (10)$$

$$B = B_\alpha + B_\beta$$

B_α : = Biegeanteil durch den Winkelfehler α der Keramik - Metall - Verbundprobe

B_β : = Biegeanteil durch den Winkelfehler β in der Klebung

$$B_\alpha = \frac{8}{d} \cdot \frac{l_1 (l_2 + l_3)}{l_1 + l_2 + l_3} \cdot \alpha \quad (11)$$

$$B_\beta = \frac{8}{d} \cdot \frac{l_1 (l_2 + l_3)}{l_1 + l_2 + l_3} \cdot \beta \frac{l_3}{l_2 + l_3}$$

$$B_\beta = \frac{8}{d} \cdot \frac{l_1 \cdot l_3}{l_1 + l_2 + l_3} \cdot \beta \quad (12)$$

allgemein gilt: $B = B_\alpha \pm B_\beta$

(+) gilt für den hergeleiteten Fall (vgl. Abbildung 99)

(-) ergibt sich, wenn α und β einen entgegengesetzten Drehsinn haben

A6 Anordnung und Verschaltung der DMS auf der homogenen Metallprobe

In zwei radialen, zueinander parallelen Ebenen wurden jeweils vier DMS um 90° versetzt an der Probe angebracht (vgl. Abbildung 100).

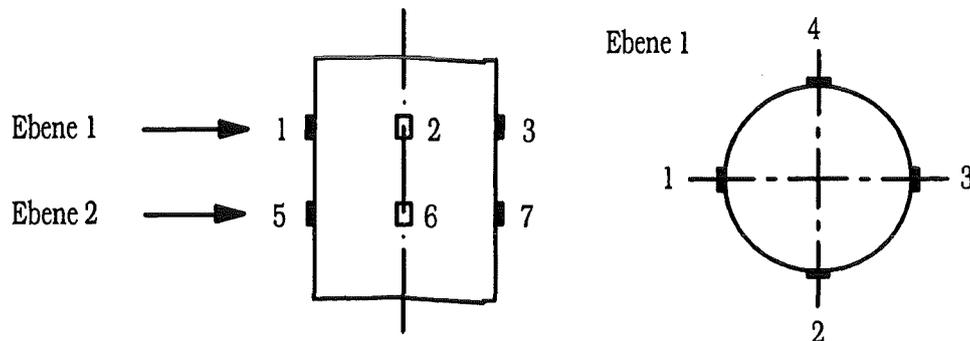


Abbildung 100: Anordnung der DMS auf der homogenen Metallprobe.

DMS 1 und 3, sowie DMS 6 und 8 sind zu je einer Wheatstone - Halbbrücke, die reine Biegedehnungen erfäßt, verschaltet.

DMS 2 und 4, sowie DMS 5 und 7 sind zu je einer Wheatstone - Zwei - Viertelbrücke, die die reine Normaldehnung registriert, verschaltet [100].

Es gilt:

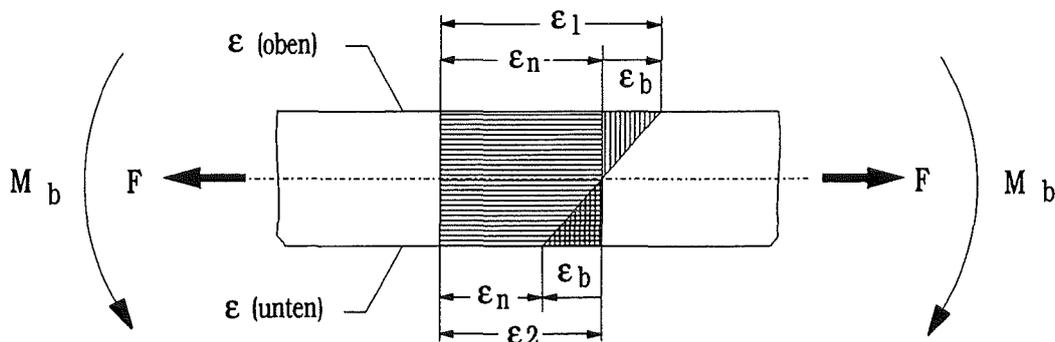
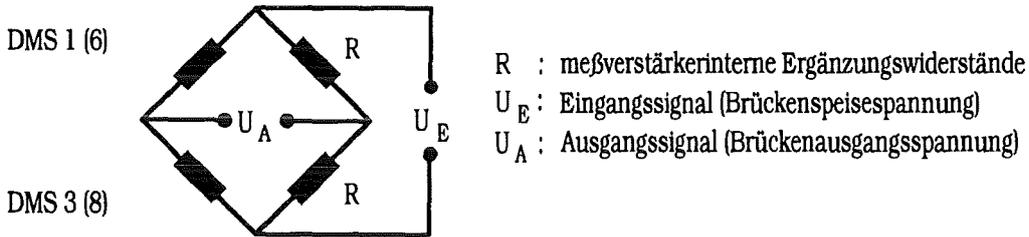


Abbildung 101: Dehnungsverlauf bei Überlagerung von Zug- und Biegedehnung.

$$\varepsilon_b = \frac{\varepsilon_1 - \varepsilon_2}{2} \quad (1)$$

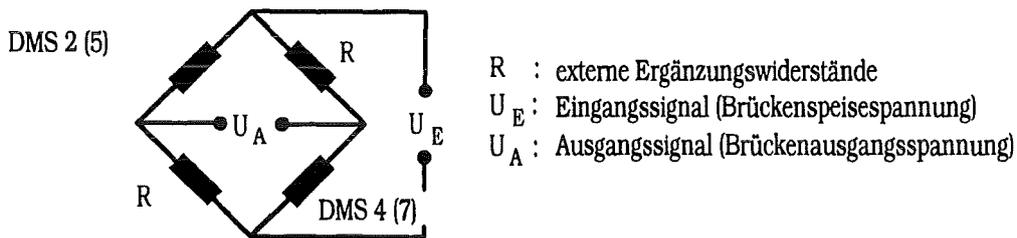
$$\varepsilon_n = \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_2}{2} \quad (2)$$

Brückenschaltung für Biegedehnung:**Abbildung 102: Brückenschaltung für Biegedehnung ϵ_b .**

Diese Schaltung bildet nach Gl. (1) als Ausgangssignal die Biegedehnung ϵ_b :

$$\epsilon_b = \frac{1}{2} \cdot \frac{4}{k} \cdot \frac{U_A}{U_E}$$

k := Dehnungsempfindlichkeit

Brückenschaltung für Normaldehnung:**Abbildung 103: Brückenschaltung für Normaldehnung ϵ_n .**

Diese Schaltung bildet nach Gl. (2) als Ausgangssignal die Normaldehnung ϵ_n :

$$\epsilon_n = \frac{1}{2} \cdot \frac{4}{k} \cdot \frac{U_A}{U_E} - \epsilon_s$$

k := Dehnungsempfindlichkeit

ϵ_s := Störende thermische Dehnung aufgrund von Temperaturänderungen während des Versuchs.
 Beim Zugversuch ist ϵ_s jedoch zu vernachlässigen, da die Versuchsdauer kurz ist.

A7 Anordnung und Verschaltung der DMS auf Keramik - Metall - Verbundproben

Aus Platzmangel konnten auf der Metallseite der Keramik - Metall - Verbundproben nur in einer radialen Ebene DMS angebracht werden (vgl. Abbildung 104). Jeder einzelne der vier applizierten DMS mußte hier die volle Information zu den Normal- beziehungsweise Biegedehnungen erbringen. Dazu wurde jedes DMS mit einem externen Ergänzungswiderstand zu einer Halbbrücke verschaltet, da am Meßverstärker kein Eingang für eine Viertelbrücke [100] vorhanden war (vgl. Abbildung 105). Die Biegedehnungen in den beiden Meßebenen und die Normaldehnung können mit den Gln. (1) und (2) aus Anhang A6 bestimmt werden.



Abbildung 104: Anordnung der DMS auf Keramik - Metall - Verbundproben.

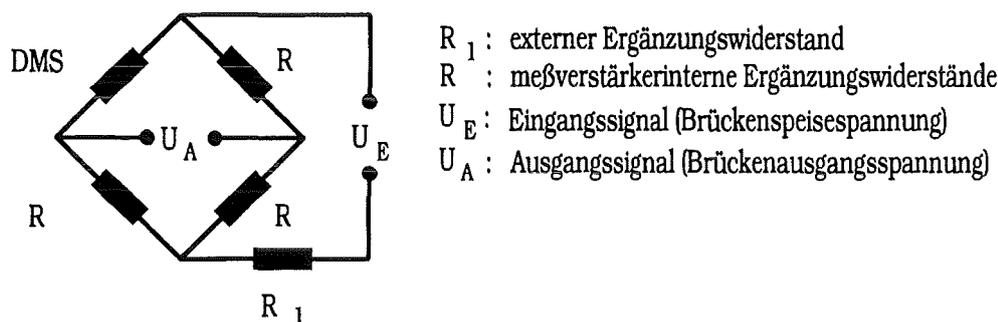


Abbildung 105: Brückenschaltung von jeweils einem DMS.

Diese Schaltung bildet als Ausgangssignal die Gesamtdehnung an der jeweiligen Meßstelle:

$$\varepsilon = \varepsilon_n + \varepsilon_b = \frac{4}{k} \cdot \frac{U_A}{U_E} - \varepsilon_s$$

k := Dehnungsempfindlichkeit

ε_s := siehe Anhang A6

Biegedehnung in der Ebene (1,3): $\varepsilon_{b1,3} = \frac{\varepsilon_1 - \varepsilon_2}{2}$

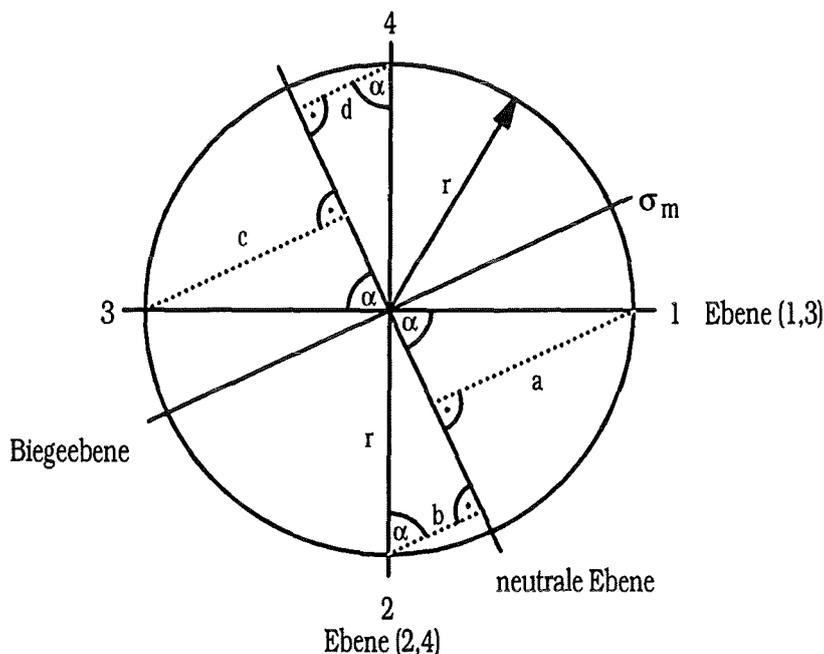
Biegedehnung in der Ebene (2,4): $\varepsilon_{b2,4} = \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_4}{2}$

Normaldehnung: $\varepsilon_n = \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_3}{2} = \frac{\varepsilon_2 + \varepsilon_4}{2}$

A8 Gesamtbiegedehnung ϵ_{bges} aus den Biegedehnungen ϵ_{b1} und ϵ_{b2}

In Anhang A6 und A7 werden die Messungen von Biegedehnungen beschrieben. Bei zwei um 90° versetzten Meßebenen sind im allgemeinen ϵ_{b1} und $\epsilon_{b2} \neq 0$, d.h. die Ebene der Gesamtbiegedehnung stimmt mit keiner der beiden Meßebenen Ebene (1, 3), beziehungsweise Ebene (2, 4) überein. In diesem Fall kann die Gesamtbiegedehnung wie folgt bestimmt werden [95]:

Voraussetzung: Linear - elastisches Materialverhalten.



- 1 - 4 : Orte, an denen DMS angebracht sind
- Ebene (1, 3) : Meße Ebene der DMS 1 und 3
- Ebene (2, 4) : Meße Ebene der DMS 2 und 4

Abbildung 106: Radiale Schnittdarstellung einer zylindrischen Zugprobe, die exzentrisch auf Zug beansprucht wird.

σ_m := Maximale Randfaserspannung unter Zugbelastung bei überlagerten Biegemomenten.

$$\sigma_m = \sigma_n + \sigma_{bges}$$

σ_n := Normalspannung

σ_b := Biegespannung

M := Biegemoment

J := axiales Flächenmoment 2. Grades

$$\sigma_1 = \sigma_n + \frac{M \cdot a}{J} = \sigma_n + \frac{M \cdot r \sin \alpha}{J} \quad (1)$$

$$\sigma_2 = \sigma_n - \frac{M \cdot b}{J} = \sigma_n - \frac{M \cdot r \cos \alpha}{J} \quad (2)$$

$$\sigma_3 = \sigma_n - \frac{M \cdot c}{J} = \sigma_n - \frac{M \cdot r \sin \alpha}{J} \quad (3)$$

$$\sigma_4 = \sigma_n + \frac{M \cdot d}{J} = \sigma_n + \frac{M \cdot r \cos \alpha}{J} \quad (4)$$

$$\sigma_m = \sigma_n + \frac{M \cdot r}{J} \quad (5)$$

$$\sigma_{b1} = \sigma_1 - \sigma_n = \sigma_{b3} = -(\sigma_3 - \sigma_n)$$

$$\sigma_{b4} = \sigma_4 - \sigma_n = \sigma_{b2} = -(\sigma_2 - \sigma_n)$$

$$\sigma_{b1,3} = \frac{\sigma_{b1} + \sigma_{b3}}{2} = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2} \quad \text{Biegespannung in der Ebene (1, 3)}$$

$$\sigma_{b4,2} = \frac{\sigma_{b4} + \sigma_{b2}}{2} = \frac{\sigma_4 - \sigma_2}{2} \quad \text{Biegespannung in der Ebene (2, 4)}$$

$$\sigma_{bges} = \sigma_m - \sigma_n = \frac{M}{J} \cdot r$$

$$\text{mit (1) bis (4): } \sigma_{b1,3} = \frac{M}{J} \cdot r \sin \alpha \quad (6)$$

$$\sigma_{b4,2} = \frac{M}{J} \cdot r \cos \alpha \quad (7)$$

$$\sigma_{bges} = \frac{M}{J} \cdot r \quad (8)$$

Quadrieren und Addieren von (6) und (7):

$$\sigma_{b1,3}^2 + \sigma_{b4,2}^2 = \left(\frac{M}{J} \cdot r \right)^2 (\sin^2 \alpha + \cos^2 \alpha), \quad \sin^2 \alpha + \cos^2 \alpha = 1$$

$$\text{mit (8): } \sigma_{b1,3}^2 + \sigma_{b4,2}^2 = \sigma_{bges}^2$$

$$\text{mit } \varepsilon = \frac{\sigma}{E} \text{ folgt: } \varepsilon_{bges} = \sqrt{\varepsilon_{b1,3}^2 + \varepsilon_{b4,2}^2} \quad (9)$$

$$B_{ges} = \frac{\varepsilon_{bges}}{\varepsilon_n}$$

$$B_{ges} = \sqrt{B_{1,3}^2 + B_{2,4}^2} \quad (10)$$

A9 Bestimmung des Einflusses einzelner Teile einer Zugvorrichtung auf den Biegeanteil

Schmieder stellt in [101] die Vorgehensweise zur Ermittlung des Einflusses einzelner Teile der Versuchseinrichtung auf den Biegeanteil dar. Dies ist wichtig, um gegebenenfalls ungeeignete Komponenten einer Einspannung lokalisieren und ersetzen zu können. Es sind mindestens vier um 90° versetzte DMS erforderlich, die in einer radialen Ebene angebracht und einzeln verschaltet sind (vgl. Anhang A7).

Folgende Voraussetzungen müssen erfüllt sein:

- Linear - elastisches Materialverhalten
- Stabiler Versuchsaufbau

Unter einem stabilen Versuchsaufbau versteht Schmieder, daß die Reproduzierbarkeit der Meßschriebe der DMS für Versuchswiederholung nach Verdrehen und Zurückdrehen jeder Komponente in die Ausgangsstellung gegeben ist. Eine Versuchsreihe könnte folgendermaßen durchgeführt werden:

- a.) Erster Versuch: Probe wird auf Zug belastet.
- b.) Drehen der Probe um 180° mit anschließender Zugbelastung .
- c.) Zurückdrehen der Probe in die Ausgangsposition und "Zugversuch" in dieser Grundstellung wiederholen.

Schmieder schlägt vor, diesen Durchlauf fünfmal vorzunehmen. Sind die Meßschriebe der DMS für die 0° und 180° - Stellung reproduzierbar, kann der Einfluß der Probe selbst und der des übrigen Versuchsaufbaus bestimmt werden.

Eine mit DMS beklebte Probe ist in eine Metallhülse geschraubt und gekontert, und wird nun um 180° verdreht. Unter der Voraussetzung, daß die Einspannung (hier: die Kevlarseile) keinen Einfluß auf den Biegeanteil hat, sind die einzelnen Meßschriebe in 0° und 180° gleich. Nur in diesem Fall ist der Biegeanteil (vgl. Anhang A8) allein das B_{Rest} , das sich aus Herstellungsfehlern der Probe, Fehler beim Einkleben der Probe in die Klebehülse und einer schräg / exzentrisch gekonterten Schraubhülse ergibt.

Haben die Seile dagegen einen Einfluß auf den Biegeanteil, so wird in jeder Probenstellung grundsätzlich ein Biegeanteil bestimmt, der sich aus den Einflüssen der Seile B_{Seil} und B_{Rest} zusammensetzt. Vereinfachend wird nun angenommen, daß die Biegeebenen von B_{Seil} und B_{Rest} mit einer der beiden Meßebenen zusammenfallen. Diese Ebene ist in Abbildung 107 dargestellt.

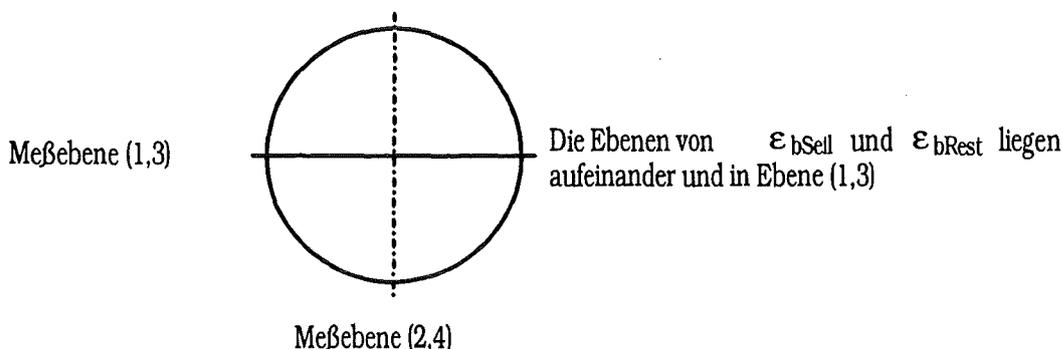
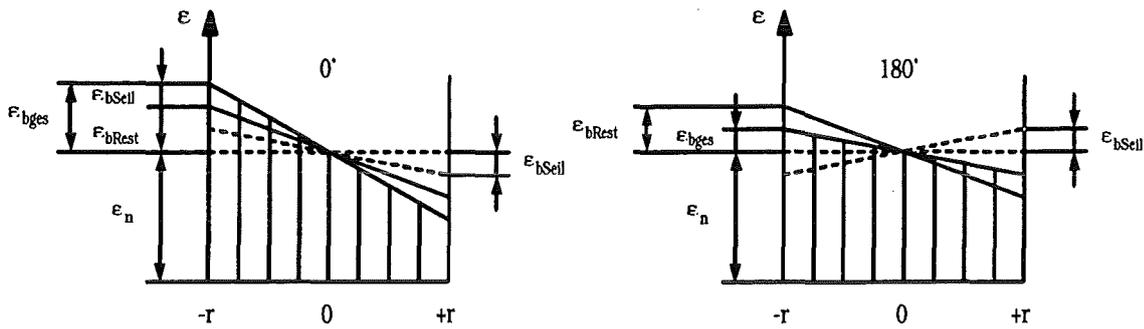


Abbildung 107: Meßebene (1, 3) fällt mit den Ebenen von $\epsilon_{b\text{Seil}}$ und $\epsilon_{b\text{Rest}}$ zusammen.



ϵ_{bges} : = Von der Halbbrücke gemessene totale Biegung.

ϵ_{bSeil} : = Biegung verursacht durch die Seile.

ϵ_{bRest} : = Biegung verursacht durch Probe, Klebhülse und gekonterte Schraubhülse.

Abbildung 108: Dehnungsverlauf in der Meße Ebene (1, 3).

Es gilt: $\epsilon_{bges} = \epsilon_{bRest} + \epsilon_{bSeil}$

Bei Verdrehen der Probe um 180° relativ zu den Seilen kehrt sich das Vorzeichen der von den Seilen hervorgerufenen Biegung ϵ_{bSeil} um, das Vorzeichen der durch die Probe und beide Hülsen verursachten Biegung ϵ_{bRest} bleibt jedoch erhalten.

Zur Berechnung von ϵ_{bSeil} wird nun die Randfaser $-r$ betrachtet. Im Fall der mit DMS beklebten homogenen Metallprobe, liefert die Schaltung zweier gegenüberliegender DMS zu einer Halbbrücke, direkt das Ausgangssignal ϵ_{bges} .

Es gilt:

$$\epsilon_{bges1} = \epsilon_{bRest} + \epsilon_{bSeil} \quad (1)$$

$$\epsilon_{bges2} = \epsilon_{bRest} - \epsilon_{bSeil} \quad (2)$$

ϵ_{bges1} : = Gesamtbiegung an der Randfaser $-r$ in der 0° - Stellung.

ϵ_{bges2} : = Gesamtbiegung an der Randfaser $-r$ in der 180° - Stellung.

$$(1) - (2): \quad \epsilon_{bSeil} = \frac{\epsilon_{bges1} - \epsilon_{bges2}}{2}$$

Der von den Seilen verursachte Biegeanteil berechnet sich wie folgt:

$$B_{Seil} = \frac{\epsilon_{bSeil}}{\epsilon_n}$$

Allgemein wird ϵ_{bSeil} folgendermaßen berechnet:

Im Gegensatz zum oben diskutierten Sonderfall liegen im allgemeinen die Ebenen von ϵ_{bSeil} und ϵ_{bRest} nicht aufeinander, sondern schneiden sich unter einem Winkel φ (vgl. Abbildung 109). ϵ_{bges} ergibt sich aus der Überlagerung von ϵ_{bSeil} und ϵ_{bRest} .

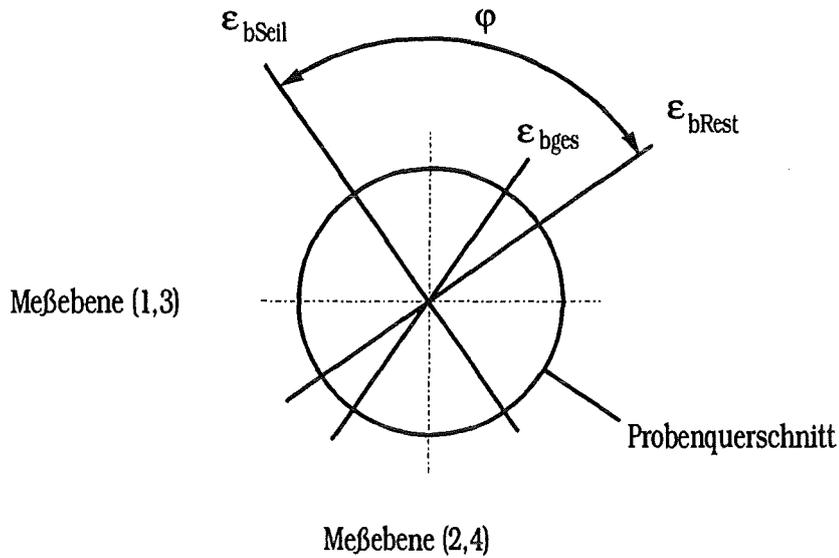


Abbildung 109: Allgemeine Lage der Biegeebenen.

$$B_{\text{Seil } 1,3} = \frac{B'_{1,3} - B''_{1,3}}{2}$$

$$B_{\text{Seil } 2,4} = \frac{B'_{2,4} - B''_{2,4}}{2}$$

$$B_{\text{Seil ges}} = \sqrt{(B_{\text{Seil } 1,3})^2 + (B_{\text{Seil } 2,4})^2} \quad (\text{Gleichung (10) Anhang A8})$$

$B_{b1,3}'$: = Biegeanteil in der Meßebene der DMS 1 und 3, Probe in 0° - Stellung.

$B_{b1,3}''$: = Biegeanteil in der Meßebene der DMS 1 und 3, Probe in 180° - Stellung.

$B_{b2,4}'$: = Biegeanteil in der Meßebene der DMS 2 und 4, Probe in 0° - Stellung.

$B_{b2,4}''$: = Biegeanteil in der Meßebene der DMS 2 und 4, Probe in 180° - Stellung.

Der Biegeanteil, der allein auf die Schraubhülse zurückgeht, ist rein rechnerisch, analog zu der hier vorgestellten Vorgehensweise für das Seil, zu bestimmen. In den Gleichungen ist dazu anstelle von "Seil", "Hülse" zu setzen.

9. Literatur

- [1] H.R.Maier, "Fügen von keramischen Bauteilen mit Elementen aus gleichen oder anderen Werkstoffen", Fügetechnologien in der Übersicht, *Werkstoff und Innovation* 5/6, 1990, 27 - 36
- [2] W.Schäfer, "Fügetechniken für Bauteile aus technischer Keramik -Übersicht und Systematik-", Technische Keramik, Vulkan Verlag Essen, 1988, 142 - 149
- [3] E.Lugscheider, H.Krappitz, M.Boretius, "Fügen von Hochleistungskeramik untereinander und mit Metall", Technische Mitteilungen Vulkan Verlag Essen, 1987, 231 - 237
- [4] G.Willmann, "Konstruieren mit Keramik, Verbinden und Fügen", *Werkstoffe und Konstruktion*, 1987, 16 - 21
- [5] H.C.Schüler, M.Wittner, "Some properties and applications of liquid phase bonding between copper and ceramics", *DVS - Berichte Band 66*, 1980, 33 - 36
- [6] A.Kindler, W.Ulsamer, "Fügen von Kohlenstoffwerkstoffen mit Metallen und Kunststoffen durch Löten und Kleben", *DVS - Berichte Band 66*, 1980, 65 - 69
- [7] A.G.Evans, P.G.Charalambides, "A Test specimen for determining the fracture resistance of bimaterial interfaces", *Journal of Applied Mechanics*, 1989, 77 - 82
- [8] *Advanced Engineering Ceramics - Innovation*, 128, Paris, France, IX, 1986, 115 ff
- [9] B.Suthoff, "The process of bonding by the friction welding", *Joining Ceramics, Glass and Metal*, Königswinter 1993, Verlag der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft Frankfurt a.M., (1993), 272 - 278
- [10] H.Horn, H.Grünauer, "Reibschweißen von Metall mit Keramik", *DVS - Berichte Band 139*, 1991, 15 - 17
- [11] J.Godziemba-Maliszewski, P.Batfalsky, "Herstellung von Keramik-Metall-Verbindungen mit dem Diffusionsschweißverfahren", Technische Keramik, Vulkan Verlag Essen, 1988, 162 - 172
- [12] M.G.Nickolas, M.R.Crispin, "Diffusion bonding stainless steel to alumina using aluminium interlayers", *Journal of Materials Science* 17, 1982, 3347 - 3360
- [13] D.Draugelates, A.Schram, U.Grethe, "Grundlagen der Herstellung und werkstofftechnologische Untersuchung von diffusionsgeschweißten metall - keramischen Werkstoffverbunden, *DVS - Berichte Band 148*, 1992, 190 - 193
- [14] E.Lugscheider, R.Lison, "Hochtemperaturlöten", *Verbindungstechnik* 12, 1980, 29 - 31
- [15] J.T.Klomp, G.deWith, "Strong Metal - Ceramic Joints", *Mater. & Manuf. Processes*, 1993, 129 - 157
- [16] B.Wielage, D.Ashoff, K.Möhwald, M.Türpe, "Fügen von Ingenieurkeramik, Möglichkeiten und Grenzen von Lötverfahren", *VDI - Berichte Nr. 883*, 1991, 117 - 136
- [17] H.-D.Steffens, F.Hartung, D.Möhwald, "Metallisieren und Löten von Ingenieurkeramik als Hybridtechnologie für neue Einsatzgebiete", *DVS - Berichte Band 148*, 1992, 233 - 238
- [18] H.Paschke, "Glasses for joining Al_2O_3 ", *Joining Ceramics, Glass and Metal*, Königswinter 1993, Verlag der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft e.V., Frankfurt a.M., 1993, 68 - 75
- [19] *Glasarten*, Produktinformation der Fa. Schott Glaswerke in W - 84032 Landshut.
- [20] A.Paliego, R.Eberhardt, V.Guyenot, G.Köhler, "Einsatz von Glasloten zur Erzielung hochvakuumdichter und hochtemperaturfester Verbindungen von Al_2O_3 - Bauteilen", *DVS - Berichte Band 137*, 1991, 135 - 142
- [21] E.Lugscheider, M.Boretius, W.Tillmann, "Entwicklung von hochfesten, aktivgelöteten Siliciumnitrid - und Siliciumcarbid - Verbindungen", *cfi/Ber. DKG* 68, 1991, 14 - 22

- [22] M.G.Nicholas, D.A.Mortimer, L.M.Jones, "Some observations on the wetting and bonding of nitride ceramics", *Journal of Materials Science* 25, 1990, 2679 - 2689
- [23] O.M.Akselsen, "Review Advances in brazing of ceramics", *Journal of Materials Science* 27, 1992, 1989 - 2000
- [24] E.Lugscheider, W.Tillmann, U.Broich, "Interfacial reactions between activ filler metals and high performance ceramics", *Joining Ceramics, Glass and Metal*, Königswinter 1993, Deutsche Glastechnische Gesellschaft e.V. Frankfurt a.M., 1993, 125 - 133
- [25] R.R.Kapoor, T.W.Eagar, "Oxidation Behavior of Silver and Copper Based brazing filler metals for Silicon Nitride / Metal Joints", *J.Am.Ceram.Soc.* 72, 1989, 484 - 454
- [26] Moorhead, A.J.Santella, M.L.Henson, "The effect of interfacial reactions on the mechanical properties of oxide ceramic brazements", *BABS 5th Int. Conference High Techn. Joining*, Brighton, 1987, paper 22
- [27] R.E.Loeman, "Interfacial Reactions in Ceramic Metal Systems", *Ceramic Bullentin*, 1989, 891 - 896
- [28] M.G.Nicholas, R.M.Crispin, "The role of Titanium in Active Metal and Activated Brazing of Alumina", *Fortschrittsberichte der DKG*, 1985, 3 - 12
- [29] E.Lugscheider, W.Tillmann, "Untersuchung der Wechselwirkung zwischen verschiedenen Aktivloten und Nichtoxidkeramiken", *DVS - Berichte Band 148*, 1992, 224 - 228
- [30] E.Lugscheider, W.Tillmann, "Ausbildung von Reaktionsschichten bei aktivgelöteten Keramikverbindungen", *DVS - Berichte, Band 137*, 1991, 78 - 89
- [31] B.Wielage, R.Reichel, "Die Bildung von Sprödphasen beim Aktivlöten von Keramik", *Prak. Metallographie*, Dr. Riederer Verlag, 1987, 409 - 416
- [32] S.Kang, E.M.Dunn, J.H.Selverian, "Issues in Ceramic - to - Metal Joining", *Ceramic Bulletin*, 1989, 1608 - 1617
- [33] W.Lehrheuer, "Hochtemperaturlöten im Ofen für feste Verbindungen", *Sonderdruck aus MM (Maschinenmarkt)*, Vogel - Verlag Würzburg (2/1984)
- [34] H.Mitzuhara, E.Huebel, T.Oyama, "High - Reliability Joining of Ceramic to Metal", *Ceramic Bulletin*, 1989, 1591 - 1599
- [35] D.Munz, T.Fett, "Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe", Springer Verlag, 1989
- [36] E.Lugscheider, M. Boretius, "Active brazing of silicon - carbide and silicon nitride to steel using a thermal stress reducing metallic interlayer", *Joining Ceramics, Glass and Metal*, W.Kraft, DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1989, 25 - 32
- [37] K.Suganuma, T.Okamoto, M.Koizumi, "Effects of Interlayers in Ceramic - Metal Joints with Thermal Expansion mismatches", *J.Am.Ceram.Soc.*, 1984, 256 - 257
- [38] H.Sueyoshi, M.Tabata, Y.Nakamura, "Joining of silicon nitride to SUS 304 stainless steel using a sputtering method", *Journal of Materials Science*, 1992, 1926 - 1932
- [39] T.Yamada, K Yokoi, A.Kohno, "Effect of residual stress on the strength of alumina - steel joint with Al - Si interlayer", *Journal of Material Science*, 1990, 2188 - 2192
- [40] K.-F.Zimmermann, H.Krappitz, "Technische Bedeutung und Zukunft der Löttechnik und des Diffusionsschweißens", *DVS - Berichte Band 148*, 1992, 1 - 6
- [41] S.Timoshenko, "Analysis of Bi - Metal Thermostats", *J.Opt.Soc.Am.*, 1925, 233 - 255
- [42] M.Toyoda, T.Komatsu, K.Satoh, "Elastic thermal stresses of bonded joints of dissimilar materials", *II W DOC.*, 1988, 1161 - 1181

- [43] O.T.Iancu, "Berechnung von thermischen Eigenspannungsfeldern in Keramik / Metall - Verbunden", VDI - Verlag, Fortschrittsberichte Reihe 18, Nr. 74, 1989
- [44] O.T.Iancu, D.Munz, "Residual thermal stresses in an ceramic / solder / metal multilayered plate", Joining Ceramics, Glass and Metal, W.Kraft, DGM Informationsgesellschaft Verlag 1989, 257 - 264
- [45] O.T.Iancu, D.Munz, B.Eigenmann, B.Scholtes, E.Macherauch, "Residual stress state of brazed ceramic / metal compounds, determined by analytical methods and X - ray residual stress measurements", J.Am.Ceram.Soc., 1990, 1144 - 1149
- [46] I.Szabo, "Höhere Technische Mechanik", Kapitel 12, Springer Verlag, 1972
- [47] E.Macherauch, H.Müller, "Das $\sin^2 \Psi$ - Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung", Z. angew. Physik 13, 1961, 305 - 312
- [48] B.Eigenmann, B.Scholtes, E.Macherauch, "X-Ray Residual Stress Determination in Soldered Ceramic / Metal Compounds", Joining Ceramics, Glass and Metal, W.Kraft, DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1989, 249 - 256
- [49] L.Pintschovius, N.Pyka, R.Kußmaul, D.Munz, B.Eigenmann, B.Scholtes, "Experimental and theoretical investigations of the residual stress distribution in brazed ceramic - steel joints", Materials Science and Engineering (A), to be published
- [50] L.Pintschovius, "Determination of residual stresses by neutron diffraction", Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, 1989, 723 - 728
- [51] H.D.Hibbit, B.J.Karlsson, E.P.Sorensen, ABAQUS THEORIE MANUAL, HKS Inc., Providence R.J., Version 5.2
- [52] Feldmühle AG, W - 73207 Plochingen, Germany
- [53] DIN 17155, Bleche und Band aus warmfesten Stählen, Oktober 1983
- [54] Werkstoffprüfblatt der Firma MAN für den Vergütungsstahl Ck 45 (W.-Nr. 1.1191)
- [55] Degussa AG, Abt. Löttechnik, W - 63457 Hanau 1
- [56] K.A.Rechling, Plastizitätstheorie und ihre Anwendung auf Festigkeitsprobleme, Springer Verlag Berlin, Heidelberg, New York, 1967, Kapitel 9, 192 - 220
- [57] A. Levy, "Thermal residual stresses in Ceramic - to - Metal Brazed Joints", J.Am.Ceram.Soc., 74, 1991, 2141 - 2147
- [58] P.O. Charreyron, D.O. Patten, "Modeling of Ceramic to Metal Brazed Joints", Ceram.Eng.Sci.Proc., 1989, 1801 - 1824
- [59] J.K. Kivilahti, R. Kouhia, "Effect of Plastic and Creep Deformations on Thermal Stresses in Brazed AlN - Metal Joints", Joining Ceramics, Glass and Metal, Königswinter 1993, Verlag der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft Frankfurt a.M., 1993, 160 - 167
- [60] D.B.Bogy, "Two edge - bonded elastic wedges of different materials and wedge angles under surface tractions", Trans. of the ASME, J. of Appl. Mech., 1971, 377 - 386
- [61] K.Mizuno, K.Miyazawa, T.Suga, "Characterization of Thermal Stresses in Ceramic / Metal - Joint", J. of the Faculty of Engineering, University of Tokyo, Vol. XXXIX, No.4, 1988
- [62] M.L.Williams, "Stress Singularities resulting from various boundary conditions in angular corners of plates in extension", Trans. of the ASME. J. of Appl. Mech., 1952, 526 - 528
- [63] Y.Y. Yang, "Spannungssingularitäten in Zweistoffverbunden bei mechanischer und thermischer Belastung", VDI - Verlag, Fortschrittsberichte Reihe 18, Nr.113, 1992
- [64] D.Munz, T.Fett, Y.Y. Yang, "The regular stress term in bonded dissimilar materials after a change in temperature", Engineering Fracture Mechanics, 1993, 185 - 194

- [65] S.P.Timoshenko, N.Goodier, "Theory of Elasticity", Third Edition, Mc Graw-Hill Book Company, 1971, Chapter 4
- [66] A.L. Zak, "Stresses in the Vicinity of Boundary Discontinuities in Bodies of Revolution", J.App.Mech., 1964, 150 - 152
- [67] M.Sckuhr, "Finite - Elemente - Analyse von Spannungssingularitäten in Dreistoffverbunden unter thermischer Belastung", Diplomarbeit am Institut für Zuverlässigkeit und Schadenskunde im Maschinenbau, Universität Karlsruhe (TH), 1993
- [68] D.Munz, Y.Y.Yang, "Stress singularities at the interface in bonded dissimilar materials under mechanical and thermal loading", Trans.of the ASME, J.of Appl.Mechanics, 1992, 857 - 861
- [69] DIN EN 10083 Teil 1, Vergütungsstähle, Oktober 1991
- [70] International Nickel Deutschland GmbH, ed. Nov. 1972
- [71] Stahl-Eisen-Werkstoffblatt (SEW), "Eisenlegierungen mit besonderer Wärmeausdehnung" SEW 385, Juli 1991, 2. Ausgabe
- [72] Stahlschlüssel Taschenbuch, 16.Auflage, 1992, Verlag Stahlschlüssel Wegst GmbH
- [73] Friedrichsfeld AG, Sparte Frialit - Degussit, Postfach 710261, W - 68222 Mannheim
- [74] I.Hahn, "R - Kurvenverhalten von Keramiken unter transienten thermischen Belastungen", VDI - Verlag, Fortschrittsberichte Reihe 18, Nr.125, 1993, Kapitel 5
- [75] R.Kußmaul, "Spannungszustände in Keramik - Metall - Lötverbunden bei homogener Abkühlung", VDI - Verlag, Fortschrittsberichte Reihe 5, Nr. 254., 1992, 94 - 108
- [76] Metallwerk Plansee, Postfach 90, A - 6600 Reutte - Tirol
- [77] E.Lugscheider, H.Krappitz, R.Peters, "Präparation gelöteter Keramik-Metall-Verbindungen zur Bestimmung der Phasenzusammensetzung und Lötnahtstruktur", Sonderbände der Praktischen Metallographie, Hrsg. G.Petzow, Band 17, 149 - 157
- [78] Struers GmbH, W - 71111 Waldenbach, mündliche Mitteilung
- [79] E.Emmel, "Spannungsintensitätsfaktoren thermisch belasteter Risse in Bauteilen", Dissertation Universität Karlsruhe (TH), 1986, Kap. 2.3.2 Elemente mit singulärem Verhalten, Kap.2.4.2 Auswertung mit Viertelpunktknotenelementen.
- [80] R.S.Barsoum, "Triangular Quarter - Point Elements as Elastic and Perfectly - Plastic Crack Tip Elements", Int.J.for Num.Meth.Eng., 1977, 85 - 98
- [81] J.R.Rice, "A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks", J.Appl.Mech., 1968, 379 - 386
- [82] G.R.Irwin, "Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate", Journal of Appl.Mech., 1957, 361 - 364
- [83] J.Wulf, S.Schmauder; H.F.Fischmeister, "Finite element modelling of crack propagation in ductile fracture", Computational Materials Science 1, 1993, 297 - 301
- [84] DIN 51110 Teil 1 + 3, "Prüfung von keramischen Hochleistungswerkstoffen im Vierpunkt-Biegeversuch, Statistische Auswertung, Ermittlung der Weibull Parameter"
- [85] DVS - Merkblatt 3101 Teil 2, "Vierpunkt - Biegeprüfung von Keramik - Metall - Verbindungen", 1992, Deutscher Verband für Schweißtechnik, Düsseldorf
- [86] W.Weibull, "A Statistical Theory of The Strength of Materials", Proc.Ing.Vetenskapsakad, No.151, Stockholm 1939
- [87] D.R.Thoman, L.J.Bain, C.E.Antle, "Inferences on the Parameters of the Weibull Distribution", Technometrics, 1969, 445 - 460

- [88] DIN 8525 Teil 3, "Prüfung von Hartlötverbindungen im Zugversuch", Juli 1986
- [89] Tension and Vacuum Testing Metalized Ceramic Seals, ASTM Specification F19-64, 1964 Annual Book of ASTM Standards, Part 8., American Society for Testing and Materials;
- [90] Mel M.Schwartz, Ceramic Joining, ASM International, Materials Park, 1990
- [91] B.Wielage, D.Ashoff, Techn. Keramik, Kap.3.9.2.1 "Festigkeitsuntersuchungen an gelöteten Keramik-Metall-Verbindungen", Dtsch. Wirtschaftsdienst, 1990, Hrsg. J.Kriegesmann, 1 - 13
- [92] J.E.Amaral, C.N.Pollock, "Machine design requirements for uniaxial testing of ceramic materials", International Journal of High Technology Ceramics, 1988, 143 - 160
- [93] C.Grant, "Axiality of loading in the tensile test", Journal of Strain Analysis, 1972, 261 - 265
- [94] M.Gürtler, A.Weddigen, G.Grathwohl, "Werkstoffprüfung von Hochleistungskeramik mit Zugproben", Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 20, 1989, 291 - 299
- [95] M.H.Jones, W.F.Brown, "An axial loading creep machine", ASTM Bulletin, 1956, 53 - 61
- [96] M.H.Jones, "Axial alignment fixtures for tension tests of threaded specimen", Journal of Testing and Evaluation, 1974, 378 - 386
- [97] B.W.Christ, S.R.Swanson, "Alignment problems in the tensile test", Journal of Testing and Evaluation, 1976, 405 - 407
- [98] R.Kußmaul, D.Munz, "Residual stresses in brazed ceramic - metal joints of various interface geometries and their mechanical behaviour", Joining Ceramics, Glass and Metal, Königswinter 1993, Verlag der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft Frankfurt a.M., 1993, 152 - 159
- [99] N.Reheis, G.Kneringer, R.Stickler, "The Design and Feasability of NET - Divertor Target Plates", Final Report, NET/87-724A, 1991
- [100] K.Hoffmann, Eine Einführung in die Technik des Messens mit DMS, Hottinger Baldwin Meßtechnik GmbH, 1987
- [101] A.K.Schmieder, Measuring the apparatus contribution to bending in tension specimens, ASTM STP 488, 1971, 15 - 42