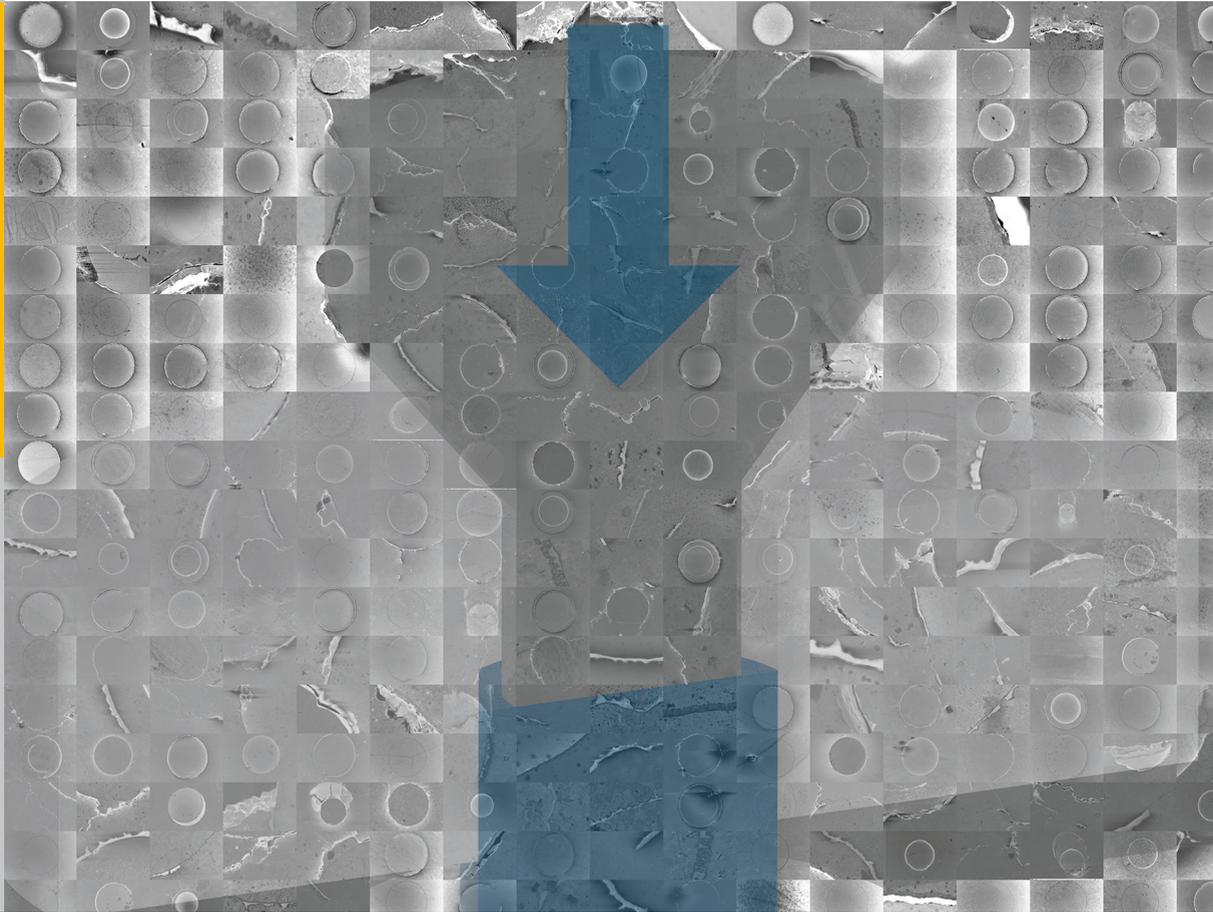


Einzelfaserkomposite aus Pulvermetallurgischem Wolfram-faserverstärktem Wolfram

Bruno Jasper



Energie & Umwelt/
Energy & Environment
Band/ Volume 380
ISBN 978-3-95806-248-1

Forschungszentrum Jülich GmbH
Institut für Energie- und Klimaforschung
Plasmaphysik (IEK-4)

Einzelfaserkomposite aus Pulvermetallurgischem Wolfram-faserverstärktem Wolfram

Bruno Jasper

Schriften des Forschungszentrums Jülich
Reihe Energie & Umwelt / Energy & Environment

Band / Volume 380

ISSN 1866-1793

ISBN 978-3-95806-248-1

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek.
Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der
Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte Bibliografische Daten
sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Herausgeber und Vertrieb: Forschungszentrum Jülich GmbH
Zentralbibliothek, Verlag
52425 Jülich
Tel.: +49 2461 61-5368
Fax: +49 2461 61-6103
E-Mail: zb-publikation@fz-juelich.de
www.fz-juelich.de/zb

Umschlaggestaltung: Grafische Medien, Forschungszentrum Jülich GmbH

Druck: Grafische Medien, Forschungszentrum Jülich GmbH

Copyright: Forschungszentrum Jülich 2017

Schriften des Forschungszentrums Jülich
Reihe Energie & Umwelt / Energy & Environment, Band / Volume 380

D 294 (Diss., Bochum, Univ., 2017)

ISSN 1866-1793
ISBN 978-3-95806-248-1

Vollständig frei verfügbar über das Publikationsportal des Forschungszentrums Jülich (JuSER)
unter www.fz-juelich.de/zb/openaccess.



This is an Open Access publication distributed under the terms of the [Creative Commons Attribution License 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/), which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

Lesen ist eine intelligente Methode, sich selber das Denken zu ersparen.

Hildegunst von Mythenmetz

übersetzt aus dem Zamonischen von Walter Moers

Kurzfassung

Die größte Herausforderung auf dem Weg zu einem kommerziellen Fusionskraftwerk besteht in der Bereitstellung passender Materialien für die erste Wand und den Divertor, die Bereiche, die das Plasma einschließen und am höchsten belastet sind. Voraussetzung für die Verwendbarkeit eines Materials sind eine hohe thermische Leitfähigkeit, ein hoher Schmelzpunkt, eine hohe Kompatibilität zum Plasma und der verwendeten Kühlung, wie auch mechanische Stabilität und Widerstandsfähigkeit gegenüber Versagen. Wolfram vereint viele dieser Anforderungen in sich und besitzt im Gegensatz zu anderen Hochleistungswerkstoffen eine hohe Festigkeit. Es ist jedoch intrinsisch spröde und weist eine geringe Zähigkeit, die Resistenz gegen Risswachstum, auf. Zudem führen Fusionsneutronen und Rekristallisation zu einer zunehmenden Versprödung im Anwendungsfall. Somit können thermische Spannungen durch transiente Wärmelasten zu Rissen und zum spontanen Versagen von Komponenten durch Bruch führen.

Eine Methode die Zähigkeit von Wolfram zu erhöhen stellt die Verwendung in einem Komposit dar. So wurde für Wolfram-faserverstärktes Wolfram (W_f/W), welches mittels chemischer Gasphasenabscheidung (CVD) hergestellt wurde, eine stark erhöhte Zähigkeit nachgewiesen, womit es eine echte Schadenstoleranz bietet. W_f/W besteht aus einer Wolframmatrix in der heißgezogene Wolframfasern eingebettet sind. Die Fasern umgibt ein Interface das extrinsische Mechanismen ermöglicht, welche die Rissenergie im Material dissipieren und somit die Rissausbreitung stoppen. Der Nachteil der Herstellung mittels CVD besteht in seiner schlechten Skalierbarkeit bezüglich der Probengröße. Pulvermetallurgische Herstellungsmethoden stellen eine interessante und für Refraktärmetalle etablierte Alternative dar, mit denen sich kurze Prozesszeiten auch für ganze Komponenten realisieren lassen.

In dieser Arbeit wurde erstmals pulvermetallurgisches W_f/W hergestellt und dafür die Methode des heißisostatischen Pressens genutzt. Die Variation der Prozessparameter Druck und Temperatur führte zu einer Optimierung der Dichte, was die Herstellung dichter Proben ermöglichte. Um die Faserablösung zu studieren, die den zähigkeitssteigernden Energiedissipationsmechanismen zugrunde liegt, sind Einzelfaserproben angefertigt und Push-Out Tests unterzogen worden. In diesen Tests wird die Faser durch einen Indenter aus der Matrix gedrückt, wobei die resultierende Last-Weg-Kurve Aufschluss über Kennwerte der Interfaceschicht gibt. Durch eine umfangreiche mikrostrukturelle Analyse von Push-Out-Proben konnte ein tieferes Verständnis der Ablöseprozesse gewonnen werden.

Die mannigfaltigen Interaktionen zwischen Faser, Interface und Matrix während dieses Prozesses konnten beobachtet werden. Dabei wurden hauptsächlich mittels HIP hergestellte Proben, die unterschiedliche Interfacedicken aufwiesen, untersucht. Zum Vergleich wurde auch CVD- W_f/W getestet. Es wurde gezeigt, dass nicht das Interface allein das Ablöseverhalten bestimmt, sondern die Interfaceregion als Ganzes mit angrenzender Faser und Matrix betrachtet werden muss.

Inhaltsverzeichnis

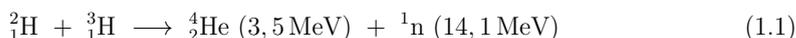
1	Einleitung	1
1.1	Fusion	1
1.2	Wolfram-faserverstärktes Wolfram (W_f/W)	4
2	Theoretische Betrachtung von W_f/W und Push-Out	9
2.1	Wolfram	9
2.1.1	Verdichtungsprozess von Wolfram beim Heißisostatischen Pressen	10
2.1.2	Versagensmechanismen in Wolfram	12
2.2	Kompositmaterialien	14
2.2.1	Mechanismen der Faserverstärkung	15
2.2.2	Die Grenzschicht (Interface)	16
2.2.3	Kriterien der Rissableitung	16
2.3	Shear-Lag-Analyse	18
2.4	Der Push-Out-Test	22
2.4.1	Unterschiede zwischen Pull-Out- und Push-Out-Test	23
2.4.2	Der Spannungszustand während des Push-Out-Tests	25
2.4.3	Die Last-Weg-Kurve eines Push-Out-Tests	28
3	Probenherstellung und Charakterisierung	31
3.1	Probenherstellung	31
3.1.1	Matrixherstellung	32
3.2	Push-Out-Test	36
3.2.1	Probenpräparation	37
3.2.2	Testaufbau und Durchführung	39
3.2.3	Auswertung	41
3.3	Probenanalyse	42
3.3.1	Dichtebestimmung	42
3.3.2	3-Punkt-Biegeversuch	44
3.3.3	Rasterelektronenmikroskop - REM	45
4	Ergebnisse	49
4.1	Pulver	49

4.2	Matrix	49
4.2.1	Dichte	50
4.2.2	3-Punkt-Biegeversuch	52
4.2.3	Mikrostruktur und Korngröße	54
4.2.4	Elastizitätsmodul- und Härtemessungen	56
4.3	Push-Out-Test	59
4.3.1	Morphologie	60
4.3.2	Last-Weg-Kurven	75
5	Diskussion	79
5.1	Dichte der Matrix	79
5.2	Mechanische Eigenschaften von Faser und Matrix	80
5.3	Interface	81
5.4	Energiebetrachtung	84
6	Zusammenfassung und Ausblick	89
	Anhang	I
	Veröffentlichungen	V
	Literaturverzeichnis	VII
	Abbildungsverzeichnis	XIX
	Tabellenverzeichnis	XXIII
	Lebenslauf	XXIV
	Danksagung	XXVII

1 Einleitung

1.1 Fusion

Damit in Zukunft eine verlässliche Energieversorgung ohne fossile Energieträger oder teurer Energiespeicher gewährleistet werden kann, ist es wichtig neue Möglichkeiten der Stromerzeugung zur Anwendung zu bringen. Dies gilt umso mehr, da mit der fortschreitenden Elektrifizierung der Personen- und Warenbeförderung mehr elektrische Energie zur Verfügung gestellt werden muss. Ebenso muss dem zunehmenden Energiebedarf von Entwicklungs- und Schwellenländern Rechnung getragen werden. Eine Möglichkeit dazu besteht darin, die Kernfusion zu nutzen. Dabei werden leichte Atome zu schwereren Atomen fusioniert. Dass dabei Energie freigesetzt wird, ist durch einen Massenunterschied zwischen den durch die Fusion entstandenen Teilchen und den fusionierten Teilchen zu erklären. Da die Produkte zusammen leichter sind als die Masse der Ausgangsteilchen, wird die Massendifferenz nach der von Einstein formulierten Masse-Energie Äquivalenz $E = mc^2$, als Energie frei. Dies gilt jedoch nur für Fusionsreaktionen bis zum Eisenisotop ^{58}Fe , da Reaktionen zu Elementen, die schwerer sind, endotherm verlaufen. Aufgrund ihres hohen Wirkungsquerschnittes ist die für die technische Umsetzung in Fusionsreaktoren favorisierte Reaktion die Verschmelzung der Wasserstoffisotope Deuterium ($\text{D} = {}^2_1\text{H}$) und Tritium ($\text{T} = {}^3_1\text{H}$). Beide liegen aufgrund der für die Fusion nötigen Temperaturen im Plasmazustand vor. Dies hat eine Trennung der Elektronen und der Atomrümpfe zur Folge, wodurch diese eine geladenes Gas bilden.



Wie in Gleichung 1.1 zu sehen ist, entsteht dieser Reaktion neben Helium ein schnelles Neutron, welches den Hauptteil der freigesetzten Energie trägt. Deuterium als stabiles Wasserstoffisotop ist in ausreichenden Mengen aus den Weltmeeren zu gewinnen, da 0,0115 % des natürlich vorkommenden Wasserstoffs Deuterium ist. Tritium als instabiles Isotop mit einer Halbwertszeit von 12,33 Jahren muss hingegen künstlich erzeugt werden. Dies kann beispielsweise in folgender Reaktion geschehen:



1 Einleitung

Um Tritium zu erbrüten ist somit als weiterer Ausgangsstoff nur Lithium nötig, welches bereits großindustriell abgebaut wird.

Weitergehende Informationen zu den Grundlagen der Fusion und den technischen Herausforderungen sind zum Beispiel in [1, 2] oder [3] zu finden.

Technische Realisierung der Fusion

Es gibt verschiedene Reaktorkonzepte, an denen geforscht wird um die technische Umsetzung der Fusion zu ermöglichen. Um verschiedene Fusionsexperimente und damit die Konzepte miteinander vergleichen zu können muss das Produkt aus Dichte, Einschlusszeit und Temperatur des jeweiligen Fusionsplasmas betrachtet werden. Die Konzepte teilen sich dabei grob in die Kategorien Trägheitsfusion und Fusion mittels magnetischen Einschlusses auf. Die Trägheitsfusion erreicht die Fusionsbedingungen durch hohen Druck aber geringe Einschlusszeiten. Bei der Fusion mittels magnetischen Einschlusses sind die Dichten geringer jedoch die Einschlusszeiten höher. Für beide Konzepte muss die Temperatur mit 10^8 K entsprechend hoch sein, damit die Teilchen die Coulombbarriere überwinden können um zu fusionieren. Dadurch kann eine positive Energiebilanz erreicht werden.

Die magnetische Fusion spaltet sich ihrerseits in zwei Hauptkonzepte auf, den Stellarator und den Tokamak, wobei letzterer weiter entwickelt ist und dem Stellarator eine Generation an Experimenten voraus ist. Der grundlegende Aufbau ist ähnlich, jedoch unterscheidet sich die Spulengeometrie drastisch. So wird beim Stellarator das Plasma nur durch das externe Feld der Spulen eingeschlossen. Wohingegen der Einschluss beim Tokamak durch die Überlagerung von einem externen Feld und einem vom Strom im Plasma induzierten Feld bewerkstelligt wird (s. Abbildung 1.1 (a)). Dies führt zu Plasmainstabilitäten, die hohe Wärme- und Partikelasten auf die Plasma-einschließenden Komponenten (engl.: plasma-facing components, PFCs) lenken können. Dabei werden die PFCs in die erste Wand und den Divertor aufgeteilt (s. Abbildung 1.1 (b)). Die erste Wand umschließt das Plasmagefäß, schützt dahinter liegende Komponenten, die für das Erbrüten des Tritiums notwendig sind und führt die deponierte Wärme ab. Den Divertor zeichnet aus, dass durch die gewählte Magnetfeldkonfiguration die das Kernplasma umgebenden Flusslinien auf ihm beginnen und enden. So wird ein Teil des Plasmas gezielt auf sogenannte Targetplatten geleitet um die Fusionsasche, welche aus dem entstandenen Helium, nicht fusioniertem Deuterium und Tritium und Verunreinigungen besteht, aus der Brennkammer abzuführen.

Die Anforderungen an die verwendeten Materialien gehen dabei über die reine thermische Last des Plasmas hinaus. So führt der ständige Teilchenfluss zu Erosion der PFCs. Zudem ist aufgrund der bei der Fusion freigesetzten Neutronen von zusätzlicher Versprödung und Transmutation auszugehen, die zu Erzeugung von radioaktiven Nukliden führen kann. Dies schränkt die Auswahl der möglichen Materialien stark ein, da die Erzeugung von

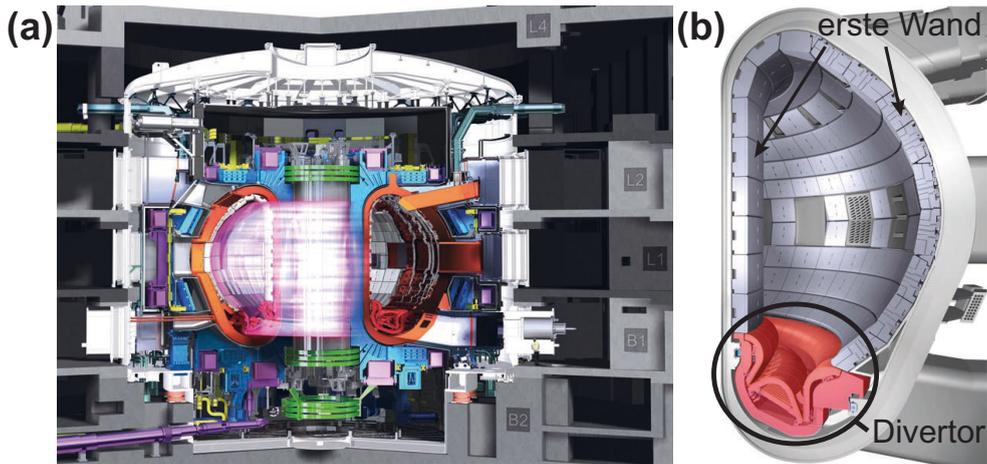


Abbildung 1.1: (a) Der Aufbau eines Divertor-Tokamak am Beispiel von ITER und (b) der prinzipielle Aufbau der Plasmakammer (nach [4]).

langlebigen, hochradioaktiven Isotopen verhindert werden muss. Andernfalls würde beim Austausch von Komponenten oder bei der Stilllegung des Reaktors eine schwierige, teure und gesellschaftlich wenig akzeptierte Endlagerung entsprechender Materialien nötig sein. Des Weiteren muss sichergestellt werden, dass möglichst keine Wasserstoffisotope in die Materialien der ersten Wand und des Divertors eingelagert werden, um unter anderem zu verhindern, dass kein Tritium aus dem Brennstoffkreislauf verloren geht. Als letzter Aspekt ist auch das Verhalten im Falle eines GAUs zu berücksichtigen und zu gewährleisten, dass kein radioaktives Material in die Umwelt gelangen kann.

Da in der Region des fusionierenden Plasmas mehr Neutronen entstehen als im Bereich des Divertors, dort jedoch höhere Wärmelasten auftreten, stellen sich unterschiedliche Anforderungsprofile an die Materialien der ersten Wand und des Divertors. Für das Fusionsexperiment ITER (international thermonuclear experimental reactor), welches momentan in Cadarache (Südfrankreich) gebaut und als nächster Schritt zu einem Fusionsreaktor gesehen wird, ist für die erste Wand Beryllium und für den Divertor Wolfram vorgesehen [5, 6]. Die erwarteten thermischen Dauerlasten betragen dabei zwischen 1 und $4,7 \text{ MW/m}^2$ an der ersten Wand und 10 MW/m^2 am Divertor [7]. Zu diesen Werten addieren sich die thermischen Lasten, die durch Plasmainstabilitäten wie ELMs (edge localized modes) verursacht werden, von denen bis zu 10^9 pro Betriebsjahr erwartet werden [6].

Die Anforderungen werden sich für ein Demonstrationskraftwerk DEMO, dass gemäß der europäischen Planung zur Realisierung der Fusion der Schritt nach ITER sein soll, nochmals verschärfen, da mit noch höheren Strahlendosen und längeren Lastszenarien zu rechnen ist [8]. In einem kommerziellen Reaktor werden gegenüber DEMO die Anforderung erneut steigen, da neben den nochmals höheren Strahlendosen eine längere Laufzeit und möglichst lange Wartungsintervalle erwünscht sind. Momentan verfügbare Materia-

1 Einleitung

lien sind nicht imstande, diese Anforderungen zu erfüllen [9].

Zusammenfassend wird demnach ein Material benötigt, das eine hohe thermische Leitfähigkeit und einen hohen Schmelzpunkt hat sowie eine gute Kompatibilität mit dem Plasma besitzt um Erosion und Einlagerung von Wasserstoffisotopen zu verhindern. Zudem muss es unter den genannten Anforderungen mechanisch stabil sein und in ausreichenden Mengen zu vertretbaren Preisen zur Verfügung stehen. Aufgrund der hohen Belastung stellt die Wahl eines passenden Materials für den Divertor dabei eine besondere Herausforderung dar, weswegen intensiv an der Neu- und Weiterentwicklung von Materialkonzepten gearbeitet wird. Diese basieren fast ausschließlich auf Wolfram als grundlegendes Material, da Wolfram viele der genannten Anforderungen erfüllt [10, 9].

So hat Wolfram den höchsten Schmelzpunkt aller Elemente und kann somit den erwarteten Temperaturen standhalten. Jedoch fängt reines Wolfram ab einer Temperatur von 1300 °C an zu rekristallisieren wodurch es ab dieser Temperatur zunehmend versprödet. Transiente Wärmelasten aufgrund von Plasmainstabilitäten können zusätzlich kurzzeitig zu erhöhten Temperaturen führen, was ebenfalls zu Versprödung und zu thermisch induzierten Rissen durch die entstehenden Spannungen führt [11]. Abhängig von seiner Bearbeitungsgeschichte findet der Spröd-Duktil-Übergang (DBTT, ductile to brittle transition temperature) von Wolfram bei 250 °C bis 750 °C statt [12]. Temperaturen darunter führen zu einem spröden Verhalten der entsprechenden Komponente. Die DBTT ist besonders im Hinblick auf die Kompatibilität mit dem gewählten Kühlmittel wichtig. So kann eine Wasserkühlung der Komponenten mit einer Kühlflüssigkeitstemperatur von 200 °C Druckspannungen von 600 MPa an der Komponentenoberfläche erzeugen und damit zur Bildung großer Risse und dem Versagen der Komponente führen [13, 11]. Die in DEMO zu erwartende Neutronenstrahlung führt durch Transmutation zu einer Veränderung der Zusammensetzung der Komponenten, was neben der direkten Auswirkung der Neutronen auf die Mikrostruktur zu einer weiteren Verschlechterung der thermischen und vor allem der mechanischen Eigenschaften führt [14].

Dies zeigt, dass unabhängig von der Zusammensetzung und der Mikrostruktur der Wolframkomponente ein Mechanismus geschaffen werden muss, der eine echte mechanische Schadenstoleranz bietet und somit die Zähigkeit, den Widerstand gegenüber dem Versagen aufgrund von Rissen, steigert. Nur so können die Anforderungen erfüllt werden, die DEMO oder ein Fusionskraftwerk an mögliche Divertorkomponenten stellt.

1.2 Wolfram-faserverstärktes Wolfram (W_f/W)

Als intrinsisch sprödes Material kann Wolfram nur durch eine extrinsische Zähigkeitssteigerung, beispielsweise durch Verwendung in einem faserverstärkten Komposit, eine echte Schadenstoleranz bieten. Aus diesem Grund wird Wolfram-faserverstärktes Wolfram (W_f/W) auf seine Eignung als Ersatz heutiger W-Monoblock-Divertoren untersucht.

W_f/W besteht aus einem gezogenen Wolframdraht, im folgenden Faser genannt, einer die Faser umschließenden Zwischenschicht, dem Interface, und einer Wolframmatrix (s. Abbildung 1.2). Dass der Werkstoff bessere mechanische Eigenschaften als reines W aufweist, obwohl beide Komponenten aus W bestehen, ist dem Interface zuzuschreiben. Dieses ermöglicht die extrinsische Zähigkeitssteigerung durch Mechanismen, die die Energie eines Risses im Material dissipieren. Somit ist es möglich, die Rissausbreitung zu stoppen, bevor diese zum Versagen der W_f/W -Komponente führt. Die Energiedissipationsmechanismen sind dabei unabhängig von der Mikrostruktur der Matrix und arbeiten somit auch im versprödeten Zustand, der zum Beispiel durch hohe Temperaturen oder Neutronenbestrahlung hervorgerufen wird. Somit kann für die W_f/W -Komponente eine echte Schadenstoleranz erreicht werden.

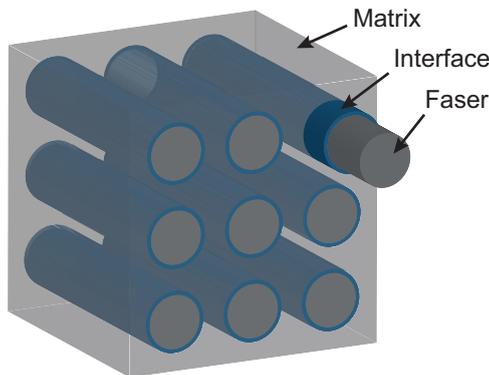


Abbildung 1.2: Schematischer Aufbau von Wolfram-faserverstärktem Wolfram.

Bisherige W_f/W -Proben wurden mittels chemischer Gasphasenabscheidung (engl. Chemical Vapor Deposition, CVD) hergestellt. Anhand dieser Proben wurde der Einfluss verschiedener Interfacematerialien bestimmt und festgestellt, dass alle getesteten Materialien potentiell eine extrinsische Zähigkeitssteigerung ermöglichen. Dafür wurden verschiedene Materialklassen, wie Graphit, Oxidkeramiken oder Metalle und deren Multischichtsysteme mittels eines Push-Out-Tests auf das Ablöseverhalten der Faser hin untersucht und Materialeigenschaften des Interface bestimmt [15]. Ebenso wurde die Auswirkung einer Kaliumdotierung der Fasern gegen Rekristallisation studiert und dabei festgestellt, dass durch die heraufgesetzte Rekristallisationstemperatur der Faser diese selbst nach einer Wärmebehandlung plastisch verformbar ist [16]. Mit Hilfe von Zug- und 3-Punkt-Biegeversuchen wurde zudem das Verhalten unter mechanischer Belastung untersucht und dabei grundsätzlich bewiesen, dass W_f/W eine höhere Zugfestigkeit aufweist als reines W bei sonst ähnlichen mechanischen Eigenschaften [17].

Obwohl sich mittels CVD hergestellte Proben bewährten, ist der Prozess für die großtechnische Anwendung und Herstellung ganzer Komponenten nur eingeschränkt nutzbar. Dies ist zum einen der Prozessführung geschuldet, die die Herstellung von größeren Kom-

1 Einleitung

positivproben mit hohem Faservolumenanteil und einer Dichte von 100 % bisher noch nicht ermöglicht. Zum anderen ist die langsame Aufwachsgeschwindigkeit des Wolframs limitierend, die eine lange Herstellungszeit von Komponenten zur Folge hat und mit steigender Komponentengröße weiter anwächst. Aus diesem Grund ist es besonders interessant sich den für reines Wolfram bereits etablierten Prozessen der Pulvermetallurgie (PM) zuzuwenden und deren Möglichkeiten der Herstellung von W_f/W auszuloten.

Zu diesem Zweck sollen in dieser Arbeit erste PM- W_f/W -Einzelfaserproben hergestellt und mit CVD-Proben verglichen werden. Dabei wird der für Wolfram etablierte Prozess des heißstatischen Pressen (HIP) verwendet um die gewünschten Einzelfaserproben herzustellen. Die Prozessparameter Temperatur, Druck und Zeit werden variiert, um die Auswirkung auf die Eigenschaften der Proben, wie deren Dichte, zu ermitteln. Hauptaugenmerk liegt jedoch auf der Untersuchung des Ablöseverhaltens der Faser während eines Push-Out-Tests um die grundsätzliche Möglichkeit einer extrinsischen Zähigkeitssteigerung von PM- W_f/W zu demonstrieren. Es wird auch der Einfluss des Test-Aufbaus auf die Proben untersucht um ein differenziertes Bild der bestimmbareren Materialparameter zu zeichnen. Zudem wird die Mikrostruktur in den verschiedenen Stadien des Push-Out-Tests studiert um deren Entwicklung und die damit verbundenen Prozesse besser zu verstehen. Die Last-Weg-Kurven der Push-Out-Tests werden durch eine neu entwickelte Methode ausgewertet mit welcher ein besserer Vergleich des Verhaltens der Proben im reibungsbestimmten Teil des Tests möglich ist.

Die Arbeit ist in folgende Kapitel eingeteilt:

Im Abschnitt **Theoretische Betrachtung von W_f/W und Push-Out** werden die mechanischen Eigenschaften von Wolfram, seine Herstellung und die vorherrschenden Versagensmechanismen näher betrachtet. Zudem werden die Möglichkeiten der extrinsischen Zähigkeitssteigerung und die zugrunde liegenden Mechanismen beschrieben. Anschließend wird die Entwicklung der Shear-Lag-Analyse, die zur Auswertung von Push-Out-Tests Verwendung findet, und die ihr zugrunde liegenden Annahmen geschildert. Abschließend wird auf die Unterschiede dieser Annahmen und deren Auswirkung auf den Spannungszustand der untersuchten Proben eingegangen.

Das darauf folgende Kapitel, **Probenherstellung und Charakterisierung**, ist dreigeteilt und beschäftigt sich mit der Probenherstellung, der Vorbereitung der Push-Out-Test-Proben und der Durchführung des Push-Out-Tests sowie mit den Methoden der Probencharakterisierung. Anschließend werden im Abschnitt **Ergebnisse** die experimentellen Erkenntnisse der Arbeit dargestellt. Dabei wird sowohl der Einfluss der Herstellungsparameter auf die Eigenschaften der Matrix, als auch die Veränderungen der Mikrostruktur der untersuchten CVD- und HIP-Proben durch den Push-Out-Test beschrieben. Zudem

wird die Auswirkung unterschiedlicher Interfacedicken auf das Push-Out-Verhalten der HIP-Proben analysiert und die aufgenommenen Last-Weg-Kurven der beiden Probentypen verglichen.

Die anschließende **Diskussion** bewertet die gesammelten Erkenntnisse der vorangegangenen Kapitel hinsichtlich der Auswirkung und Aussagekraft des Push-Out-Tests. Abschließend werden im Abschnitt **Zusammenfassung und Ausblick** die Kernaussagen der Arbeit gesammelt.

2 Theoretische Betrachtung von W_f/W und Push-Out

In diesem Kapitel werden die Eigenschaften von Wolfram und Kompositwerkstoffen betrachtet. Im Speziellen wird auf die Energiedissipationsmechanismen in faserverstärkten Werkstoffen und die theoretische Beschreibung des Faser-Pull-Outs eingegangen. Abschließend wird der Push-Out-Test, dessen Unterschiede zum Pull-Out-Test und die daraus resultierenden Folgen für die untersuchten Proben betrachtet.

2.1 Wolfram

Der folgende Abschnitt gibt eine Übersicht über das Element Wolfram (W), seine Eigenschaften, Möglichkeiten seiner Anwendung und sein Bruchverhalten. Ausführlich werden die physikalischen und chemischen Eigenschaften von W, aber auch seine Gewinnung und industriell genutzten Einsatzgebiete z.B. von Lassner [18] behandelt.

W ist ein Übergangsmetall der 6. Nebengruppe mit der Ordnungszahl 74. Wichtige mechanische und physikalische Eigenschaften sind in Tabelle 2.1 aufgelistet. Metallisches W besitzt eine kubisch-raumzentrierte (bcc, body-centered cubic) Gitterstruktur, kommt jedoch natürlich nur als Mineral in Verbindung mit anderen Elementen beispielsweise als Scheelit oder Wolframit vor.

Dichte	19,3 g/cm ³
Schmelzpunkt	3422 °C
Thermischer Ausdehnungskoeffizient	$4,50 \times 10^{-6}$ 1/K
Thermische Leitfähigkeit	173 W/(m·K)
E-Modul	398 GPa
Poisson-Verhältnis	0,29

Tabelle 2.1: Mechanische und physikalische Eigenschaften von W bei 20 °C [19, 20, 18].

Die Verarbeitung von W ist aufgrund seines hohen E-Moduls, seiner hohen Festigkeit und seines hohen Schmelzpunktes, dem höchsten aller Elemente, schwierig. Trotzdem sind es unter anderem diese Eigenschaften, die W für die Anwendungen interessant machen. Ein

Großteil der Wolfram-Jahresproduktion wird für die Verwendung als Hartmetall und zur Herstellung von Bohrern oder Abrasionsschutzbeschichtungen verwendet. Großtechnisch wird Wolfram durch pulvermetallurgische Prozesse (PM), hauptsächlich durch heißisostatisches Pressen (HIP), verarbeitet. Hierbei wird ein vorverpresster Grünkörper durch Temperaturen bis zu 2000 °C und isostatischen Druck bis zu 400 MPa auf 95%-100% verdichtet.

Besonders der hohe Schmelzpunkt, der geringe thermische Ausdehnungskoeffizient und die hohe thermische Leitfähigkeit sind Eigenschaften, die W auch für die Fusion interessant machen. Hinzu kommt die geringe Wasserstoffrückhaltung, welche durch die geringe Löslichkeit von Zwischengitteratomen (ca. 0,1 ppm) bedingt ist. Dem entgegen steht seine Sprödhheit, da, wie bei anderen Metallen mit bcc-Gitterstruktur, die Temperatur des Spröd-Duktill-Übergangs (engl. ductile-to-brittle transition temperature, DBTT) bis zu 700 K betragen kann [12]. Unter fusionsrelevantem Neutronenbeschuss transmutiert Wolfram hauptsächlich zu Rhenium und Osmium (s. Tabelle 2.2). Dabei werden zusätzlich Fehler im Kristallgitter verursacht, die zu einer weiteren Versprödung führen [14, 12].

Transmutationsprodukt	1 Jahr [% _{at}]	3 Jahre [% _{at}]	5 Jahre [% _{at}]
Wolfram	98,9	96,3	94,0
Rhenium	0,91	2,59	3,80
Osmium	0,06	0,53	1,38

Tabelle 2.2: Simulation der Transmutationsprodukte von 100 %_{at} W nach Bestrahlung mit 14,1 MeV Neutronen und reaktorrelevanten Flüssen nach verschiedenen Zeiten [14].

2.1.1 Verdichtungsprozess von Wolfram beim Heißisostatischen Pressen

Im Folgenden wird ein analytisches Modell von Redouani und Boudrahem benutzt um ein Verständnis für den Einfluss der HIP-Prozessparameter auf die finale Dichte von Grünkörpern aus Wolfram aufzubauen.

Das heißisostatische Pressen (HIP) ist ein pulvermetallurgischer Herstellungsprozess, der benutzt wird um Werkstoffe zu verdichten. Durch hohe Temperaturen bis zu 2000 °C und hohen Drücken bis zu 400 MPa wird ein Grünkörper in einer deformierbaren, gasdichten Hülle gleichzeitig gesintert und heißgepresst. Die so entstehenden Bauteile erreichen die theoretisch mögliche Dichte und haben isotrope Eigenschaften.

Um die Hauptparameter des HIP-Vorgangs, Zeit, Druck und Temperatur, so wählen zu können, dass ein dichter Werkstoff bei möglichst geringer Verweildauer bei hohen Temperaturen entsteht, können sowohl analytische als auch FEM-Methoden, die den Verdichtungsprozess beschreiben, verwendet werden. Das gewählte analytische Modell von Redouani und Boudrahem geht von kugelförmigen Pulverpartikeln mit einem Durchmes-

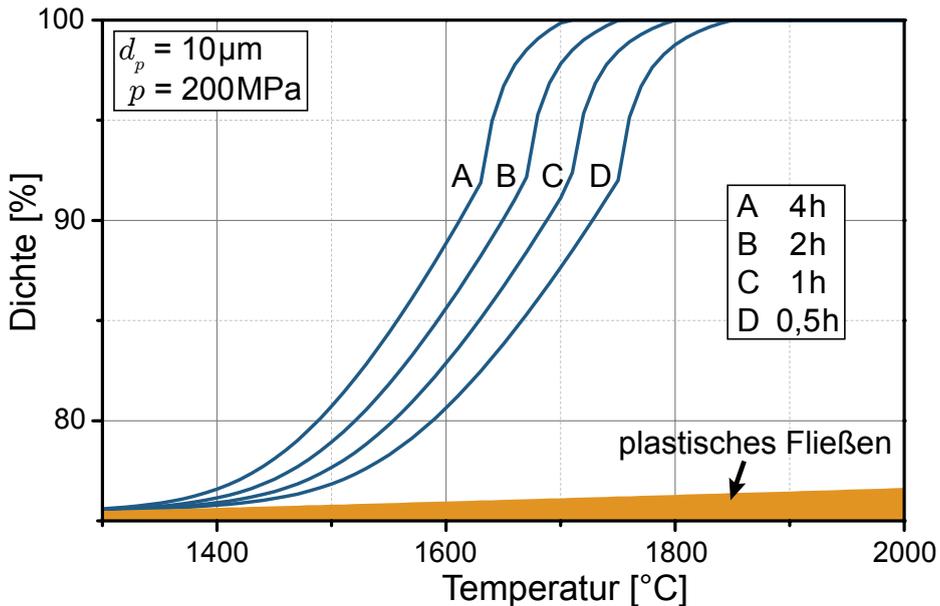


Abbildung 2.1: Temperaturabhängiges Verdichtungsdiagramm für Wolfram bei einer Anfangsdichte von 60 % für verschiedene Prozesszeiten (nach analytischen Modell von [21])¹.

ser d_p aus, die in drei Schritten verdichtet werden. In einem ersten Schritt wird durch den aufgebracht isostatischen Druck der Grünkörper instantan durch plastisches Fließen zu einem gewissen Grad verdichtet. Der konkrete Wert ist dabei abhängig von der Temperatur, dem Druck und d_p . Der nachfolgenden Bereich bis 92 % Dichte ist durch eine offene, vernetzte Porosität geprägt. Ab 92 % Dichte wird von einer geschlossenen Porosität mit runden Poren ausgegangen. In den beiden letzten Bereichen wird der Verdichtungsprozess durch Korngrenzendiffusion, Volumendiffusion und vor allem durch Kriechen bestimmt [21].

In Abbildung 2.1 ist ein Verdichtungsdiagramm für Wolfram gezeigt, welches mit diesem Modell berechnet wurde. Demnach wäre es möglich bei einer Prozesszeit von vier Stunden, einer Temperatur von 1700 °C, einem Druck von 200 MPa und einem Partikeldurchmesser von 10 µm einen dichten Körper zu erhalten. Abbildung 2.2 verdeutlicht den Einfluss des Drucks p und des Partikeldurchmessers des Pulvers d_p auf die erreichbaren Dichten nach vier Stunden Prozesszeit. Es ist klar ersichtlich, dass ein erhöhter Druck einen wesentlich schneller verlaufenden Prozess zur Folge hat, da bereits die Dichtigkeit, die durch das plastische Fließen erreichbar ist, wesentlich erhöht ist. Der Partikeldurchmesser hingegen hat dem Modell vor allem einen Einfluss auf die letzte Phase der Verdichtung, da die

¹Originale Abbildung (Fig.9) ist im Manuskript von Redouani inkorrekt, hier ist der korrekte Graph gezeigt, welches vom entsprechenden Autor verifiziert wurde. Zu beachten ist weiterhin, dass ein Partikeldurchmesser von 10 µm im Gegensatz zu einem Partikelradius von 10 µm für die hier dargestellte Berechnung gewählt wurde.

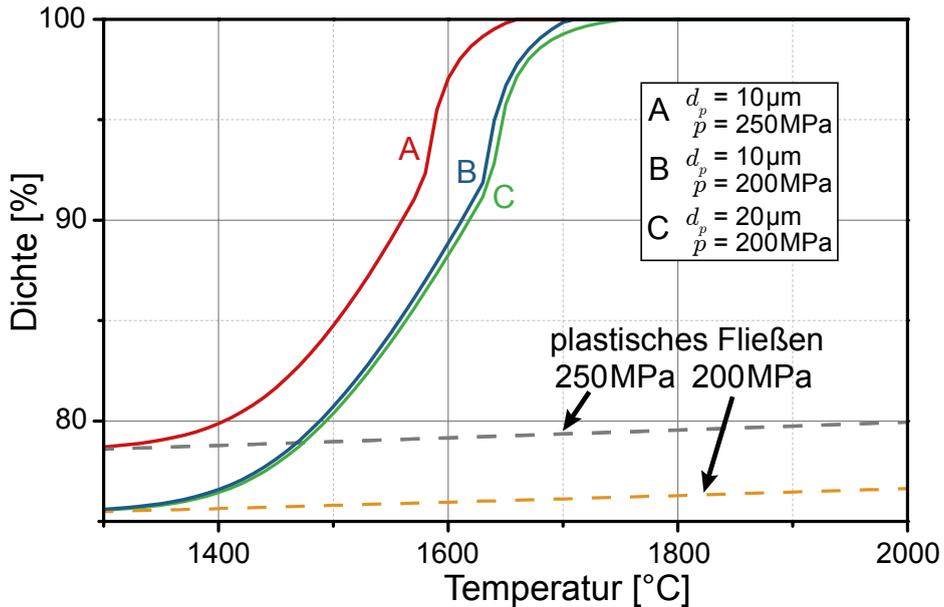


Abbildung 2.2: Einfluss des Drucks p und des Pulverpartikeldurchmessers d_p auf die Dichte nach 4 h Prozesszeit.

Poren, welche noch zu schließen sind, bei geringen Partikeldurchmessern kleiner sind als die Poren von Grünkörpern aus Pulvern mit größerem Partikeldurchmesser.

Aufgrund dieser Vorüberlegungen kann der Parameterbereich für eine experimentelle Optimierung der HIP-Parameter auf eine Temperatur bis 1800 °C bei einem Druck von 200 MPa und einer Verweildauer von 4 h eingeschränkt werden.

2.1.2 Versagensmechanismen in Wolfram

Bei den für die Herstellung von W benötigten hohen Temperaturen steigt die Löslichkeit für Fremdatome in den 0,01-0,1 %-Bereich. Durch die nachfolgende Abkühlung scheiden sich diese im Kristall an Versetzungen oder Kleinwinkel-Korngrenzen, hauptsächlich jedoch an den Großwinkel-Korngrenzen, ab. Dadurch werden diese stark geschwächt, was wiederum das spröde Verhalten von W bei niedrigen Temperaturen erklärt. Somit ist die DBTT kein fester Wert sondern ein Bereich, da mit steigender Temperatur die Löslichkeit von Fremdatomen im W-Kristall steigt, wodurch die Korngrenzenfestigkeit größer und der W-Werkstoff weniger spröde wird.

Versagt W spröde, kommt es dabei sowohl zu einem interkristallinen Bruchverlauf entlang der Korngrenzen, welcher auch als Korngrenzenversagen (KGV) bekannt ist, als auch zum transkristallinen Bruchverlauf, üblicherweise entlang der $\{110\}$ -Ebenen. Beispiele für diese Versagensarten in geHIPtem W sind in Abbildung 2.3 gezeigt. Die Rissfront bewegt

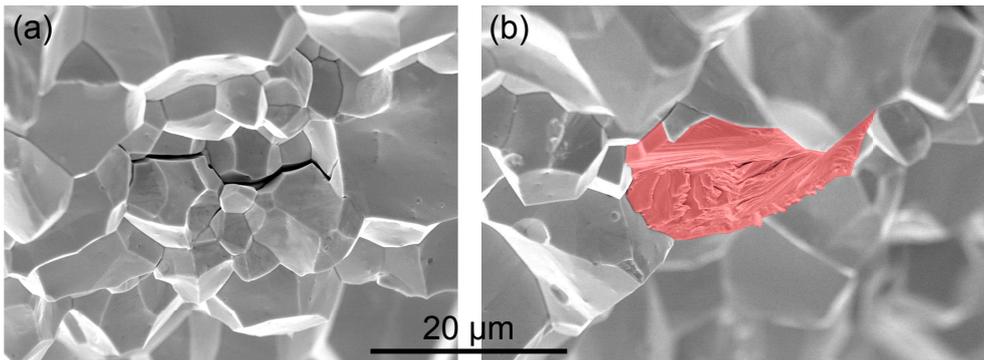


Abbildung 2.3: Mikroskopisches Bruchverhalten von Wolfram: (a) Interkristalliner Bruch, auch als Korngrenzenversagen (KGV) bekannt, und (b) transkristalliner Bruch oder Spaltbruch (rot gefärbter Bereich). Am Beispiel von HIP-W-Proben, s. Kapitel 4.2.2.

sich dabei mit Schallgeschwindigkeit fort, was zu katastrophalem Versagen des betroffenen Bauteils führt.

Die Spannung, die ein Festkörper aushält, bevor er versagt, auch Festigkeit genannt, ist durch seine Mikrostruktur festgelegt und lässt sich durch die Modifizierung dieser erhöhen. So besitzt W nach einer mechanischen Umformung aufgrund der so entstehenden feineren Kornstruktur und der besser verteilten Fremdatome und Ausscheidungen eine höhere Festigkeit als nach Wärmebehandlung oder Rekristallisation. Dabei gilt: je höher die eingebrachte Energie und je geringer die dabei herrschende Temperatur, desto höher die Festigkeit. Ebenso gilt, je feiner die Kornstruktur, desto höher die Festigkeit. Dabei ist es irrelevant, ob diese durch mechanische Umformung oder durch die Wahl eines feinen Pulvers als Ausgangspunkt entsteht. Ein Beispiel hierfür sind gezogene W-Fasern, deren Festigkeit senkrecht zur elongierten Kornstruktur drastisch erhöht wird. So kann die Festigkeit von gesinterten W lediglich 580 MPa betragen, während reine W-Fasern (Durchmesser 150 μm) eine Festigkeit von 2900 MPa besitzen und zusätzlich auch bei Raumtemperatur (RT) duktil sind [22, 18].

Die Zähigkeit, also der Widerstand gegen Rissausbreitung, lässt sich auf verschiedene Weise beeinflussen. So ist es möglich W mit anderen Elementen zu legieren. Gerade im Kontext der Fusionsanwendung ist hierbei Rhenium zu erwähnen, welches duktilisierend, zähigkeitssteigernd und rekristallisierungshemmend wirkt. Bei zu hohem Rheniumanteil verändern sich jedoch andere, erwünschte Eigenschaften von W, wie der hohe Widerstand gegenüber Zerstäubung [23]. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, die Mikrostruktur stark zu verfeinern und ggf. diese zu stabilisieren. Da sich eine feine Kornstruktur, wie bereits erwähnt, positiv auf die Festigkeit auswirkt, ist dies ein attraktiver Ansatz. Ergebnis dieser Forschungen sind unter anderem W-Folien, die selbst bei RT duktil sind [24, 25]. Wie in anderen spröden Materialien wie Keramiken, besteht bei W die Möglichkeit der extrinsischen Zähigkeitssteigerung durch die Verwendung in Kompositen. So wird neben

den bereits erwähnten W-Folien auch an W-Laminaten gearbeitet. Diese bestehen aus wechselnden Lagen W-Folie und Titan oder W-Folie und Kupfer, sind ebenfalls duktil bei RT und werden derzeit auf ihre Eignung als Strukturmaterial für Hochtemperaturwendungen untersucht [25, 26]. Unter Einfluss von Neutronen verlieren die Folien und Lamine jedoch ihre hohen Zähigkeitswerte und werden spröde, was eine Anwendung unter Fusionsbedingungen ausschließt [27, 28].

Eine weitere Möglichkeit für den Einsatz von W in Kompositen bieten Faserkomposite. Dabei werden zwei Ansätze verfolgt. Zum einen werden W-Fasern benutzt um die Festigkeit anderer Materialien wie Kupfer zu erhöhen [29]. Zum anderen werden W-Fasern mit einer Zwischenschicht, einem sogenannten Interface, versehen und in eine W-Matrix eingebettet um deren Zähigkeit zu erhöhen. Erste größere Proben eines solchen Werkstoffs weisen pseudoduktilen Verhalten und somit eine erhöhte Zähigkeit bei RT auf. So wurde stabiles Risswachstum und damit das Verhindern katastrophalen Versagens des Werkstoffs mittels 3-Punkt-Biegetests demonstriert [17].

Es gibt somit verschiedene Ansätze die hohe Festigkeit von W technisch für Materialien nutzbar zu machen ohne durch seine niedrige Zähigkeit eingeschränkt zu werden. Dabei sind die verschiedenen Lösungen meist für ein Einsatzgebiet besonders geeignet und machen somit eine Spezialisierung bei der Optimierung des jeweiligen Werkstoff unerlässlich.

2.2 Kompositmaterialien

Komposite oder Verbundwerkstoffe sind Materialien, die sich aus mindestens zwei Einzelkomponenten zusammensetzen. Hierbei wird der Werkstoff, in dem der andere eingebettet ist, als Matrix bezeichnet. Ein solcher Verbundwerkstoff besitzt im allgemeinen bessere Eigenschaften als seine Konstituenten. Anhand der für die Matrix eingesetzten Materialien können Komposite klassifizieren. So wird hauptsächlich zwischen polymeren Verbundwerkstoffen, organischen Werkstoffen oder Biomaterialien, keramischen Verbundwerkstoffen (engl. ceramic matrix composite, CMC) und Metallmatrix-Verbundwerkstoffen (engl. metal matrix composite, MMC) unterschieden [30]. Des Weiteren werden auch Mischstoffe wie Cermets, die aus einer Keramik und einem Metall bestehen, klassifiziert.

Zudem werden Komposite anhand der Form der in die Matrix eingebetteten Komponenten unterteilt. So wird zwischen partikelverstärkten, faserverstärkten und strukturellen Kompositen mit deren jeweiligen Unterteilungen unterschieden (s. Abbildung 2.4).

Da im Rahmen dieser Arbeit ein faserverstärkter Werkstoff hergestellt und analysiert wurde, werden im Folgenden die Mechanismen, die darin zur Zähigkeitssteigerung führen, näher erläutert.

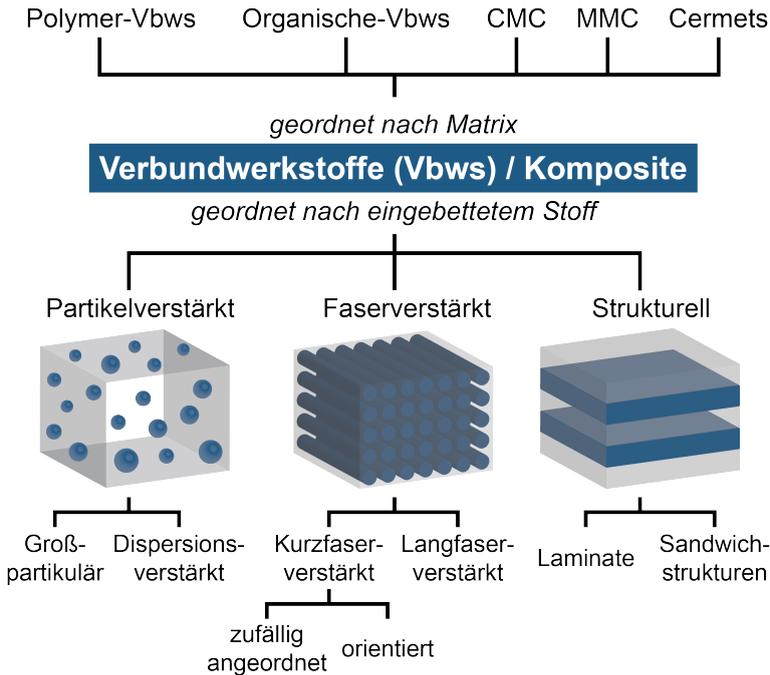


Abbildung 2.4: Möglichkeiten der Einteilung von Verbundwerkstoffen/Kompositen nach Matrix oder nach darin eingebetteter Komponente (nach [31]).

2.2.1 Mechanismen der Faserverstärkung

Damit Wolfram als Strukturmaterial eingesetzt werden kann muss seine Zähigkeit verbessert werden um spröde Rissausbreitung zu unterbinden und somit eine echte Schadenstoleranz zu erreichen. Eine Möglichkeit dafür ist die Verwendung in einem Faserkomposit. Generell werden in faserverstärkten Kompositen, die die Zähigkeit des Matrixmaterials steigern sollen, Mechanismen durch die Faser ermöglicht, welche die Energie der Risspitze abbauen und im Material dissipieren. Hierdurch kann ein stabiles Risswachstum erfolgen, womit ein katastrophaler Bruch des Materials verhindert wird. Einige dieser Mechanismen sind in Abbildung 2.5 gezeigt. Die duktile Verformung der Faser kann im unversprödeten Zustand viel Energie umwandeln. In der Fusionsanwendung besitzt diese aufgrund der Versprödung durch Neutronen keine Relevanz.

Umso wichtiger ist der Mechanismus des Faser-Pull-Outs. Die Risspitzenenergie wird hierbei in Reibungsenergie zwischen Matrix/Interface und herausgezogener Faser umgewandelt. Da in keramischen Faserverbundwerkstoffen (CMCs) aufgrund der Sprödeheit der eingebrachten Fasern diesem Effekt eine große Rolle zukommt und CMCs ein breites Anwendungsspektrum haben, ist der Faser-Pull-Out gut beschrieben und untersucht [35, 36, 37, 38]. Dieser kann auch als Test durchgeführt werden und wie der Push-Out-Test Informationen zur Matrix-Faser Grenzfläche geben.

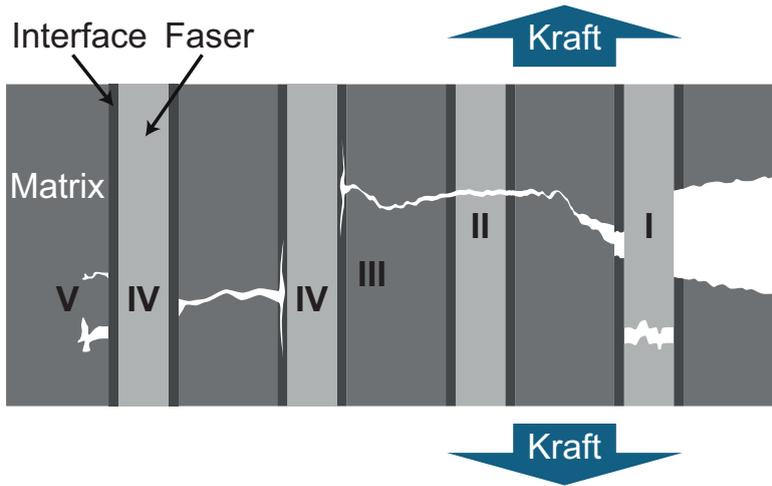


Abbildung 2.5: Mögliche Energiedissipationsmechanismen in faserverstärkten Kompositen: (I) Pull-Out von Fasern, (II) Brechen von Matrix und Faser, (III) Rissableitung am Interface, (IV) Rissüberbrückung durch die Faser und (V) Rissaufspaltung am Interface (nach [32, 33, 34, 16]).

2.2.2 Die Grenzschicht (Interface)

Bei den meisten Kompositwerkstoffen bestehen Faser und Matrix aus zwei ungleichen Werkstoffen. Hierdurch ist die Grenzschicht zwischen beiden wohldefiniert. In Kompositen, deren Faser und Matrix aus dem gleichem Material sind, wie beispielsweise Siliziumkarbid-faserverstärktes Siliziumkarbid (SiC_f/SiC) oder W_f/W , muss diese Aufgabe von einem anderen Material übernommen werden. Im Fall von W_f/W wurden verschiedene Materialien wie Oxidkeramiken, Metalle oder Kohlenstoff und deren Multischichten auf ihre Eignung als Interfacematerial untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass alle untersuchten Materialien ein Ablösen der Faser erlauben [15]. Somit ermöglicht das Interface die extrinsische Zähigkeitssteigerung auch für diese Klasse von Materialien, da sonst die in Abbildung 2.5 beschriebenen Mechanismen nicht wirken. Aufgrund der enormen Bedeutung der Grenzschicht ist eine genaue Charakterisierung wichtig, welche auf die gleiche Weise erfolgen kann wie bei Kompositen, bei denen kein zusätzliches Interface notwendig ist.

2.2.3 Kriterien der Rissableitung

Damit die oben beschriebenen Energiedissipationsmechanismen, Rissableitung und Rissaufspaltung, ebenso wie das Herausziehen der Fasern und die Rissüberbrückung durch die Fasern funktionieren können, ist es notwendig, dass der Riss vor Erreichen der Faser abgelenkt wird. Anderenfalls passiert der Riss die Faser ungehindert und ein Großteil des Potentials der Faserverstärkung geht verloren. Damit geht ein Ablösen der Faser einher, welches experimentell durch ein Pull-Out- oder Push-Out-Test untersucht werden kann.

Das Bruchverhalten von Wolfram lässt sich, wie das anderer spröder Materialien, gut mit Hilfe der linear-elastischen Bruchmechanik beschreiben. Dieser liegt die Annahme zugrunde, dass bei der Ausbreitung eines Risses nur elastische Verformung auftritt. Als Folge würde sich an einer Risspitze eine Spannungssingularität bilden. In der Realität würde sich ein Material nach Erreichen einer gewissen Spannung, der Streckgrenze, plastisch verformen und damit die Spannungsintensität abbauen. Die linear-elastischen Bruchmechanik gilt folglich nur für Werkstoffe, die eine kleine plastische Zone besitzen. Wird das Spannungsfeld an der Risspitze in Polarkoordinaten in einer Näherung erster Ordnung (Nahfeldnäherung) beschrieben, ergibt sich:

$$\sigma_{ij} = -\frac{1}{\sqrt{2\pi r}} [K_I f_{ij}^I(\Phi) + K_{II} f_{ij}^{II}(\Phi) + K_{III} f_{ij}^{III}(\Phi)]. \quad (2.1)$$

Wobei r und Φ die Position in Polarkoordinaten beschreiben und $i, j = x, y, z$ den betrachteten Richtungen in kartesischen Koordinaten entsprechen und in denen die Spannung wirkt. $f_{ij}^X(\Phi)$ sind dimensionslose Funktionen. K_I , K_{II} und K_{III} (sprich: K-eins, K-zwei und K-drei) sind sogenannte Spannungsintensitätsfaktoren (SIF), welche die Spannungsintensität der drei grundlegenden Rissbeanspruchungsarten, auch Moden genannt, angeben. Mode I bezieht sich auf Spannungen normal zur Rissflanke, Mode II umfasst Schubspannungen, die ein entgegengesetztes Gleiten der Rissflanken zur Folge haben, und Mode III beschreibt Torsionsspannungen, welche eine Verschiebung der Rissflanken quer zur Rissausbreitungsrichtung bewirken [39, 40]. Um die Zähigkeit verschiedener Werkstoffe miteinander zu vergleichen, wird in einem wohldefinierten Test der kritische SIF bei Beanspruchung in Normalrichtung zur Rissflanke K_{Ic} bestimmt [41]. Hierbei wird davon ausgegangen, dass das Risswachstum gerade und gerichtet abläuft. Um jedoch eine Rissableitung, also eine Umlenkung bei weiteren Risswachstum, zu erreichen, muss das Spannungsfeld so verändert werden, dass dies energetisch vorteilhaft ist. Durch geschickte Materialwahl der Faser oder gegebenenfalls des Interface kann eine Rissableitung erreicht werden.

Um Vorhersagen über das Verhalten verschiedener Materialkombinationen als Faserkomposit machen zu können, stellten He und Hutchinson eine Energiebetrachtung der Rissausbreitung in Kompositen an [42]. Ein wichtiges Ergebnis ist in Abbildung 2.6 gezeigt. Die dargestellte Funktion beschreibt das Verhältnis der Energiefreisetzungsraten des abgelenkten Risses (\mathcal{G}_d) zu der des penetrierenden Risses (\mathcal{G}_p) in Abhängigkeit des Materialparameters $\alpha = (E_f^* - E_m^*) / (E_f^* + E_m^*)$, wobei $E_x^* = E_x / (1 - \nu_x^2)$ der Zugmodul bei ebener Belastung der Faser ($x = f$) beziehungsweise der Matrix ($x = m$), E der Elastizitätsmodul und ν das Poisson-Verhältnis ist [42].

Im Sonderfall eines Komposits, für welches das gleiche Material sowohl als Faser als auch für die Matrix verwendet wird, ist somit ein anders Material als Interface nötig um eine Rissableitung zu gewährleisten. Folglich ist nicht mehr der Elastizitätsmodul der Matrix

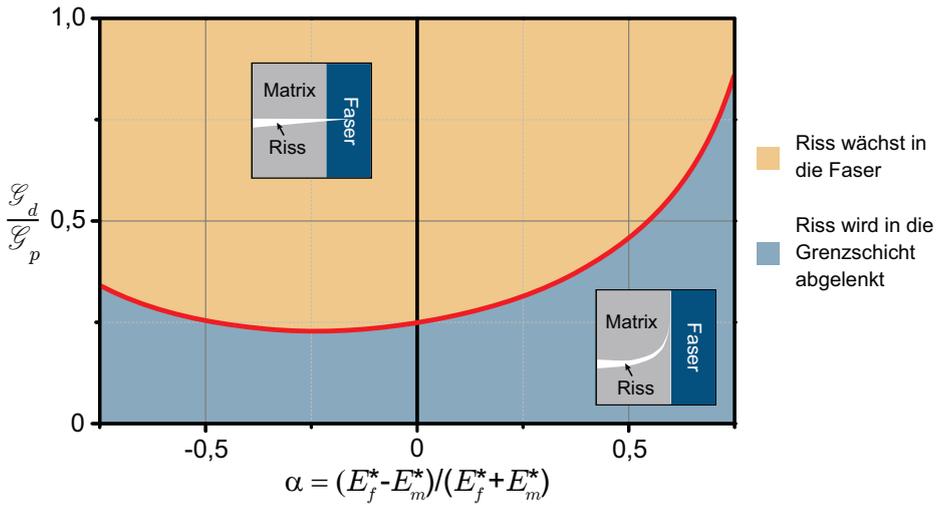


Abbildung 2.6: Verhältnis der Energiefreisetzungsraten des abgelenkten Risses \mathcal{G}_d zu der des penetrierenden Risses \mathcal{G}_p in Abhängigkeit von α (nach [42]).

von Bedeutung, sondern das des Interfaces. Eine weitere Interpretation des in Abbildung 2.6 gezeigten Verhältnisses besteht darin, dass $\mathcal{G}_d/\mathcal{G}_p > \mathcal{G}_{ic}/\mathcal{G}_c$ sein muss um eine Rissableitung zu erreichen. Wobei \mathcal{G}_{ic} die Zähigkeit des Interfaces ist und $\mathcal{G}_c = K_{Ic}$ der Faser. Für ein Komposit aus Materialien mit ähnlichen E-Moduln ($\alpha \sim 0$) würde sich somit ergeben, dass $\mathcal{G}_c > 4 \cdot \mathcal{G}_{ic}$ sein muss damit eine Zähigkeitssteigerung erreicht werden kann.

Unter Einsatz eines geeigneten Interfacematerials ist es demnach möglich einen Metallmatrix-faserverstärkten-Verbundwerkstoff herzustellen, der für Faser und Matrix das gleiche Material einsetzt. Durch das Interface können auch in diesem Fall die Mechanismen, die in faserverstärkten Kompositen eine Erhöhung der Zähigkeit zur Folge haben, zum Tragen kommen.

2.3 Shear-Lag-Analyse

Da der Faser-Pull-Out sowohl als Test durchgeführt werden kann um das Ablöseverhalten der Faser zu untersuchen, als auch einen Energiedissipationsmechanismus im Faserkomposit darstellt, wird im Folgenden eine analytische Beschreibung der sogenannte „Shear-Lag“-Analyse vorgestellt. Dieser Begriff erklärt sich dadurch, dass bei Berechnungen des Spannungszustands eines Balkens, welcher auf einer Seite fest ist und auf der anderen Seite eine punktuelle Kraft erfährt, ein Unterschied zwischen den Vorhersagen der klassischen Balkentheorie und der Wirklichkeit besteht. Dabei ist die Spannung laut Balkentheorie größer als experimentell festgestellt, die Theorie läuft der Wirklichkeit hinterher (engl. to lag, verzögern, zurückbleiben). Dies lässt sich durch nicht berücksichtigte Scherspannun-

gen (engl. shear stress) innerhalb des Balkens erklären, womit sich der Begriff Shear-Lag ergibt. Dies ist ein Effekt, welcher durch die entsprechende Analyse beschrieben wird. Da heutzutage dieser Effekt auch bei der Berechnung von Systemen mittels Finite-Elemente-Methode (FEM) mit einbezogen wird, ist in der Literatur auch von Shear-Lag-Methode oder Shear-Lag-Modell die Rede, gemeint ist jedoch immer die Berücksichtigung des beschriebenen Effekts. Dies geschah das erste Mal durch Reissner, 1946 bei der Berechnung von Kastenbalken [43]. 1952 wurde die Methode das erste Mal von Cox *et al.* auf ein Kompositmaterial (Papier) angewendet um den Spannungstransfer zwischen den verschiedenen Komponenten zu berechnen [44]. Vom mathematischen Standpunkt zeichnet sich die Analyse dadurch aus, dass sich das System mit einer Gleichung der Form

$$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2} - \beta P = 0 \quad (2.2)$$

beschreiben lässt. Wobei P der Druck durch die auf den Balken aufgebrauchte Last und β ein Parameter der Shear-Lag-Analyse ist. Im Laufe der Zeit wurde die Shear-Lag-Analyse dazu verwendet, ähnlich wie bei Cox, die Scherspannung zwischen den Fasern und der Matrix eines Komposits beim Pull-Out der verstärkenden Fasern zu berechnen.

Um dies analytisch zu bewerkstelligen werden einige Annahmen gemacht. So geht die früheste Beschreibung des Pull-Out-Tests von Greszczuk von Fasern aus, die wesentlich duktiler als die Matrix sind. Ebenso wird von einem perfekt elastischen Verhalten ausgegangen, welche zu einer einheitlichen Scherspannung entlang der Faser führt. Des Weiteren wird ein idealer, unendlicher Komposit mit perfekt runden, geordneten, unendlichen, parallelen Fasern, welche perfekt an die Matrix gebunden sind, angenommen [35]. Somit wird nur komplettes, katastrophales Debonding (Ablösung der Faser von der Matrix) betrachtet und eventuell auftretende Reibung beim Herausziehen vernachlässigt. Zusätzlich ist zu erwähnen, dass auch die Bindung der Faserrückseite zur Matrix vernachlässigt wird (s. Abbildung 2.7 (a)). Mit diesen Annahmen wird die maximal erreichbare Scherspannung der Grenzschicht bei Biegung parallel zur Faser bestimmt.

$$\tau = \frac{r}{l} \cdot \frac{E_f}{E_L} \cdot \sigma \quad (2.3)$$

Wobei r der Radius der Faser ist, l die eingebettete Länge der Faser in der Matrix, E_f der Elastizitätsmodul der Faser, E_L der des Komposits und σ die maximale Spannung des Komposits vor Versagen (s. Abbildung 2.7 (a)). Um die Grenzflächenfestigkeit jedoch einfach experimentell zu bestimmen wird ein anderer Weg vorgeschlagen, der auf den selben Annahmen fußt.

Dafür ist es notwendig mehrere Pull-Out-Tests durchzuführen wobei unterschiedliche Längen der Faser eingebettet sein müssen. Zur Beschreibung wurden folgende Relatio-

nen von Greszczuk hergeleitet:

$$\tau_{max} = \frac{P\alpha_{Gre}}{2\pi r} \cdot \coth(l \cdot \alpha_{Gre}) \quad (2.4)$$

$$\tau_{av} = \frac{P}{2\pi r l} \quad (2.5)$$

$$\frac{\tau_{max}}{\tau_{av}} = l\alpha_{Gre} \coth(l \cdot \alpha_{Gre}). \quad (2.6)$$

Wobei $\alpha_{Gre} = \sqrt{2G_i/b_i r E_f}$ mit dem Schermodul G_i und der Dicke des Interface b_i , ein Materialparameter ist. τ_{max} beschreibt die maximale Scherspannung, bevor es zum Faser-Pull-Out kommt. τ_{av} ist die durchschnittliche Scherspannung, welche sich aus Geometrieüberlegungen erschließt. Werden nun die geforderten Pull-Out-Tests durchgeführt, kann für jede eingebettete Länge τ_{av} bestimmt werden. Durch eine Extrapolation für $l \rightarrow 0$ ist es dann möglich τ_{max} zu errechnen, da für diesen Fall $\tau_{av} \rightarrow \tau_{max}$ (s. Abbildung 2.7 (b)). Auch spätere Methoden die Scherfestigkeit des Interface zu bestimmen gehen ähnlich vor.

So wird von Lawrence ein ähnliches Modell angenommen, welches jedoch berücksichtigt, dass die Faser auch teilweise von der Matrix abgelöst (debonded) sein kann und somit eine Spannungsübertragung via Reibung stattfinden kann [36]². Um dies beschreiben zu können wird eine minimale Länge der Faser eingeführt x_{max} , welche in der Matrix eingebettet sein muss, damit es nicht sofort zum kompletten Debonding und damit zum Pull-Out kommt. Mit Hilfe von x_{max} kann die Scherfestigkeit zu folgenden Ausdruck bestimmt werden.

$$\tau_{Law} = \frac{\Delta\alpha_{Law}}{2\pi r} \cdot \cosh^2(x_{max}\alpha_{Law}) \quad (2.7)$$

Wobei α_{Law} wiederum ein Material- und Geometriefaktor ist, der jedoch anders definiert wird als bei Greszczuk und in den unter anderem der Abstand zwischen benachbarten Fasern einfließt. Bei Einzelfaser Pull-Out-Tests soll dieser dem Durchmesser der Matrix gleichgesetzt werden. $\Delta = \tau_{fr} \cdot 2\pi r / \alpha_{Law}$, dessen geometrische Entsprechung die Steigung der Kurve in Abbildung 2.7 (c) für Werte von l größer x_{max} ist. Somit ist Δ abhängig von der Reibung zwischen Interface und Matrix. Damit diese Steigung bestimmt werden kann, muss, wie bei Greszczuk, der Pull-Out-Test für Fasern unterschiedlicher Einbettlänge l durchgeführt werden. Die eingebettete Länge wird dann gegen die Last aufgetragen, die für das Debonding benötigt wird (P_{max}), normiert durch die Last, die benötigt werden würde um eine unendlich lange Faser ohne Reibung zu debonden (P_∞) (s. Gleichung 2.9 und 2.10 beziehungsweise 2.8). Die sich daraus ergebenden Kurven knicken nach dem Erreichen jener Länge ab, nach der nicht sofortiges Debonding eintritt und somit die

²Zu beachten ist hierbei die geänderte Notation der eingebetteten Länge der Faser; $l_{Greszczuk} = (l/2)_{Lawrence}$.

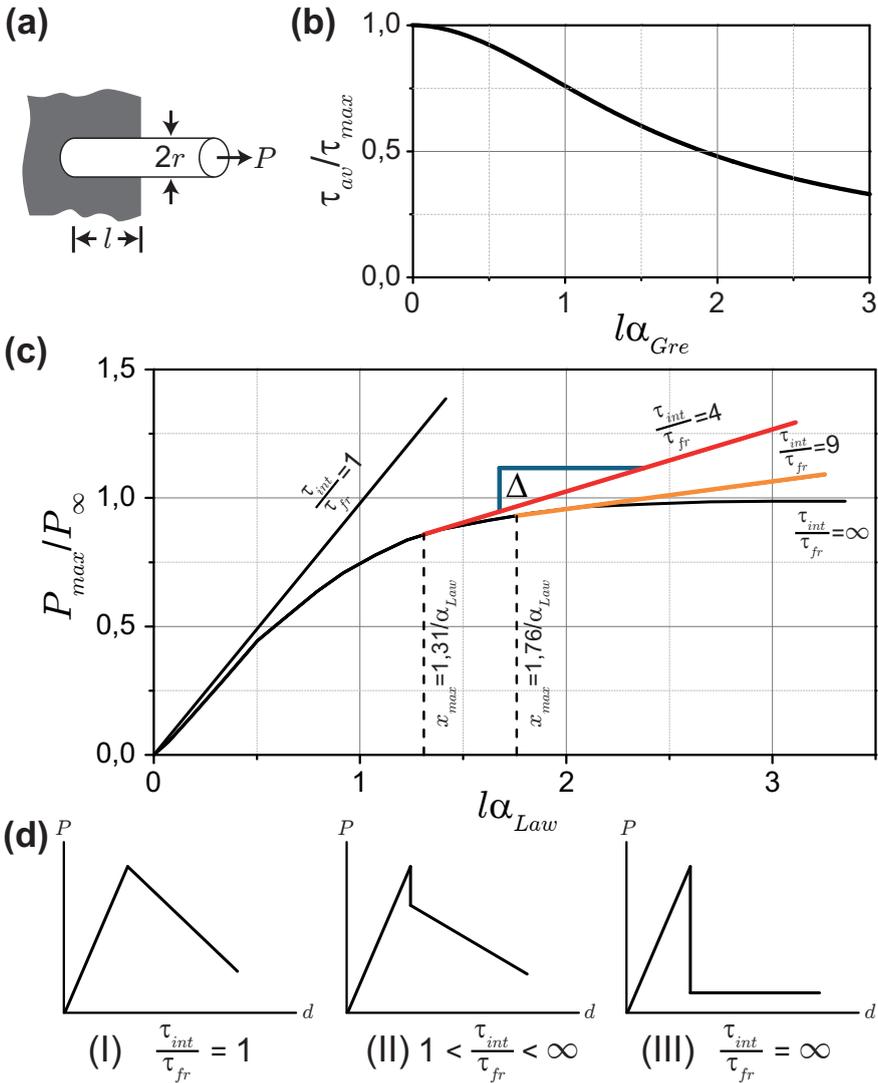


Abbildung 2.7: (a) Geometrie einer Pull-Out-Test-Probe und (b) reziproke Darstellung der Gleichung 2.6 zur grafischen Bestimmung und Extrapolation von τ_{max} nach Greszczuk (beide nach [35]). (c) Nach Lawrence für Pull-Out notwendiger maximaler Zug, normiert auf P_{∞} (s. Gleichung 2.8), in Abhängigkeit von der eingebetteten Länge der Faser (l) und der Intensität der Reibung nach dem Debonding der Faser (dem Verhältnis der Scherspannung aufgrund von Interface-Festigkeit (τ_{int}) und Reibung (τ_{fr})) zur grafischen Bestimmung der Steigung Δ im reibungsbestimmten Teil der Kurve und des Abknickpunktes x_{max} (nach [36]). (d) Schematische Last-Weg-Kurven eines Pull-Out-Tests in Abhängigkeit des Lasttransfers via Reibung ((I) viel, (II) mittel und (III) keine Reibung) nach dem Debonding der Faser (nach [37]).

Reibung eine Rolle spielt. Dieser Abknickpunkt ist gleich x_{max} , welches sich auch auf diese Weise bestimmen lässt.

$$P_{\infty} = \tau_{int} \cdot 2\pi r / \alpha_{Law} \quad (2.8)$$

$$P_{max} = P_{\infty} \cdot \tanh(l \cdot \alpha_{Law}) \quad \text{für } l \leq x_{max} \quad (2.9)$$

$$P_{max} = P_{\infty} \cdot [\tanh(x_{max}\alpha_{Law}) + \tau_{fr} \cdot 2\pi r(l - x_{max})] \quad \text{für } l > x_{max} \quad (2.10)$$

Wobei τ_{fr} die Scherspannung aufgrund der Reibung ist³. Es ist an dieser Stelle anzumerken, dass Greszczuks Formulierung (Gleichung 2.4) äquivalent zu Gleichung 2.9 ist. Bei Ersterem wird für die Auswertung zu einer eingebetteten Faserlänge von 0 extrapoliert, also $l \rightarrow 0$. Für Gleichung 2.9 bedeutet das, dass $\tanh(l \cdot \alpha_{Law}) \rightarrow l \cdot \alpha_{Law}$. Womit nun ersichtlich ist, dass für diesen Grenzfall $\tau_{int} = \tau_{av}$ aus Gleichung 2.5 ist.

Gray merkt an, dass nicht nur die maximal erreichte Last verschiedener Proben eine Aussage über die Zähigkeit des Interface erlauben, sondern auch der Lastverlauf eines Pull-Out-Tests [37]⁴. So sind in Abbildung 2.7 (d) schematisch verschiedene Möglichkeiten des Lastverlaufs dargestellt. Daran ist zu sehen, dass abhängig vom Verhältnis der Stärke der auftretenden Reibung, also vom Wert von τ_{fr} , mehr oder weniger Last vom Interface gehalten werden kann. Da es sich dabei um eine Last-Weg-Kurve handelt, ist das Wegintegral dieser Kurve einer Energie gleichzusetzen, womit nach diesem Modell ersichtlich ist, dass je größer τ_{fr} ist, desto größer ist auch die beim Herausziehen umgewandelte Energie. Für einen faserverstärkten Kompositen bedeutet das, dass eine erhöhte Reibung nach dem Debonding die Performance des Werkstoffs verbessert.

So elegant die gezeigten Formeln und die damit verbunden Methoden sind, so fußen sie trotzdem auf diversen Annahmen, die auf eine große Klasse an Kompositen nicht zutreffen. Zusätzlich wurden diese ursprünglich explizit für Multifasersysteme aufgestellt, sodass deren Anwendung für Einzelfaser-Versuche fraglich ist und damit erreichte Werte einen großen Fehler aufweisen können [38].

2.4 Der Push-Out-Test

Der Push-Out-Test ist historisch aus dem Pull-Out-Test entstanden um Proben mit geringerem Präparationsaufwand und kleineren Fasern testen zu können [45]. Hierfür wurden ursprünglich Stücke senkrecht zur den Fasern aus einem Komposit gesägt und einseitig poliert. Später wurden Einzelfaserproben als Modellsystem benutzt, welche beidseitig poliert wurden um Oberflächeneffekte wie Verzahnung durch Kratzer zu minimieren [46].

Zur Durchführung wird ein Stempel, auch Indenter genannt, auf der Faser platziert und

³Beim direkten Vergleich mit der entsprechenden Veröffentlichung von Lawrence [36] ist darauf zu achten, dass $\tau_{int} = \tau_s$ und $\tau_{fr} = \tau_i$.

⁴Generell ist dies eine empfehlenswerte Veröffentlichung für einen Einstieg in die theoretische Betrachtung des Pull-Out-Tests.

diese heraus gedrückt (engl. to push out, herausdrücken) (s. Abbildung 2.9 (a)). Dazu wird die Probe auf einem Probenhalter mit einem Loch positioniert, dessen Durchmesser idealerweise gleich dem der Faser ist. Ursprünglich kamen für den Test Mikro-Härteprüfer zum Einsatz, zudem wurden verschiedene Indentergeometrien evaluiert. Teilweise konnten diese nur mehrere Fasern auf einmal drücken [45]. Nachdem in den 1980ern für Einzelfaser-Versuche hauptsächlich Vickershärteprüfer genutzt wurden [45, 46, 47, 48], setzten sich ab den 1990er Jahren dedizierte Push-Out-Test-Aufbauten durch, für die Indenter mit einer flachen Kopfseite benutzt wurden [49, 50, 51, 52, 15].

Die theoretische Beschreibung und Auswertung erfolgte jedoch äquivalent zu der der Pull-Out-Tests. Dies ist aufgrund der ursprünglichen Arbeit von Cox und der Annahme, welche die Bindung der Faserrückseite an die Matrix vernachlässigt, gültig (s. Abbildung 2.8) [44].

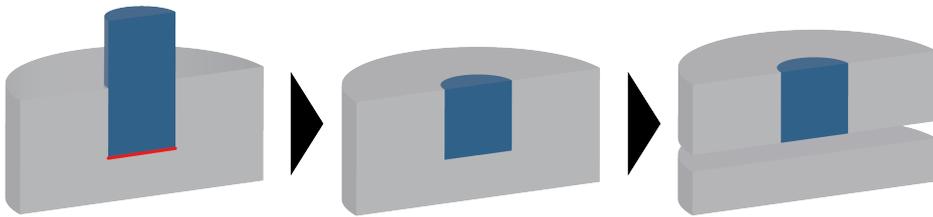


Abbildung 2.8: Schematische Darstellung des Zusammenhangs zwischen Pull-Out- und Push-Out-Test. Die rote Linie markiert den Teil der Pull-Out-Probe, deren Haftung von den beschreibenden Theorien vernachlässigt wird (s. [44, 35]).

Eine Eigenschaft der Proben, die sowohl Pull-Out- als auch Push-Out-Tests beeinflusst, ist die Geometrie der Grenzschicht zwischen Faser und Matrix. Ist diese rau, wird die für das Herausdrücken der Faser benötigte Last größer sein als bei einer perfekt glatten Grenzschicht. So hat Hsueh einen Formalismus für den Fall des Faser-Push-Outs erdacht, welcher diesen Effekt analytisch beschreibt [53]. Später wurde dieser Effekt auch von Mackin mithilfe von fraktalen Modellen, die die Oberflächenrauigkeit wiedergeben, untersucht. Die dadurch gewonnen Ergebnisse können den Reibungsteil von Last-Weg-Kurven eines Modellsystems mit Saphirfasern beschreiben. Die raue, elastische Grenzflächen der Faser, mit einer sinusförmigen Oberflächenstruktur, zeigt dabei in der von der Reibung bestimmten Gleitphase des Tests ein periodisches Verhalten der Last, die gut vom Modell wiedergegeben werden kann (s. Abbildung 2.14, Schritt D) [54, 51].

2.4.1 Unterschiede zwischen Pull-Out- und Push-Out-Test

Im folgenden werden wichtige Unterschiede zwischen Pull-Out- und Push-Out-Test betrachtet und deren Einfluss auf die Auswertung der Tests bewertet. Dadurch, dass die Faser nun nicht mehr gezogen, sondern gedrückt wird, werden durch die Querkontraktion der Faser zusätzliche Spannungen in die Probe induziert. Um einen Push-Out-Test

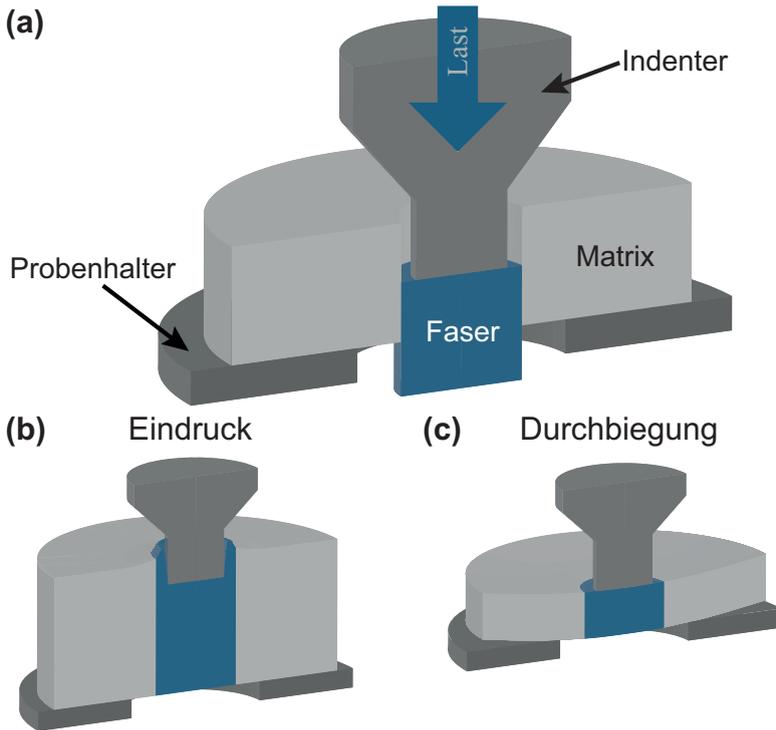


Abbildung 2.9: (a) Schematischer Aufbau eines Push-Out-Tests und damit einhergehende Probleme: (b) Verformung bei zu dicken Proben, (c) Durchbiegung bei zu dünnen Proben.

durchführen zu können, muss die Probe richtig positioniert und entsprechend gedrückt werden. Dafür muss der Indenter einen kleineren Durchmesser als die Faser haben, die gedrückt wird. Dies führt ebenfalls zu einer Veränderung des Spannungszustandes in der Probe, wodurch das Maximum der Scher- und Normalspannung an der Grenzschicht zwischen Faser und Matrix nicht mehr an der Probenoberfläche, sondern darunter, in der Probe, liegt [47, 55]. Das daraus resultierende Verhalten kann nicht mehr korrekt analytisch beschrieben werden. Somit wird auf Finite-Elemente-Methoden (FEM) zurückgegriffen um die Spannungszustände der Proben zu berechnen. Ein weiterer Effekt, der sich aus der veränderten Geometrie des Versuchs ergibt, ist die verringerte Probendicke. Bei zu dicken Proben reicht möglicherweise die mittels des Indenters aufgebrachte Last nicht aus um das Debonding der Faser zu erreichen. Stattdessen drückt der Indenter in die Faser und zerstört so die Probe (s. Abbildung 2.9 (b)). Zudem muss der Durchmesser des Lochs im Probenhalter größer sein als der Durchmesser der Faser. Dies kann bei dünnen Proben zur Durchbiegung der Probe und damit zu einer weiteren Veränderung des Spannungszustands führen (s. Abbildung 2.9 (c)). Eine genaue Analyse des Spannungszustands wird im nächsten Abschnitt beschrieben. Der Zusammenhang zwischen Probendicke und

Lochdurchmesser wurde beispielsweise von Kallas *et al.* genauer untersucht [49]. Demnach ist der Einfluss der Durchbiegung auf den Spannungszustand zu vernachlässigen, wenn die Probe zwei- bis dreimal dicker ist als der Durchmesser des Lochs im Probenhalter.

In der Praxis gibt es somit zwei Randbedingungen für die Probendicke einer Push-Out-Probe: Sie muss dick genug sein um ein Durchbiegen aufgrund der Last der Indenters zu verhindern. Sie muss aber auch dünn genug sein, damit es zu einem Ablösen der Faser von der Matrix und so zum Debonding kommen kann.

2.4.2 Der Spannungszustand während des Push-Out-Tests

Wie bereits beschrieben hat der Spannungszustand der Probe, der auch von der Testdurchführung beeinflusst werden kann, einen erheblichen Einfluss auf die Ergebnisse der Push-Out-Tests. Um dies genauer zu untersuchen wurde in dieser Arbeit ein achsensymmetrisches 2D Finite-Elemente-Modell (FEM) benutzt, dessen Gitterabstand in wichtigen Bereichen $1\ \mu\text{m}$ beträgt. Der Aufbau lässt es zudem zu unterschiedliche Probenhalter-Loch-Durchmesser und Probenhöhen zu simulieren (s. Abbildung 2.10).

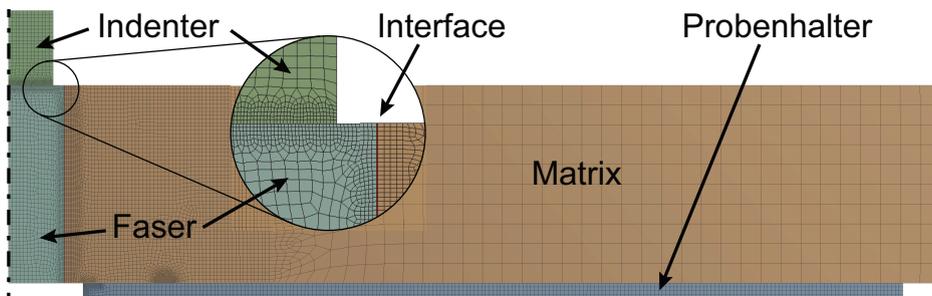


Abbildung 2.10: Aufbau des 2D FE-Modells zur Simulation des Spannungszustand der Probe während des Push-Out-Tests.

Dem zugrunde liegt, dass durch das Aufbringen einer Last durch den Indenter, der einen kleineren Durchmesser als die Faser besitzt, verschiedene Spannungen in die Probe induziert werden. Die Spannungskomponenten, die hierfür berücksichtigt werden, sind in Abbildung 2.11 dargestellt. Dabei wird grundsätzlich zwischen Komponenten der Normalspannung und der Scherspannung unterschieden. Während die Scherspannung aus dem Widerstand gegen das Ablösen resultiert, hat die Normalspannung unterschiedliche Quellen. So wird von einem Anfangsdruck ausgegangen, der die Matrix mit Interface an die Faser drückt und sich aus der Eigenspannung der Probe ergibt. Eine weitere Komponente entsteht durch die Durchbiegung der Probe, wodurch in der oberen Hälfte eine Druckspannung und in der unteren Hälfte eine Zugspannung entsteht. Die letzte Komponente ist eine Querspannung der Faser, die im Poisson-Effekt begründet und ebenfalls eine Druckspannung ist.

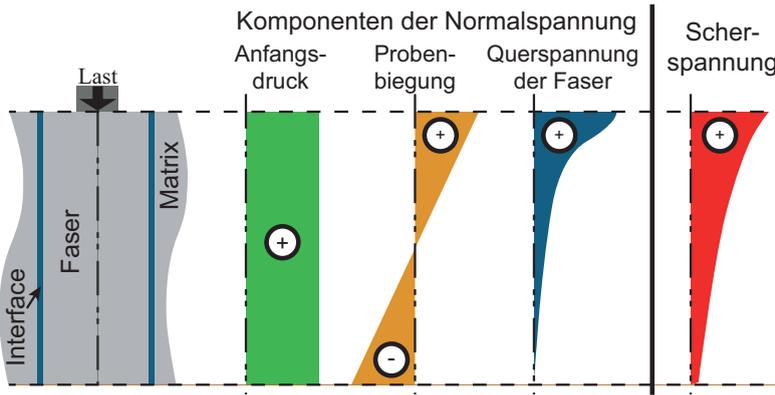


Abbildung 2.11: Im FE-Modell berücksichtigte Spannungskomponenten, die die Probe beeinflussen.

Für die Matrix wird ein linear-elastisches Verhalten angenommen, wohingegen für die Faser auch eine mögliche Plastizität berücksichtigt wird. Die dafür benötigte Fließkurve wird aus Ergebnissen von [15] und [56] angenähert. Dabei ist zu beachten, dass die dort verwendeten Proben auch ein Erbiumoxid-Interface besitzen, das aber nur 600 nm dick ist und mittels chemischer Gasphasenabscheidung hergestellt wurde. Somit sind die Ergebnisse dieser Simulationen im Bezug auf Proben, die mittels heißisostatischen Pressens hergestellt wurden, nicht 1 zu 1 übertragbar, da diese aufgrund fehlender Materialparameter nur bedingt beschrieben werden können. Der in den genannten Arbeiten verwendete Faser- und Indenterdurchmesser stimmt jedoch mit $150\ \mu\text{m}$ beziehungsweise $120\ \mu\text{m}$ mit denen in dieser Arbeit überein.

Einige bereits beschriebene Effekte lassen sich somit verifizieren und es können Vorhersagen über das Verhalten der Proben gemacht werden. In Abbildung 2.13 ist die berechnete Scher- und Normalspannungsverteilung für eine $145\ \mu\text{m}$ dicke Probe in Abhängigkeit des Lochdurchmessers L im Probenhalter gezeigt. Es ist zu sehen, dass die Scherspannung nur geringfügig durch verschiedene Lochdurchmesser beeinflusst wird. Unabhängig davon weicht sie lokal stark von der durchschnittlichen Scherspannung ab, die sich aus der vom Indenter aufgebrachten Last von $23,8\ \text{N}$ ergibt. Die Normalspannung hingegen verändert sich stark mit wechselnden Lochdurchmessern. So verdoppelt sich die Zugspannung an der Probenunterseite bei verdoppeltem Lochdurchmesser. Zudem ist die Position des Nulldurchgangs der Normalspannung bei einem Lochdurchmesser von $400\ \mu\text{m}$ doppelt so weit von der Probenunterseite entfernt, wie dies für einen Lochdurchmesser von $200\ \mu\text{m}$ der Fall ist. Die Druckspannung im oberen Teil der Probe nimmt durch einen vergrößerten Lochdurchmesser ebenfalls zu. Verglichen mit der angenommenen Normalspannung, die rein aus der Eigenspannung resultiert, ergibt sich eine erhebliche Abweichung.

In einer weiteren in Abbildung 2.12 dargestellten Analyse wird die Entwicklung des Spannungszustandes im fortschreitendem Push-Out-Test untersucht. Darin wird eine $265\ \mu\text{m}$

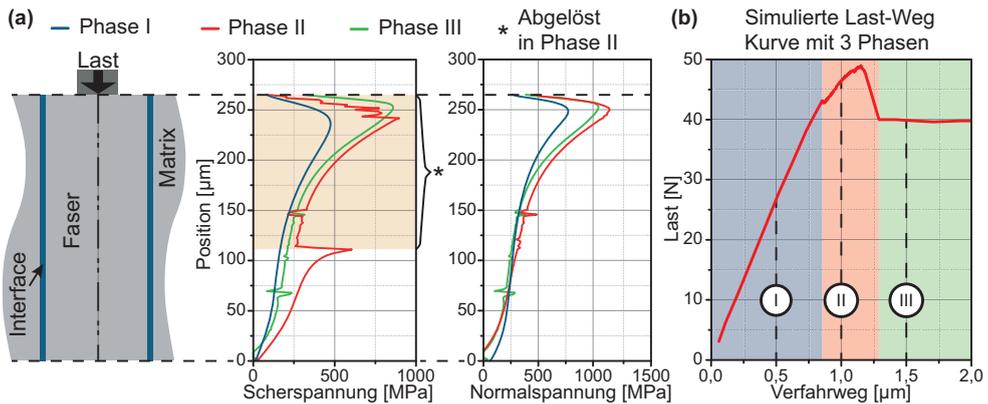


Abbildung 2.12: Simulierte Spannungsverteilung im gebundenen (I), teil-abgelösten (II) und komplett-ablösten Zustand (III) einer Probe ($H = 265 \mu\text{m}$).

dicke Probe simuliert, die bei einem Lochdurchmesser von $200 \mu\text{m}$ getestet wird. In Teilabbildung (b) ist die simulierte Last-Weg-Kurve gezeigt und in Phasen eingeteilt, wobei diese durch das erste Ablösen der Faser und dem kompletten Ablösen der Faser getrennt sind. Für einen Verfahrweg von $0,5 \mu\text{m}$, $1 \mu\text{m}$ und $1,5 \mu\text{m}$ wurde jeweils der Spannungszustand berechnet und in Abbildung 2.12 (a) dargestellt, womit alle drei Phasen betrachtet werden können. Dabei weisen die Kurven teilweise starke Schwankungen auf, die Artefakte aufgrund von Konvergenzproblemen des Modells sind. Ein Vergleich der berechneten Scherspannungen zeigt zum einen, dass diese mit zunehmender Last in ihrem Betrag zunehmen. Zum anderen zeigt sich, dass in Phase II ein Teil der Faser abgelöst ist (oranjer Bereich) und dabei das Debonding zwischen Faser und Interface von der Probenoberseite nach unten gerichtet stattfindet. Jedoch ist die Scherspannung, anders als in den etablierten Shear-Lag-Modellen, nicht an der Ablösefront am größten, sondern in einem Bereich leicht unterhalb der Probenoberfläche und zwar über alle Phasen hinweg ungefähr an der gleich Position.

Die Normalspannung, deren Ergebnisse auch in Abbildung 2.12 (a) gezeigt sind, vergrößert sich erneut mit steigender Last. Jedoch ist an der Probenunterseite zu beobachten, dass nach dem ersten Ablösen der Faser anstatt der vorherigen Druckspannung nun eine Zugspannung herrscht, die ebenfalls zum Ablösen der Faser führen könnte.

Ein Vergleich des Spannungszustands der Simulation in Abbildung 2.12 in Phase I mit dem in Abbildung 2.13 für $200 \mu\text{m}$ Lochdurchmesser gezeigten Zustand erlaubt einen Einblick in die Abhängigkeit der Scher- und Normalspannung von der Probendicke. Die für die in Abbildung 2.13 dargestellte Probe mit einer Dicke von $145 \mu\text{m}$ resultierende Scherspannung ist, trotz der geringeren Last von $23,8 \text{ N}$, größer als im Fall der Probe, die mit $26,5 \text{ N}$ belastet wird und $265 \mu\text{m}$ dick ist. So steigt bei gleicher Last und geringerer Probengröße der Betrag der Scherspannung. Ein weiterer Unterschied ist bei der Normalspannung zu

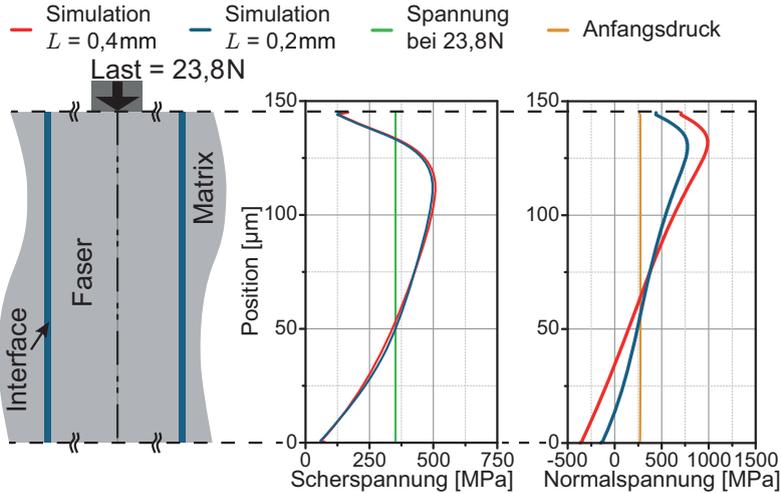


Abbildung 2.13: Simulierte Scher- und Normalspannungsverteilung einer Probe in Abhängigkeit vom Lochdurchmesser des Probenhalters ($H = 145\ \mu\text{m}$).

beobachten, die zwar vom Betrag, im oberen Bereich der Faser ähnlich ist, sich jedoch im Bereich der Probenunterseite stark unterscheidet. So wird für den Fall der dünneren Probe das Auftreten einer Zugspannung berechnet, wohingegen im Fall der dickeren Probe weiterhin eine Druckspannung erhalten bleibt. Bestätigt sich dieses Verhalten bei realen Proben, kann sich das Ablöseverhalten von dünnen Proben von dem von dicken Proben unterscheiden, da hier das Debonding von unten initiiert werden könnte.

Durch die Simulation zeigt sich, dass die beiden Randbedingungen, die aus der Durchführbarkeit des Tests stammen (Indenter kleiner als die Faser und Loch im Probenhalter größer als die Faser) den Spannungszustand der Probe erheblich verändern. Somit sind auch Resultate, die auf den etablierten Shear-Lag-Modellen beruhen, kritisch zu betrachten und deren Gültigkeit abhängig von den untersuchten Proben.

2.4.3 Die Last-Weg-Kurve eines Push-Out-Tests

Die Messergebnisse eines Push-Out-Tests werden in Form einer Last-Weg-Kurve dargestellt. Je nach Versuchsaufbau und Messmethode kann der angegebene Weg sowohl der wahre Weg der Faser, der Verfahrensweg des Indenters als auch ein um den elastischen Anteil korrigierter Weg des Indenters sein. Dies ist stets beim Vergleich verschiedener Messungen zu berücksichtigen. Die Kraft hingegen ist immer die durch einen Kraftaufnehmer (auch Lastzelle genannt) gemessene Last. Die Genauigkeiten der Lastzelle ist abhängig von ihrer maximalen Kapazität und bestimmt damit den systematischen Fehler der Kraft.

Der Beginn der Kurve ist durch einen linear-elastischen Teil gekennzeichnet, dessen Anfang durch Setzungs Vorgänge verändert sein kann. Das Ende dieser linearen Phase mar-

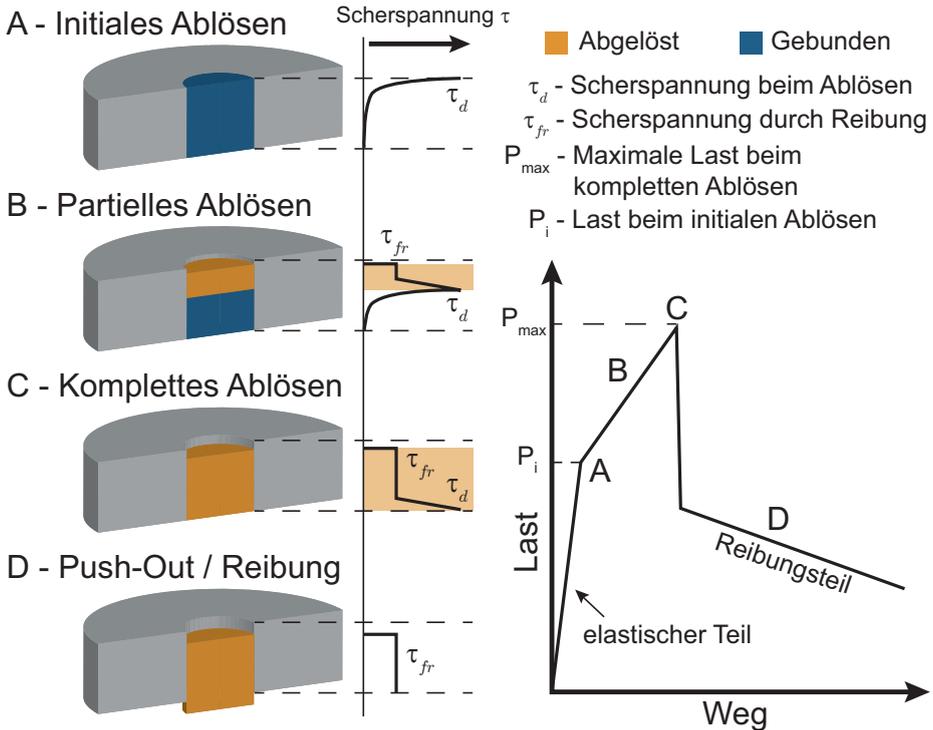


Abbildung 2.14: Die vier wichtigsten Stufen eines idealen Push-Out-Tests, die dabei auftretenden Scherspannungen an der Faser-Matrix-Grenzfläche und die zugehörige Last-Weg-Kurve (nach [57]).

kiert das initiale Ablösen von Teilen der Faser von der Matrix (s. Abbildung 2.14 A). Mit steigender Last steigt auch die Scherspannung an der Grenzschicht zwischen Faser und Matrix. Übersteigt die Scherspannung τ einen gewissen Wert τ_d , kommt es zum Ablösen in den Teilen der Grenzschicht, in denen τ größer ist als τ_d . In der Theorie und unter idealen Bedingungen, beginnt das Ablösen an der Oberseite der Probe, da hier die Scherspannung zu Beginn am höchsten ist. Wird jedoch ein Indenter verwendet, dessen Durchmesser kleiner ist als jener der Faser, gilt dies nicht mehr.

In dem nun folgenden Teil der Push-Out-Kurve wird der Punkt der maximalen Scherspannung und damit der Ort, an dem das Ablösen zwischen Faser und Matrix stattfindet, sukzessive durch die Proben in Richtung Probenunterseite wandern. Die Faser ist somit partiell abgelöst wie es in Abbildung 2.14 B veranschaulicht ist. Im abgelösten Bereich ist die Scherspannung nun durch die Reibung begrenzt. So kann τ nicht größer als τ_{fr} , die maximale Scherspannung, die durch Reibung übertragen werden kann, sein.

Der Punkt der maximalen Kraft ist dadurch gekennzeichnet, dass das Maximum der Scherspannung die Probenunterseite erreicht, womit nun die komplette Faser von der Matrix abgelöst ist (s. Abbildung 2.14 C). Dass dabei die größte Last gehalten werden kann, gilt

jedoch nur für den Fall das $\tau_{fr} < \tau_d$.

Der weitere Verlauf der Kurve ist durch einen großen Lastabfall und dem anschließenden Reibungsteil gekennzeichnet (s. Abbildung 2.14 D). Die Reibung hat analog zu der in Abbildung 2.7 (d) für den Pull-Out-Test dargestellten Auswirkung auch einen Einfluss auf das Push-Out-Verhalten. Abhängig vom Reibungskoeffizienten kann die Kurve unterschiedliche Formen annehmen und auch der Lastabfall kann unterschiedlich groß ausfallen [37].

Aufgrund der aufgebrauchten Last und der dadurch im experimentellen Aufbau gespeicherten elastischen Energie, kann es im Experiment nach dem Lastabfall, der dem kompletten Debonding folgt, erneut zu einem Steigen der Last kommen, bevor der reine Reibungsteil beginnt. Dies rührt daher, dass durch das Ablösen der Widerstand gegenüber einer Bewegung der Faser sinkt und ein Teil der elastischen Energie des Systems in kinetische Energie der Faser umgewandelt wird. Je höher die Last, desto höher der potentielle Lastabfall, womit die Last unter das rein durch die veränderten Scherfestigkeiten bedingte Niveau abfallen kann.

Zusammenfassend ist der Push-Out-Test aus dem Pull-Out-Test hervorgegangen, wobei die theoretische Beschreibung auf den gleichen Annahmen fußt. Durch den veränderten Versuchsaufbau ergeben sich jedoch auch neue Randbedingungen, die nicht komplett von der Shear-Lag-Theorie beschrieben werden. Dies zeigen bereits die durchgeführten FEM-Simulationen, mit deren Hilfe der Spannungszustand an verschiedenen Punkten der Last-Weg-Kurve bestimmt wurde. Somit stellt sich die Frage ob es auch experimentelle Anzeichen gibt, die auf Abweichungen von den Annahmen der Shear-Lag-Theorie schließen lassen. Diese könnten in der resultierenden Struktur der Proben während der verschiedenen Phasen des Push-Out-Tests und in den Last-Weg-Kurven zu finden sein.

3 Probenherstellung und Charakterisierung

Im folgenden Kapitel wird die Herstellung und Präparation der Push-Out-Proben und deren Charakterisierung beschrieben. Dabei wird zuerst auf die Vorbereitung der Fasern und die Aufbringung des Interface und danach auf die Herstellung der Matrix eingegangen. Folgend werden die notwendigen Schritte der Probenpräparation gezeigt und die Durchführung und Auswertung des Push-Out-Tests vorgestellt. Abschließend werden die für die Charakterisierung der Proben verwendeten Geräte genannt und deren Funktionsprinzipien erläutert.

3.1 Probenherstellung

Faserherstellung und Faserbeschichtung

Die Wolframdrähte, im folgenden Fasern genannt, die zur Faserverstärkung genutzt werden, sind kommerziell erhältlich und werden von der Firma Osram GmbH, Schwabmünchen, bezogen. Die in dieser Arbeit verwendeten Fasern haben einen Durchmesser von $150\ \mu\text{m}$ und sind warmgezogen, wodurch sie eine elongierte Kornstruktur entlang der Faserrichtung besitzen. Senkrecht zur Faser hingegen sind die Körner ineinander verdrillt und sehr klein (s. Abbildung 3.1). In der englischen Fachliteratur wird dies als „grain curling“ bezeichnet, was soviel wie Kornkringelung heißt. Dies ist eine Besonderheit beim Ziehen von Fasern aus Metallen mit bcc-Struktur [58, 59].

Um die Fasern im Komposit verwenden zu können muss zunächst das Interface aufgetragen werden. In dieser Arbeit wird als Interfacematerial ausschließlich Erbiumoxid (Er_2O_3) verwendet. Die Beschichtung geschieht mittels eines reaktiven Magnetronsputterverfahrens (engl. to sputter, zerstäuben). Ein Vergleich zwischen unbeschichteter und beschichteter Faser ist in Abbildung 3.3 (a) gezeigt. Als Anlage wurde eine Discovery 18 von Denton LLC (Moorestown, NJ, USA) verwendet. Für die Beschichtung wird der Draht als Substrat in der Vakuumkammer positioniert, in der ein Basisdruck von $4 \cdot 10^{-6}$ mbar oder niedriger herrscht. Zusätzlich ist in der Kammer ein Target, in diesem Fall Erbium (99,9%), eingebaut. Des Weiteren werden Argon (30 sccm) und Sauerstoff (8 sccm) eingelassen, was in einem Depositionsdruck von $8,5 \cdot 10^{-3}$ mbar resultiert. Durch ein hochfrequentes Wechsel-

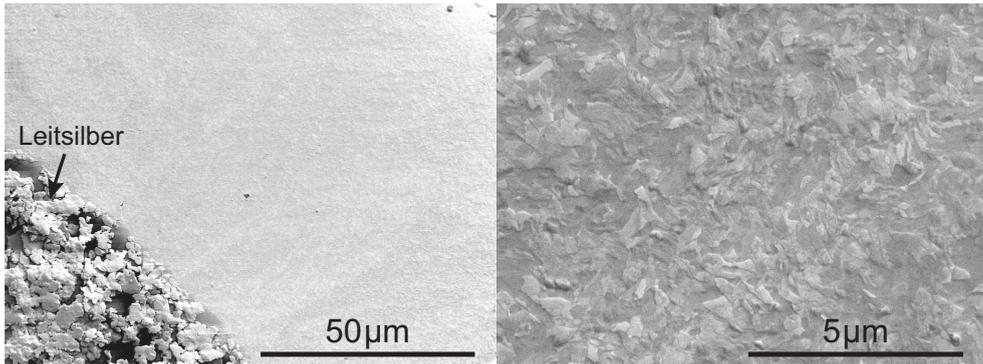


Abbildung 3.1: Der Querschliff einer gezogenen Wolframfaser in radialer Richtung zeigt die feine, gleichmäßige Kornstruktur. Bei höherer Vergrößerung (rechts) ist zusätzlich die Verdrillung der Körner erkennbar.

feld wird das Argon ionisiert. Zusätzlich wird eine Bias-Spannung von 190-230 V zwischen Target (Anode) und Substrat (Kathode) angelegt. Ein Dauermagnet hinter dem Target zwingt die bei der Ionisation des Argons ebenfalls entstandenen freien Elektronen auf eine Kreisbahn, wodurch diese die Ionisierungsrate in direkter Nähe zum Target steigern. Die so erzeugten Argonionen werden durch die Bias-Spannung zum Target beschleunigt und zerstäuben dieses. Dadurch entstehen freie Erbiumatome, die aufgrund des Impulsübertrags der Argonionen gerichtet auf das Substrat fliegen und dort deponiert werden. Der in die Vakuumkammer eingelassene Sauerstoff reagiert dabei mit den Erbiumatomen und wird ebenfalls deponiert, wodurch sich die gewünschte Erbiumoxidschicht bildet.

Die Aufwachsrate beträgt bei diesem Prozess 4,76 nm/min, womit sich für die gewünschten Interfacedicken von 1 µm, 2 µm und 3 µm Beschichtungszeiten von 210 min, 420 min und 630 min ergeben. Vor der Deposition werden die Fasern in der Vakuumkammer mit einem Plasma gereinigt um mögliche Verunreinigungen zu beseitigen. Da das Interface eine möglichst konstante Dicke haben soll, werden die Fasern, nachdem sie von einer Seite beschichtet wurden, gewendet und der Prozess wird wiederholt. Dabei wird jedoch das Vakuum gebrochen und es kann zu Verunreinigungen der Oberfläche kommen. Dem wird jedoch entgegen gewirkt, indem vor dem Sputterprozess wiederum ein Reinigungsschritt mittels eines Plasmas durchgeführt wird.

3.1.1 Matrixherstellung

Im folgenden werden zwei Varianten der Matrixherstellung genauer betrachtet. Zum einen das heißstatische Pressen (HIP) als ein pulvermetallurgischer Prozess und zum anderen die chemische Gasphasenabscheidung (CVD), welche die bisher etablierte Methode zur Herstellung von Einzelfaserproben von W_f/W ist.

Vorbereitung der Proben für das heißisostatische Pressen

Der erste Schritt der Herstellung einer Probe durch heißisostatisches Pressen besteht in der Erzeugung eines Grünkörpers. Dafür werden zuerst die beschichteten Fasern in die Matrix eingebettet. Hierzu wird Wolframpulver zu Tabletten mit einer Höhe von 4-5 mm und einem Durchmesser von 19 mm uniaxial vorverpresst (s. Abbildung 3.2). Die dabei aufgebrauchte Kraft von entweder 30-33 kN oder 50-55 kN entspricht 106-116 MPa beziehungsweise 176-194 MPa und wird für mindestens 90 s gehalten. Die durchschnittliche Dichte der so hergestellten Wolframtabletten beträgt ca. 51,5 % respektive 58 %. Diese wird über das Gewicht, das für jede Tablette eingebrachten Wolfram-Pulvers (ca. 14,5 g) bestimmt. Zusätzlich wird die via Messschieber gemessene Höhe (h) der fertigen Tabletten, sowie deren bekannter Durchmesser ($d = 19$ mm) benötigt und nach $\rho_{\text{Tablette}} = m_{\text{Pulver}} / (\pi/4 \cdot d_{\text{Tablette}}^2 \cdot h_{\text{Tablette}})$ die Dichte berechnet. Weitere Details und die genauen Dichtedaten der jeweiligen Tabletten der einzelnen Proben sind im Anhang in Tabelle 6.1 gezeigt.

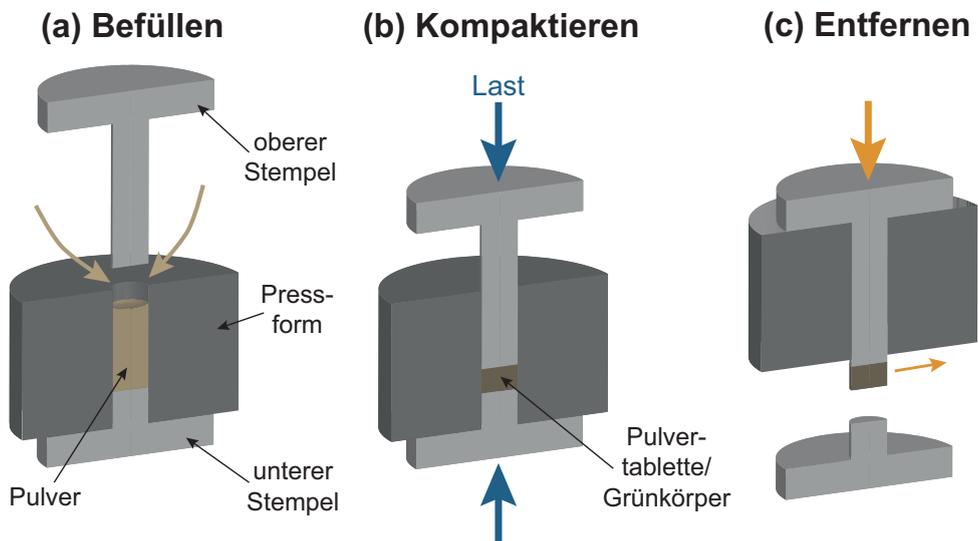


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der W-Tablettenherstellung.

Vor der Befüllung müssen die HIP-Kapseln zunächst hergestellt werden. Als Kapselmaterial wurde Tantal gewählt, da dies mit Wolfram keine Mischphasen bildet [60]. Aus einem Tantalrohr (Innendurchmesser 19 mm, Außendurchmesser 20 mm) werden Segmente von 22 mm Länge geschnitten. Des Weiteren werden Deckel aus 0,5 mm dickem Tantalblech drahterodiert und mit einem Spezialwerkzeug in die gewünschte Form gezogen, wonach sie einen Außendurchmesser von 19 mm und eine Höhe von 2 mm haben. Die so hergestellten Teile der Kapsel werden in einem Ultraschallbad in Aceton gereinigt. Danach wird ein Deckel in ein Rohrsegment mittels eines Elektronenstrahls im Vakuum eingeschweißt.

3 Probenherstellung und Charakterisierung

In diese Kapselrohlinge wird als nächstes eine Tablette eingeführt und darauf mittig eine Faser gelegt. Danach wird eine weitere Tablette in der Kapsel deponiert, worauf ein bis zwei Fasern mittig, zueinander parallel und parallel zur Faser in der vorigen Schicht gelegt werden. Als vorletzter Schritt wird eine dritte Tablette mit wiederum einer mittig positionierten Faser, die parallel zu den Fasern der vorigen Schichten liegt, gesetzt. Abschließend wird eine vierte Tablette in die Kapsel gebracht.

Als letzter Schritt, bevor die Kapsel geHIPt werden kann, muss diese mit dem obere Deckel, erneut mittels Elektronenstrahlschweißen, verschlossen werden. Da das Schweißen im Vakuum bei mindestens 10^{-4} mbar stattfindet, herrscht in der Kapsel ebenfalls ein Vakuum. Dies ist wichtig für die Verdichtung während des heißisostatischen Pressens, da nur so eine komplette Verdichtung gewährleistet werden kann. Der Prozess der Kapselzubereitung ist in Abbildung 3.3 (b) bis (d) illustriert.

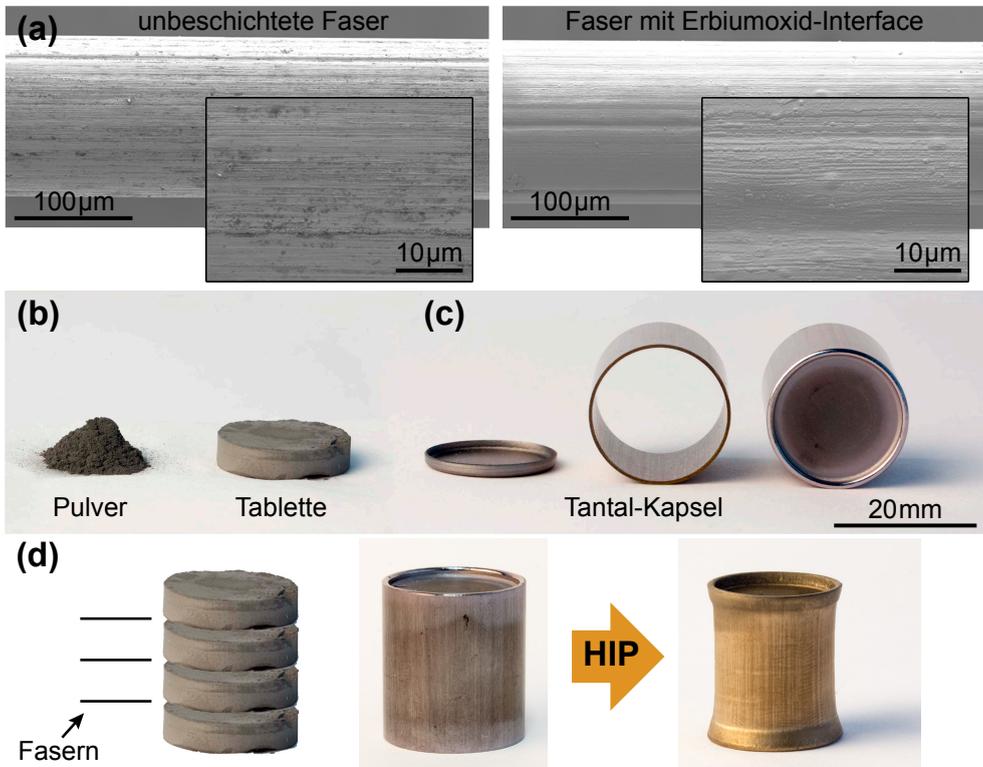


Abbildung 3.3: Herstellung einer HIP-Kapsel mit Einzelfaser W_f/W -Proben [61].

Heißisostatisches Pressen (HIP)

Das heißisostatische Pressen oder HIPen ist eine etablierte Methode um Wolframhalbzeuge herzustellen. Dazu wird bei hohen Temperaturen unter hohem Druck ein vorgesinterter

oder eingekapselter Grünkörper verdichtet. Der Druckaufbau erfolgt dabei mittels eines Arbeitsgases wie Argon oder Stickstoff, zudem können je nach gewünschter Endtemperatur verschiedene Heißelemente zum Einsatz kommen. Im Detail unterscheiden sich verschiedene HIP-Anlagen hauptsächlich in ihrer Größe, im erreichbaren maximalen Druck, der maximalen Temperatur und der maximal möglichen Heiz- und Abkühlrate. Eine theoretische Betrachtung des Einflusses der HIP-Parameter auf die erreichbare Dichte ist in Kapitel 2.1.1 gegeben.

Die für die Proben dieser Arbeit benutzte Presse ist von der Firma EPSI (Temse, Belgien), arbeitet mit Stickstoff als Arbeitsgas, hat einen nutzbaren Probenraumdurchmesser von 120 mm und eine nutzbare Höhe von 350 mm. Für die Herstellung der Proben wurde auf Graphitheizelemente zurückgegriffen, womit die gewünschten Temperaturen von bis zu 1900 °C erreicht werden können. Der Druck lag bei allen Proben bei 200 MPa oder 250 MPa, dabei wurde stets eine Haltezeit von vier Stunden gewählt. Details zu den genauen HIP-Parametern der verschiedenen Proben sind im Anhang in Tabelle 6.1 zu finden.

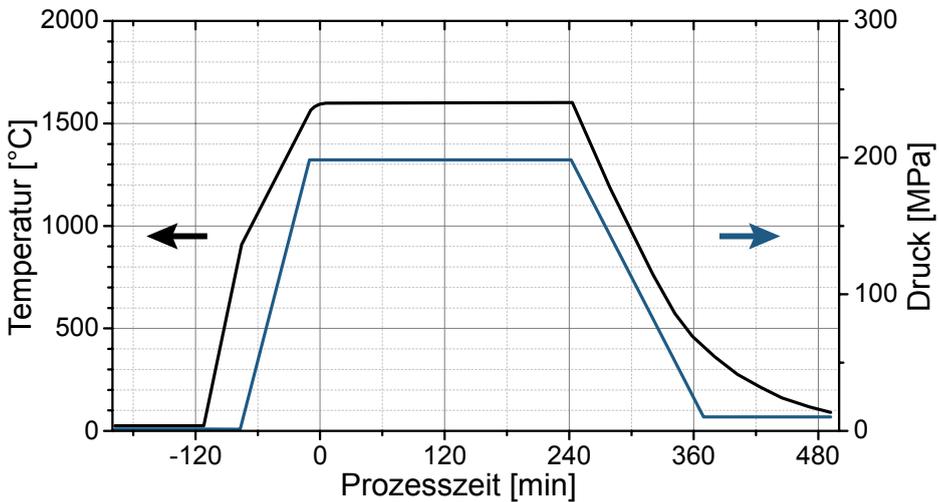


Abbildung 3.4: Ein exemplarisches Temperatur-Zeit-Diagramm eines HIP-Zyklus mit einer Prozesstemperatur von 1600 °C und einem Prozessdruck von 200 MPa bei einer Prozesszeit von 4 Stunden.

Ein exemplarisches Temperatur-Zeit-Diagramm eines HIP-Durchlaufs ist in Abbildung 3.4 gezeigt. Es ist zu erkennen, dass zunächst mit einer Heizrate von 24 K/min 900 °C erreicht werden, bevor der Druckaufbau mit 3 MPa/min beginnt. Nach diesem Punkt richtet sich die Heizrate nach der jeweiligen Endtemperatur, da die Rate des Druckaufbaus limitiert. Sind der Enddruck und die Endtemperatur erreicht, werden diese für vier Stunden gehalten. Hiernach folgt ein Druckabbau von 1,5 MPa/min bis der Umgebungsdruck erreicht wird inklusive eine Abkühlphase mit 11 K/min bis 700 °C, wonach die HIP ungeregelt auf

Raumtemperatur abkühlt. Die hier genannten Raten sind nur exemplarisch und können bei anderen Zyklen anders gewählt sein. Eine Konstante ist jedoch die Temperatur von 900 °C, bei der der Druckaufbau beginnt, da Tantal ab dieser Temperatur duktil genug ist um durch die druckbedingte Verformung nicht zu reißen.

Chemische Gasphasenabscheidung (CVD)

Die Wolfram-Matrix kann auch über die chemische Gasphasenabscheidung (ebgl. chemical vapor deposition, CVD) hergestellt werden. Dazu werden die beschichteten Wolframfasern in einem evakuierten Reaktorgefäß auf 300 °C bis 800 °C erhitzt und in den Reaktor werden Wolframhexafluorid (WF_6) und Wasserstoff (H_2) als Reduktionsmittel eingelassen. Typische Arbeitsdrücke betragen dabei 1 bis 1000 mbar. An der heißen Oberfläche der Fasern reagieren die Gase zu Wolfram und Fluorwasserstoff (HF) (s. Gleichung 3.1). Da Fluorwasserstoff sehr giftig und ätzend ist wird diese nachfolgend in einen Nasswäscher geleitet und mit Natriumhydroxid neutralisiert.



Die Aufwachsrate des CVD-Prozesses sind recht gering und erlauben damit nicht die schnelle Herstellung großer Komponenten, wie dies bei pulvermetallurgischen Prozessen möglich ist. Jedoch ermöglicht diese Herstellungsmethode die Abscheidung sehr reiner Wolframs. Des Weiteren sind die Prozesstemperaturen gering, womit sowohl in der Faser als auch in der Matrix keine Gefügeänderungen entstehen können. Außerdem wird davon ausgegangen, dass, aufgrund des kräftefreien Aufwachsens, die Eigenspannungen der Wolframschicht sehr klein bis nicht vorhanden sind.

Die für diese Arbeit benutzten CVD-Proben wurden bei der Firma Archer Technicoat Ltd., High Wycombe (GB) hergestellt. Die Prozesstemperatur betrug 550 °C und der Durchmesser der erzeugten Proben lag bei ca. 2 mm. Weitere Details zum CVD-Prozess und zur Herstellung von W_f/W mittels CVD sind in [62] und [15] dokumentiert.

3.2 Push-Out-Test

Beim Push-Out-Test wird mit Hilfe eines Stempels oder Indenters die Faser aus einer entsprechend präparierten Einzelfaser-Kompositprobe gedrückt. Der Test wurde entwickelt um bei kleinen Probengeometrien einen schnellen Zugang zu den mechanischen Eigenschaften der Faser-Matrix-Grenzfläche oder des Interface zu bekommen. Dabei ist besonders die Scherfestigkeit der Grenzfläche ein wichtiger Parameter um auf die Eigenschaften des gesamten Komposits zu schließen. Eine theoretische Betrachtung des Push-Out Tests ist in Kapitel 2.4 gegeben.

Im folgenden werden die verschiedenen Aspekte, von der Probenpräparation, über die

verwendeten Geräte und der Durchführung bis zur Auswertung, des Push-Out-Tests beschrieben.

3.2.1 Probenpräparation

Damit gültige Push-Out-Tests durchgeführt werden können, müssen die Proben entsprechend vorbereitet werden. Dabei ist besonders zu beachten, dass sich die Faser senkrecht zur Probenoberfläche befindet um nicht normal wirkende Komponenten der auf die Faser wirkenden Kraft zu verhindern.

Zuvor müssen die zu testenden Materialien in die passende Testgeometrie gebracht werden. Bei Proben, die mittels HIP hergestellt wurden, ist diese Prozedur recht aufwendig. Zuerst muss dazu die Kapsel möglichst senkrecht zu den Faserebenen aufgeschnitten werden. Um kein Material zu verschwenden, sollten diese Schnitte an den Enden der Fasern gesetzt werden. In der Praxis wird dazu beim Befüllen der Kapseln die Lage der Faserebenen markiert und nach dem HIPen ein ca. 8 mm breiter Block mittig aus der Kapsel geschnitten (s. Abbildung 3.5 (a)). Der nächste Schritt besteht darin, die Schnittflächen zu schleifen und zu polieren, bis die Fasern erkennbar sind. Wenn dies auf beiden Seiten durchgeführt wird, kann die Lage der jeweiligen Faser eindeutig bestimmt werden. Ist dies geschehen, müssen die einzelnen Faserlagen voneinander getrennt werden und der Block wird abermals zersägt (s. Abbildung 3.5 (b)). Die so gewonnen Quader enthalten jeweils eine Faser und ermöglichen es genau senkrecht zu dieser kleine Scheiben der gewünschten Dicke von 300 μm bis 600 μm zu schneiden (s. Abbildung 3.5 (c)). Die so entstehenden Plättchen haben eine Größe von 2-3 x 2-1 mm^2 .

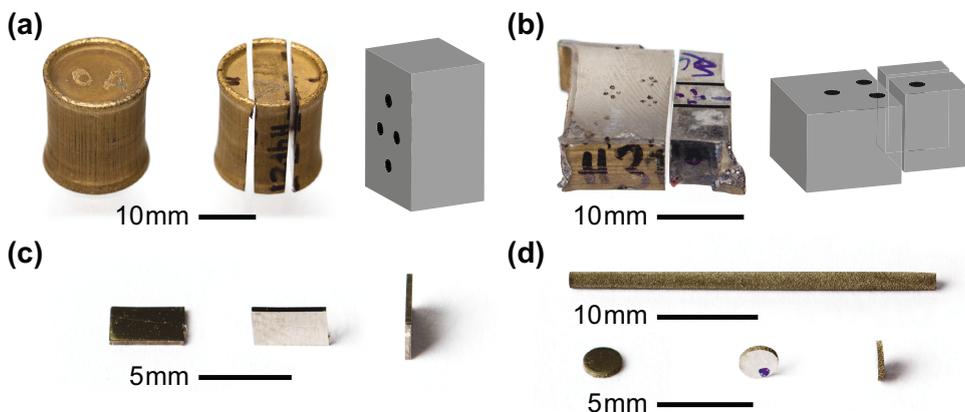


Abbildung 3.5: Die verschiedenen Schritte der Push-Out-Test-Probenpräparation für HIP- und CVD-Proben.

Bei Proben, welche mittels chemischer Gasphasenabscheidung (CVD) hergestellt wurden, ist diese Prozedur einfacher, da die mit Interface versehenen Fasern von allen Seiten

3 Probenherstellung und Charakterisierung

gleichmäßig mit Wolfram beschichtet werden. Dadurch entsteht bei Einzelfaserproben ein kleiner Stab, der senkrecht zur Oberfläche in Scheiben zerschnitten werden kann, wodurch die gewünschte Ausrichtung der Faser zur Probenoberfläche bereits gewährleistet ist (s. Abbildung 3.5 (d)). Der Durchmesser der so hergestellten Scheiben beträgt 1 bis 2 mm. Für diese Präparationsschritte kam zum einen eine IsoMet - Low Speed Saw von Buehler Ltd. (ITW Test & Measurement GmbH, Esslingen) mit einem Schneidblatt aus bronzegebundenem Diamant zum Einsatz um die Faserlagen voneinander zu trennen. Zum anderen wurde eine GS-1000 Drahtsäge der Firma Sommer Präzisionstechnik (Usingen) mit einem mit 30 μm Diamanten besetzten Stahldraht (Durchmesser 220 μm) benutzt, welche sehr kleine, präzise Schnitte ermöglicht um die Scheiben der CVD- und HIP-Proben zu schneiden. In der genannten Reihenfolge nimmt die Schnittbreite der Maschinen ab, wobei sich die Präzision erhöht, jedoch auch die Geschwindigkeit des Schneidens verringert. Dies ist zugleich der Hauptgrund, warum mehrere Sägen benutzt wurden, damit die Probenpräparation in einer vertretbaren Zeit durchgeführt werden kann.

Der nächste Schritt besteht darin die geschnittenen Scheiben beidseitig zu polieren. Dies verhindert eine Verzahnung an der Oberfläche zwischen Faser, Interface und Matrix, welche sonst die Testergebnisse beeinflussen könnte. Dafür wurde eine spezielle Polierhilfe angefertigt, die einerseits sicherstellt, dass beim Polieren kein ungewollter Winkel zwischen Faser und Probenoberfläche entsteht. Andererseits ist die Polierhilfe in sechs Bereiche unterteilt, deren Höhe sich jeweils um 50 μm verringert. Somit ist es möglich, in einem Arbeitsschritt Proben zu präparieren, die beispielsweise eine Dicke von 150 μm , 200 μm , usw. bis 400 μm haben. Dies ist wichtig, da für die spätere Auswertung des Push-Out-Tests Gruppen von Proben mit gleicher Dicke vorhanden sein müssen. Die Probenplättchen werden auf die Polierhilfe mit einem Wachs aufgeklebt, dabei muss erneut darauf geachtet werden, dass durch Unebenheiten der Oberflächen, die durch das Schneiden entstehen können, die Probe nicht verkippt und somit ein Winkel zwischen Fasernormalen und geschliffener Oberfläche entsteht. Um dem entgegenzuwirken werden die Proben vor dem Aufkleben mittels Schleifpapier von etwaigen Kanten befreit.

Für das Schleifen und Polieren wurde eine halbautomatische Saphir 550 mit Rubin 520 Kopf der Firma ATM GmbH (Mammelzen) verwendet. Im einzelnen wurde für das Schleifen Siliziumcarbid (SiC) Schleifpapier nach FEPA P Standard mit einer Körnung von 800 und 1200 benutzt. Nachfolgend wurden Diamantsuspensionen der Firma ATM GmbH mit einer Korngröße von 9 μm , 6 μm , 3 μm und 1 μm auf je einem synthetischen Kunstfaser-Poliertuch Struers MC Dac (Struers GmbH, Willich) für das Polieren verwendet. Abschließend wird die Probe zur besseren Sichtbarkeit der Kornstruktur und der Faser mit kaltgesättigter Kaliumhexacyanoferrat-Lösung ($\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$), die mit 0,25 μm Diamanten versetzt wurde, nach ASTM Norm E407, angeätzt und poliert [63]. Dies erleichtert das spätere Positionieren der Probe im Push-Out-Test-Versuchsaufbau erheblich.

Abschließend wird die Dicke der Push-Out-Proben mit einem Laserprofilometer bestimmt.

Ein Vergleich mit gemessenen Höhen von Querschliffen mittels Rasterelektronenmikroskop ergibt eine Abweichung von bis zu $2\ \mu\text{m}$, so dass der Fehler der Dickenbestimmung unabhängig von der Dicke selbst ist und mit $2\ \mu\text{m}$ angenommen wird. Auf diese Weise präparierte und vermessene Proben besitzen planparallele Oberflächen mit einer gut erkennbaren Faser und sind bereit für die Durchführung des Push-Out-Tests. Proben, die mittels Electron Backscatter Diffraction (EBSD) untersucht wurden, haben anstatt der Ätzprozedur eine Endpolitur mit OP-S NonDry (Korngröße $0,04\ \mu\text{m}$ Kolloid-Kieselerde) der ATM GmbH erhalten.

3.2.2 Testaufbau und Durchführung

Der für die Durchführung des Push-Out-Tests nötige Aufbau besteht aus einem Probenhalter, einem Stempel und einer universellen Prüfmaschine (UPM). Als UPM wurde eine Instron 3342 der Firma Instron GmbH (Darmstadt) benutzt, die eine Maximallast von $500\ \text{N}$ aufbringen kann. Ebenso ist die benutzte Lastzelle, auch Kraftmessdose, die die aufgebrachte Last misst, auf $500\ \text{N}$ ausgelegt.

Zuerst jedoch wird die präparierte Probe in einem speziell entworfenen Probenhalter aus Glas (s. Abbildung 3.6 (a)) eingebaut. Dieser hat in seinem Zentrum eine Bohrung mit einem Durchmesser von ca. $320\ \mu\text{m}$ (s. Abbildung 3.6 (b)). Die Positionierung der Probe wird so durchgeführt, dass sich die Faser genau über der Bohrung befindet. Dafür wird die Probe zuerst auf der Vorderseite des Halters grob positioniert und mit einem Blech fixiert. Anschließend wird der Probenhalter umgedreht und die genaue Positionierung mit Hilfe eines Mikroskops durchgeführt. Dabei wird durch die Bohrung blickend die Probenrückseite fokussiert und anschließend mittels eines $50\ \mu\text{m}$ dicken Bleches die Probe so verschoben, dass die Faser mittig in der Bohrung zu sehen ist.

Ist dies geschehen, wird der Probenhalter in die UPM eingebaut, in der zuvor ein Wolframcarbid-Indenter installiert wurde (s. Abbildung 3.6 (c)). Dieser ist ursprünglich ein Mikrobohrer-rohling aus der Halbleiterindustrie, hat an seiner Spitze einen Durchmesser von $120\ \mu\text{m}$ über eine Länge von ca. $300\ \mu\text{m}$ und ist an seiner Vorderseite plan. Die Vorderseite wird im folgenden Schritt mit Hilfe eines Stiftmikroskops über der Faser positioniert. Dies geschieht aus zwei Positionen, die im 90° Winkel zueinander stehen um die genaue Positionierung gewährleisten zu können (s. Abbildung 3.6 (d)).

Die eigentliche Push-Out-Test-Durchführung wurde mittels der Software Bluehill in der Version 3.54.2944 durchgeführt. Zunächst wird der Indenter auf die Faser gefahren bis die Kraftmessdose $1\ \text{N}$ misst und somit die Nullposition bestimmt (s. Abbildung 3.6 (e)). Nachfolgend wird der Indenter, Weg-gesteuert mit $20\ \mu\text{m}/\text{min}$, nach unten bewegt und die dadurch an der Kraftmessdose anliegende Kraft gemessen. Nachdem die Probe die verschiedenen Phasen des Tests durchlaufen hat und entweder der Verfahrensweg die Hälfte der Probendicke erreicht hat oder die gemessene Kraft unter $15\ \text{N}$ fällt, wird der Test be-

3 Probenherstellung und Charakterisierung

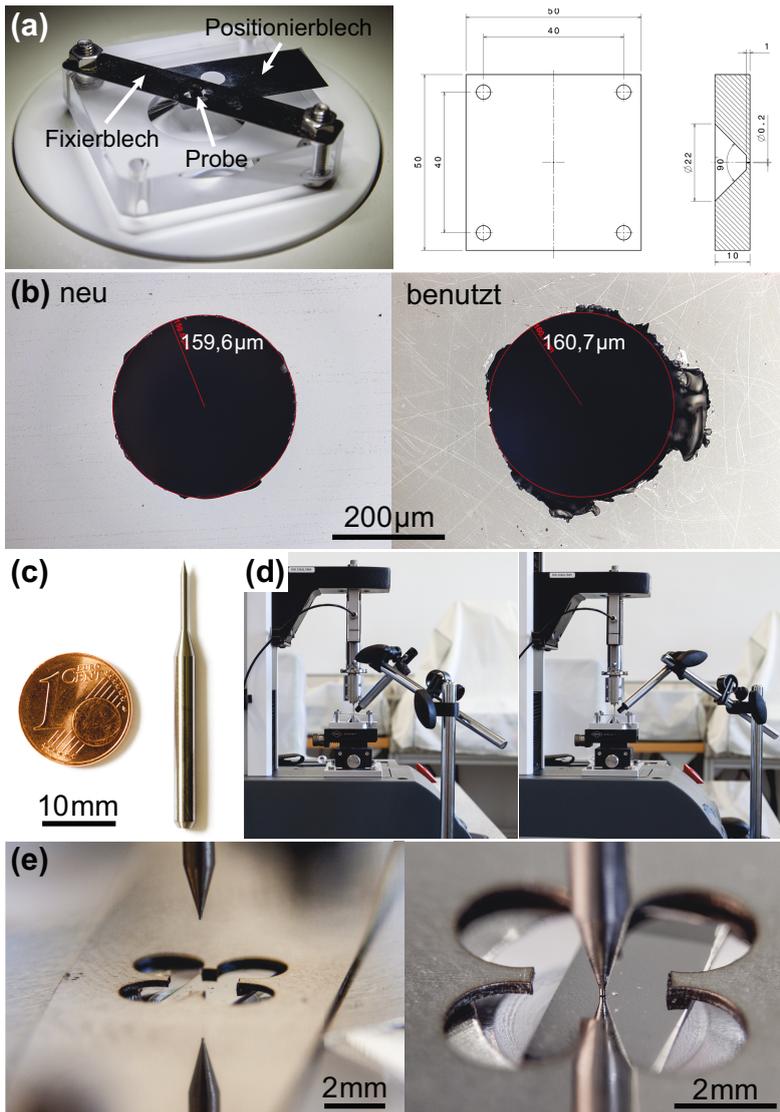


Abbildung 3.6: (a) Glas Push-Out-Probenhalter mit eingebauter Probe, Fixierblech und Positionierblech und die zugehörige technische Zeichnung, (b) Mikroskopaufnahmen der Bohrung von Probenhaltern, (c) Größenvergleich einer 1-Cent-Euromünze und des Wolframcarbid-Indenters, (d) Stellungen des Stabmikroskops zur genauen Positionierung des Indenters über der Faser und (e) Fotos des Annäherungsvorgangs des Indenters auf die Probe.

endet. Letzteres Kriterium kann bei dünnen Proben auch abgewandelt werden um Daten über einen ausreichenden Bereich aufzunehmen.

Durch die unterschiedliche Größe der Proben erfolgt eine unterschiedliche Klemmung durch das Fixierblech, was neben der nicht perfekten Präzision bei der Positionierung

einen nicht näher ermittelbaren Einfluss auf die Messungen hat. Alle Push-Out-Tests wurden jedoch erfolgreich durchgeführt und somit wurde die Faser stets über der Bohrung im Probenhalter und der Indenter auf der Faser platziert. Es ist auch zu beachten, dass der Glasprobenhalter der Abnutzung unterliegt, womit sich der Durchmesser der Bohrung im Laufe der Zeit vergrößern kann (s. Abbildung 3.6 (b)). Dadurch unterscheidet sich der Spannungszustand der verschiedenen Proben, was einen Einfluss auf die Vorgänge innerhalb der Probe haben kann (s. Kapitel 2.4.2). Als Letztes ist auch die Kraftmessung ($\pm 0,1\%$) und die Messung des Verfahrenswegs ($\pm 0,02\%$) der UPM fehlerbehaftet.

3.2.3 Auswertung

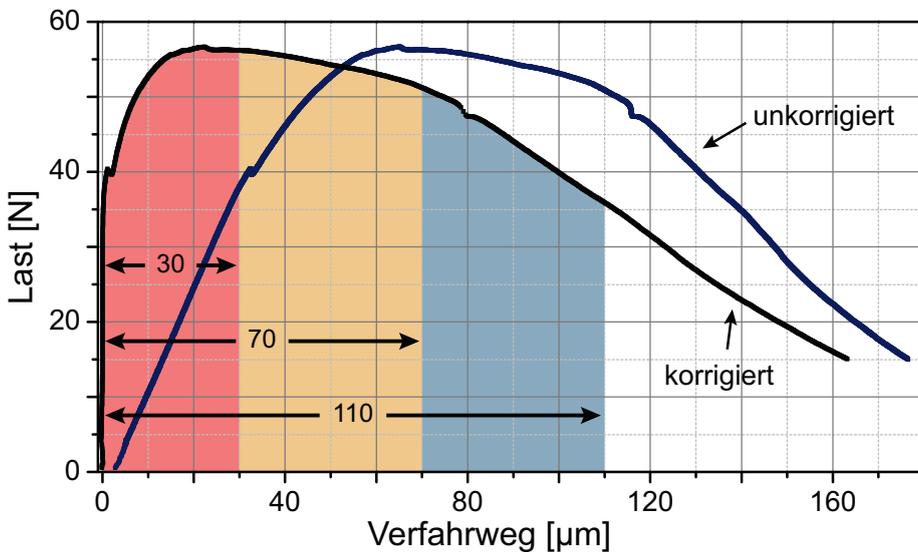


Abbildung 3.7: Originale und korrigierte Daten einer HIP-Probe mit den Integrationsintervallen der Energiebestimmung.

Um die aufgenommenen Last-Weg-Kurven der verschiedenen Push-Out-Tests vergleichbar zu machen, wird der elastische Teil jeder Messung bestimmt und abgezogen. Dafür kam eine eigens programmierte Routine zum Einsatz, die den elastischen Teil der Last-Weg-Kurve linear annähert und dann von den Messdaten subtrahiert. Dabei wird als erstes die Last des ersten Ablösens der Faser, der erste Lastabfall, bestimmt und in einem zweiten Schritt jeweils ein Drittel der Messpunkte linear angepasst. Wird beispielsweise ein Lastabfall nach n Schritten registriert, wird die lineare Regression zuerst für die Datenpunkte 0 bis $n/3$ und als nächstes für die Datenpunkte 1 bis $(n/3)+1$ durchgeführt. Dies geschieht für alle $2n/3$ möglichen Segmente und jenes mit dem höchsten Bestimmtheitsmaß R^2 wird für die Bestimmung des elastischen Anteils verwendet.

So aufbereitete Daten lassen durch Integration die Berechnung der während des Test umgewandelten plastischen und Reibungsenergie zu. Dabei ist jedoch zu beachten, dass durch starke Lastabfälle, wie sie bei Proben mit geringer Reibung beim kompletten Ablösen der Faser auftreten, zu größeren Fehlern führen können. Dies wird durch die schnelle, unkontrollierte Verschiebung der Faser durch die gespeicherte elastische Energie des Messaufbaus nach dem kompletten Ablösen der Faser verursacht. Dadurch ist der genaue, inelastische Verlauf der korrigierten Last-Weg-Kurve nicht mehr zu bestimmen und die berechnete Energie stellt somit nur eine obere Schranke der möglichen Werte dar. Zum Zweck der Vergleichbarkeit von Proben verschiedener Herstellungsarten und unterschiedlicher Dicke wird dabei von 0 bis 30 μm integriert und, falls möglich, auch von 0 bis 70 μm und 0 bis 110 μm (s. Abbildung 3.7).

3.3 Probenanalyse

3.3.1 Dichtebestimmung

Zur Ermittlung der Dichte eines Körpers ρ_p kann das archimedische Prinzip benutzt werden, welches besagt, dass der statische Auftrieb eines Körpers G_p in einem Medium genauso groß ist wie die Gewichtskraft des vom Körper verdrängten Mediums m_{fl} . Dabei ist das Volumen des verdrängten Mediums V_{fl} identisch mit dem Volumen des zu messenden Körpers V_p . Somit lässt sich die Dichte eines Körpers messen, indem seine Masse m_p , seine Auftrieb und die Dichte des verdrängten Mediums ρ_{fl} bekannt ist.

$$V_{fl} = \frac{m_{fl}}{\rho_{fl}} = \frac{G_p}{\rho_{fl}} \quad (3.2)$$

$$\rho_p = \frac{m_p}{V_p} = \frac{m_p}{V_{fl}} = \frac{m_p \cdot \rho_{fl}}{G_p} \quad (3.3)$$

Die Dichtebestimmung wurde mit Hilfe einer Sartorius Cubis MSA225S Präzisionswaage (Sartorius AG, Göttingen) mit einer Genauigkeit von 0,01 mg und dem passenden Dichtemesskit YDK01, ebenfalls von Sartorius, durchgeführt. Hierfür wird zuerst die Waage mit eingesetzten Dichtemesskit tariert und danach das Gewicht der Probe bestimmt (s. Abbildung 3.8 (b) Position I). Nachfolgend wird der ermittelte Wert notiert, die Waage erneut tariert und die Probe in den unteren Korb (Position II) gelegt. Dieser ist in eine Flüssigkeit getaucht, damit der Auftrieb der Probe in dieser bestimmt werden kann. Der gemessene Auftrieb wird ebenfalls notiert und zusätzlich die Temperatur der Flüssigkeit mit einem kalibrierten Thermoelement Typ K, mit einem Fehler von $\pm 0,5^\circ\text{C}$, ermittelt. Als Testflüssigkeit wird hochreines, technisches Ethanol (99,5% rein) eingesetzt, da der Fehler bei Verwendung von destilliertem Wasser sehr groß sein kann. Dies ist mit der hohen Oberflächenspannung des Wassers zu erklären, wodurch Poren der Probe nicht gefüllt werden können und Luftbläschen an diesen anhaften und somit das Messergeb-

nis verfälschen. Der Gebrauch von Ethanol hat aber den Nachteil, dass sich dieses durch Verdunstung kühlt und seine stark hygroskopische Eigenschaft dazu führt, dass sich seine Zusammensetzung und damit seine Dichte verändern kann. Dem wird dadurch Rechnung getragen, dass der Auftrieb und die Temperatur des Ethanols erst gemessen werden, nachdem sich ein konstanter Temperaturwert eingestellt hat, frühestens jedoch nach 3 Minuten. Zudem wird nach spätestens 60 Minuten das Ethanol gewechselt.

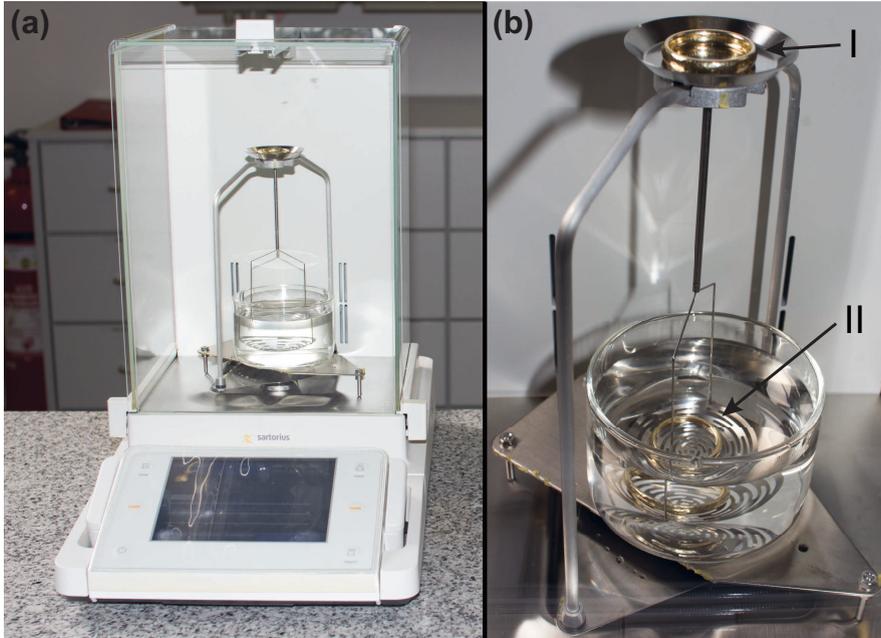


Abbildung 3.8: (a) Aufbau für die Dichtebestimmung (b) Dichtemesskit im Detail: Rahmen als Verbindung zwischen Tauchkorb und Messaufnehmer mit Ethanol gefülltem Becherglas, Messposition für Messung der Gewichts- (I) und der Auftriebskraft (II).

Die Dichte von Ethanol lässt sich mit Hilfe der DIPPR-Gleichung 105 (s. Gleichung 3.4) bestimmen. Diese wurde vom DIPPR-801 Projekt (Design Institute for Physical Properties) aufgestellt, welches Teil der AIChE (American Institute of Chemical Engineers) ist und sich zum Ziel gesetzt hat, Temperaturabhängigkeiten verschiedener chemischer Stoffeigenschaften zu beschreiben [64].

$$\rho = \frac{a}{b^{1+(1-\frac{T}{c})^d}} \quad (3.4)$$

Die Parameter $a = 99.3974$, $b = 0.310729$, $c = 513.18$ und $d = 0.305143$ wurden für Ethanol aus der Dortmund Data Bank (DDB) entnommen, die von der Carl-von-Ossietzky-Universität in Oldenburg vom Lehrstuhl für Technische Chemie geführt wird um Materialparameter für die Simulation chemischer Prozesse bereitzustellen und von der Dort-

mund Data Bank Software & Separation Technology GmbH (DDBST) vertrieben wird [65, 66, 67].

3.3.2 3-Punkt-Biegeversuch

Der 3-Punkt-Biegeversuch ist eine Standardmethode um die Biegefestigkeit von Materialien zu bestimmen. Getestet werden hauptsächlich spröde Werkstoffe, da sich aufgrund der geringen Duktilität und der damit verbundenen hohen Empfindlichkeit gegenüber Rissen und Kerben mechanische Kennwerte nicht über andere Standardmethoden bestimmen lassen. Der Test ist für unterschiedliche Materialklassen standardisiert worden, so gilt zum Beispiel für die Bestimmung der Biegefestigkeit von keramischen Werkstoffen die ASTM-Norm C1161 [68]. Weiterhin ist es möglich, an gekerbten Proben den kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} im Biegeversuch nach ASTM E399 zu bestimmen (s. Kapitel 2.2.3) [41].

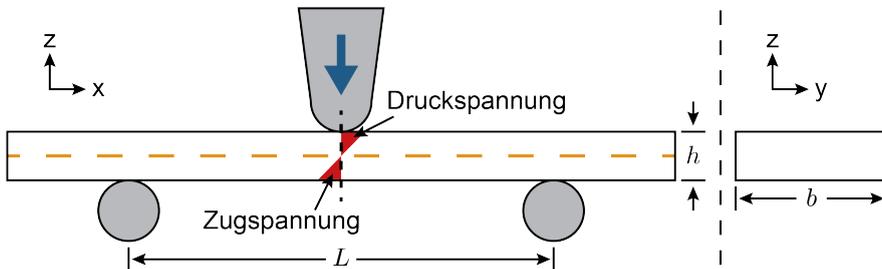


Abbildung 3.9: Schematischer Aufbau eines 3-Punkt Biegetests mit zwei Auflagern im Abstand L und einer mittig zwischen beiden befindlichen Druckfinne, über welche die Last aufgebracht wird. Die gestrichelte, gelbe Linie markiert die neutrale Faser und die roten Dreiecke die in Richtung Probenoberfläche linear zunehmende Spannung, deren Betrag durch den Abstand zwischen der senkrecht verlaufenden, schwarz gestrichelten Linie und der Hypotenuse der Dreiecke gegeben ist.

Der Testaufbau und die Durchführung sind einfach gehalten. Eine längliche Probe mit Breite b und Höhe h wird auf zwei Auflagern mit Abstand L platziert und mittels einer Druckfinne mittig belastet. Bei einer Weg-gesteuerten Testdurchführung werden der Verfahrweg der Druckfinne und die daraus resultierende Last aufgenommen. Durch die so aufgebrachte Last entsteht an der Probenoberseite eine Druck- und an der Unterseite eine Zugspannung. Mittig in der Probe verläuft eine spannungsfreie Linie, die neutrale Faser (s. Abbildung 3.9). Unter den Annahmen, dass die Probe gerade und schlank ist ($L \gg h$), die Verformungen klein sind oder nur elastische Verformung vorliegt und dass die Querschnitte eben bleiben (Bernoullische Annahmen), ergibt sich für die Biegespannung folgenden Ausdruck:

$$\sigma_b = \frac{M_b(x)}{I_y} \cdot z. \quad (3.5)$$

Wobei M_b das Biegemoment, I_y das Flächenträgheitsmoment um die y-Achse und z der Abstand zur neutralen Faser ist. Die Biegespannung wird maximal, wenn das Biegemoment maximal wird, welches am Ort der Kräfteinleitung bei $x = L/2$ stattfindet. Damit ergibt sich $M_{b,max} = F \cdot L/4$. In z-Richtung ist die Biegespannung an dem Punkt, der am weitesten von der neutralen Faser entfernt ist ($z = h/2$), maximal. I_y ist eine rein geometrische Größe und beträgt für eine Probe mit rechteckigem Querschnitt, der Breite b , $I_y = h^3b/12$ [69]. Somit ergibt sich für die maximale Biegespannung:

$$\sigma_{b,max} = \frac{3F \cdot L}{2bh^2}. \quad (3.6)$$

Somit lässt sich für einen 3-Punkt-Biegeversuch über die Last bei Bruch der Probe F die zugehörige Spannung errechnen, welche gleichzeitig die Biegefestigkeit $\sigma_{b,max}$ ist.

Die 3-Punkt-Biegeversuche wurden an der Universalprüfmaschine Instron 3342 der Firma Instron GmbH (Darmstadt) mit einer 500 N Lastzelle durchgeführt. Zudem kam eine 3-Punkt-Biegevorrichtung 2810-400, ebenfalls von der Instron GmbH, mit einem Rollendurchmesser der Auflager von 2 mm und einem Rollendurchmesser der Druckfinne von 5 mm zum Einsatz. Der Auflagerabstand L betrug dabei 10 mm und die Verfahrensgeschwindigkeit der Druckfinne 1 mm/min.

3.3.3 Rasterelektronenmikroskop - REM

Ein **R**aster**E**lektronen**M**ikroskop (REM) besteht in der Regel aus einer Elektronenquelle, einem magnetischen Linsensystem und einer Probenkammer, an der verschiedene Detektoren angebracht sind. Die zur Bilderzeugung notwendigen Elektronen werden von einer Wolframglühkathode oder einer Feldemissionskathode (englisch: **F**ield**e**mission **G**un, FEG) erzeugt und durch eine Hochspannung zu einer Anode hin beschleunigt. Typische Beschleunigungsspannungen liegen im Bereich von 1-30 kV. Der so erzeugte Elektronenstrahl wird durch eine Optik aus Magnetlinsen auf die Probe fokussiert und über diese gerastert.

Dabei wechselwirken die auftreffenden Elektronen mit der Probe und erzeugen dabei jeweils Kollisionskaskaden, die als sogenannte Anregungskeule zusammengefasst werden. In diesen Kaskaden werden verschiedene Prozesse ausgelöst, die zur Untersuchung der Probe genutzt werden. Um die Topographie der Probe mit hoher Ortsauflösung zu erhalten, werden **S**ekundär-**E**lektronen (SE) benutzt. Diese entstehen, wenn die hochenergetischen Primärelektronen inelastisch an der Probenoberfläche streuen. Dabei werden gebundene Elektronen von oberflächennahen Atomen aus der äußeren Atomhülle geschossen. Die so entstandenen SE haben eine Energie von einigen eV. Des Weiteren kann durch die SE die höchste laterale Auflösung erreicht werden, da der Primärstrahl auf die Oberfläche fokussiert ist und dort bei modernen Geräten einen Durchmesser im Sub-Nanometern Bereich

3 Probenherstellung und Charakterisierung

hat.

Zusätzlich können die Primärelektronen auch elastisch gestreut werden und als Rückstreu-Elektronen (englisch: **B**ack **S**catterd **E**lectrons, BSE) detektiert werden. Dies passiert im Gegensatz zu den SE auch tiefer in der Probe, weswegen die BSE eine geringere Ortsauflösung besitzen. Durch den Streuprozess verlieren die Elektronen weniger Energie, sodass BSE immer noch hohe Energien im Bereich von einigen keV besitzen können. Der Wirkungsquerschnitt zwischen Primärelektronen und Probe ist dabei umso größer, je höher die Ordnungszahl der rückstreuenden Atome ist. So ist es möglich, die BSE zu nutzen um den Massenkontrast einer Probe abzubilden. Durch die hohen Energien der BSE ist es auch ihnen möglich, SE auszulösen. Um diese von den zuvor beschriebenen zu unterscheiden heißen diese Sekundärelektronen Zweiter Art. Andere Informationen werden zum Beispiel durch Auger-Elektronen oder Röntgenquanten detektierbar.

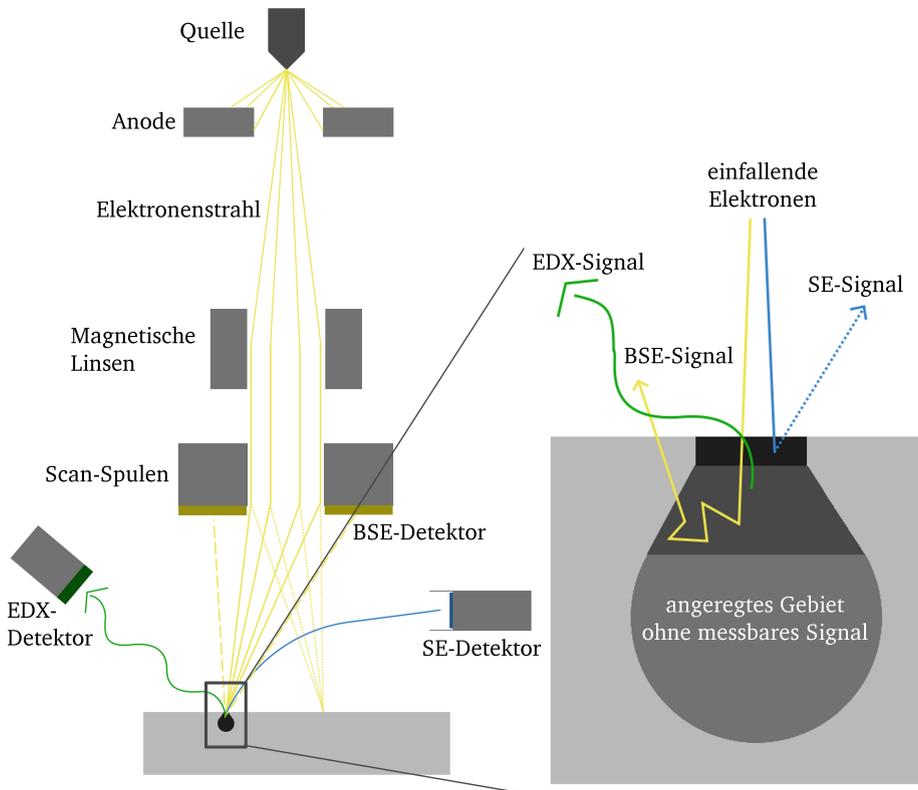


Abbildung 3.10: Prinzipieller Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops und der benutzbaren Signale der Probe.

Energiedispersive Röntgenstrahl-Analyse - EDX

Die energiedispersive Röntgenstrahl-Analyse (englisch: **E**nergy **D**ispersive **X**-Ray Analysis, EDX) gibt Aufschluss über die in der Probe enthaltenen Elemente und kann durch eine geeignete Eichung zudem die absolute Zusammensetzung der Probe wiedergeben. Die hierfür genutzte Röntgenstrahlung entsteht, wenn ein Primärelektron des Elektronenstrahls ein gebundenes Elektron eines inneren Energieniveaus stößt und ein Elektron eines der äußeren Energieniveaus dieses Loch wieder auffüllt. Die Energie des ausgesandten Röntgenquants entspricht dabei der Differenz der Energieniveaus. Dabei sind jedoch nicht alle Übergänge erlaubt und es gelten bestimmte Auswahlregeln [70]. Da die Energien der verschiedenen Übergänge für jedes Element charakteristisch sind, kann bestimmt werden von welchem Element das Röntgenquant stammt.

EDX-Detektoren gleichen im grundlegenden Aufbau einer Fotodiode. Einfallende Röntgenquanten erzeugen Elektron-Loch-Paare, welche getrennt und detektiert werden können. Moderne Geräte sind sogenannte Siliziumdriftdetektoren, die aus n-dotierten Silizium-Wafern bestehen, welche beidseitig p-dotiert sind. Namensgebend ist dabei, dass die erzeugten Elektronen durch das n-dotierte Volumen zur Anode driften und dort detektiert werden. Vorteil eines solchen Aufbaus ist seine hohe Energieauflösung, geringe Totzeit und der etablierte Herstellungsprozess [71].

Electron Backscatter Diffraction - EBSD

Die Rückstreuungselektronenbeugung (englisch: **E**lectron **B**ack**S**catter **D**iffraction, EBSD) ist eine Analyseverfahren für die Oberfläche von kristallinen oder polykristallinen Materialien, mit der die Orientierung der Körner im REM bestimmt werden kann. Über die ganze Probenoberfläche durchgeführt lässt sich damit auf Korngrenzen schließen und zudem die Textur oder die Korngrößenverteilung einer Probe bestimmen.

Hierzu wird ausgenutzt, dass die Elektronen des Primärstrahls an den verschiedenen Gitterebenen des Kristalls elastisch rückgestreut und dabei gebeugt werden können. Die so rückgestreuten Elektronen interferieren und das dabei entstehende Interferenzmuster lässt direkte Rückschlüsse auf die Kristallorientierung des untersuchten Bereichs zu.

Technisch wird dazu die Probe um 70° zum Primärstrahl verkippt und das Beugungsmuster mit Hilfe eines Phosphorschirms, der sich rechtwinklig zum Primärstrahl befindet, aufgefangen. Eine CCD Kamera wiederum erfasst das so entstandene Bild, das mit entsprechender Software am PC automatisch ausgewertet wird [70].

Focused Ion Beam - FIB

Das Ionenstrahlmikroskop (englisch: **F**ocused **I**on **B**eam, FIB) nutzt anstelle von Elektronen Ionen zum Abbilden von Oberflächen. Der eigentliche Vorteil besteht darin, dass sich so Objekte nicht nur abbilden, sondern auch beschichten oder abtragen lassen. Es wird

3 Probenherstellung und Charakterisierung

fast ausschließlich mit REMs zu sogenannten Dualbeam-Geräten kombiniert. In diesen schließen der Elektronen- und Ionenstrahl einen Winkel von 52° ein. Die Probe befindet sich dabei in der Ebene, in der beide Strahlen zusammenfallen, die auch euzentrischen Höhe genannt wird.

Die zum Einsatz kommenden Ionen, meist Gallium, wechselwirken ähnlich den Elektronen im REM mit der Probe durch inelastische Stöße und können so ebenfalls Elektronen auslösen, die zur Abbildung genutzt werden. Jedoch besitzen die Ionen eine höhere Energie als die REM-Elektronen, sodass auch ganze Atome ausgelöst oder redeponiert werden können. Dies wird benutzt um per Software definierte Muster abzutragen. Zusätzlich kann über eine kleine Nadel, lokal stark eingeschränkt, Gas in die Nähe des Ionenstrahls geführt werden. Dadurch werden die nicht flüchtigen Bestandteile des Gases abgespalten, auf der Probenfläche adsorbiert und somit deponiert. Diese Funktion wird beispielsweise genutzt um vor der Präparation von Querschliffen eine Platinschicht aufzutragen, welche die Probe gegen Kontamination beim folgenden Abtragen durch Galliumionen schützt [70].

Verwendete Geräte

Für diese Arbeit wurde zum einen ein DSM 982 Gemini der Firma Zeiss, Oberkochen benutzt. Dieses zeichnet sich durch eine Feldemissionskathode und durch den verbauten In-Lens Detektor für SE aus. Dies ermöglicht hohe laterale Auflösungen im Bereich von einigen nm. Des Weiteren sind auch ein BSE- und ein EDX-Detektor (x-act von Oxford Instruments, Uedem) vorhanden.

Zum anderen ist ein Crossbeam 540 Gemini II zum Einsatz gekommen, welches auch von der Firma Zeiss in Oberkochen stammt. Der Elektronenstrahl wird bei diesem Gerät ebenfalls durch eine FEG emittiert. Neben den Standarddetektoren wie SE-, BSE- und EDX-Detektor (X-Max^N - 80 mm² von Oxford Instruments, Uedem) ist auch ein EBSD-Detektor (NordlysNano von Oxford Instruments, Uedem) verbaut. Zudem ist das Crossbeam ein Dualbeam-Gerät, und somit eine FIB, womit es beispielsweise zum präparieren von Querschnitten geeignet ist.

4 Ergebnisse

Das folgende Kapitel fasst die Ergebnisse der Arbeit in Bezug auf den Ausgangsstoff, die reine Matrix der hergestellten Proben und die der Push-Out-Tests zusammen. Dabei wird in Falle der Matrix auf Eigenschaften wie die erreichte Dichte, die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften eingegangen. Die Resultate der Push-Out-Tests teilen sich in die mikrostrukturelle Entwicklung der getesteten Proben und die Präsentation der gewonnen Last-Weg-Kurven auf. Hierdurch soll ein tieferes Verständnis des Ablösevorgangs und des Einflusses der Mikrostruktur auf die Mechanismen während des Push-Out-Tests gewonnen werden.

4.1 Pulver

Die im Rahmen dieser Arbeit mittels HIP verdichteten Proben wurden aus drei unterschiedlichen Pulvern hergestellt, welche von der Firma Plansee SE (Reutte, Österreich) bereitgestellt wurden. Die Hauptverunreinigungen der Pulver sind Natrium, Aluminium und Sauerstoff. Die Pulver unterscheiden sich jedoch in ihrem Kaliumgehalt, wobei entweder kein Kalium nachgewiesen werden kann (W10A) oder Kalium im unteren, einstelligen Promillebereich vorhanden ist (W10B). Hinzu kommt das dritte Pulver, dessen Kaliumgehalt sich zwischen den der anderen Pulver befindet (W4). Da die Pulver an Atmosphäre gelagert wurden, ist wiederholt der Sauerstoffgehalt gemessen worden und es konnte eine Steigerung von 130 ppm pro Jahr festgestellt werden. Genauere Angaben können aufgrund einer Verschwiegenheitsvereinbarung (NDA) nicht gemacht werden.

Die Mittelwerte der Größenverteilung der Pulverpartikel beträgt $7,67 \pm 10,77 \mu\text{m}$ für W4, $10,88 \pm 8,00 \mu\text{m}$ für W10A und $10,60 \pm 7,78 \mu\text{m}$ für W10B. Die Halbwerte (d_{50}) betragen $3,52 \mu\text{m}$, $8,72 \mu\text{m}$ beziehungsweise $8,78 \mu\text{m}$. Weitere Details stehen ebenfalls unter NDA beeinflussen jedoch nicht die Eigenschaften der fertigen Komposite.

4.2 Matrix

Bei Proben, welche mittels heißisostatischem Pressen (HIP) hergestellt werden, kann die Matrix separat untersucht werden, da ohne großen Mehraufwand entsprechendes Material zur Verfügung steht. So können die Einflüsse der verschiedenen Parameter des Herstellungsprozesses auf die Eigenschaften des Matrixmaterials gesondert untersucht werden.

Einzelfaserproben, deren Matrix über die chemische Gasphasenabscheidung (CVD) erstellt wurde, besitzen aufgrund des gleichmäßigen und kontinuierlichen Wachstums der Matrix eine Dichte von 100%. Aus diesem Grund werden für die mechanischen Eigenschaften Literaturwerte von Wolfram angenommen, sofern diese zur Berechnung nötig sind.

4.2.1 Dichte

Die Dichte der geHIPten Proben hängt von der ursprünglichen Dichte der Grünkörper und den HIP-Parametern, Zeit, Temperatur und Druck, ab. Die Proben wurden bei Temperaturen von 1300 °C bis 1900 °C bei 200 MPa für jeweils 4 Stunden verdichtet, falls nicht anderweitig gekennzeichnet (s. Abbildung 4.1). Zusätzlich wurden weitere Proben bei 250 MPa und 1600 °C für 0,75 h und 4,75 h verdichtet, um den Einfluss der Zeit und des Drucks auf die finale Dichte genauer zu studieren (s. Abbildung 4.2). Details über die genaue Vorgehensweise und die Berechnung der Dichte sind in Kapitel 3.3.1 zu finden.

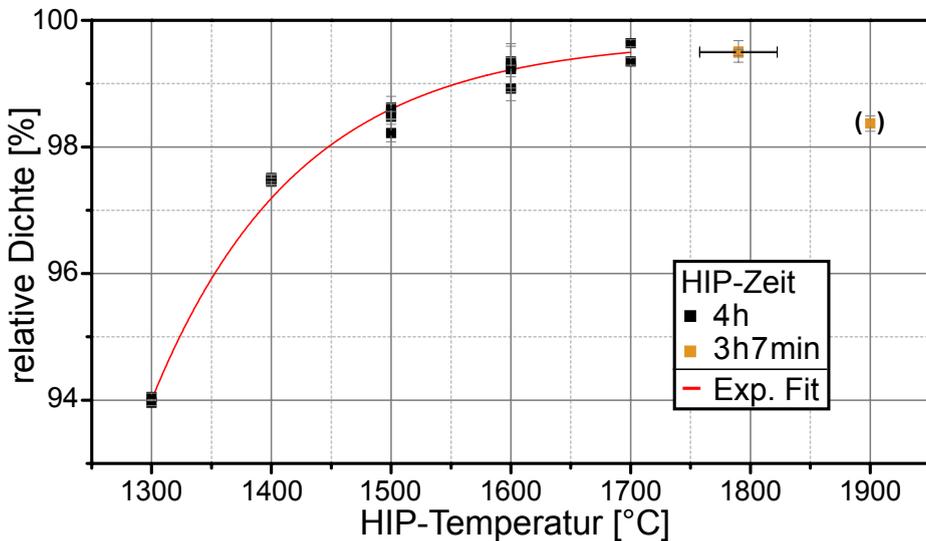


Abbildung 4.1: Einfluss der Temperatur auf die Dichte von HIP-Proben. Kapsel der 1900 °C Probe war leck.

Aufgrund zweier unterschiedlicher Drücke bei der Präparation der Grünkörper gibt es Proben, die mit rund 106-116 MPa und Proben die mit 176-194 MPa gepresst wurden. Dies resultiert in Ausgangsdichten von rund 51,5% beziehungsweise rund 58%. Beim Vergleich verschiedener Proben, die bei den gleichen Bedingungen geHIPt wurden, jedoch eine unterschiedliche Ausgangsdichte hatten, zeigt sich kein signifikanter Unterschied in der Enddichte, womit der Einfluss der Grünkörperdichte im hier vorliegenden Rahmen vernachlässigbar ist. Details zur Herstellung der Grünkörper und der Bestückung der

Kapseln sowie genaue Daten zur Dichte der jeweiligen Tabletten sind im Abschnitt 3.1.1 beziehungsweise im Anhang (s. Seite I) zu finden. Erwähnenswert ist weiterhin, dass die Dichte innerhalb einer Probe variieren kann. So wurde für die Probe H5F21 je ein Stück aus dem Rand und eines aus dem Zentrum der Probe geschnitten um die Dichte zu bestimmen. Dabei weichen die gemessenen Dichten um 0,4% voneinander ab, was größer ist als der Fehler der Einzelmessungen.

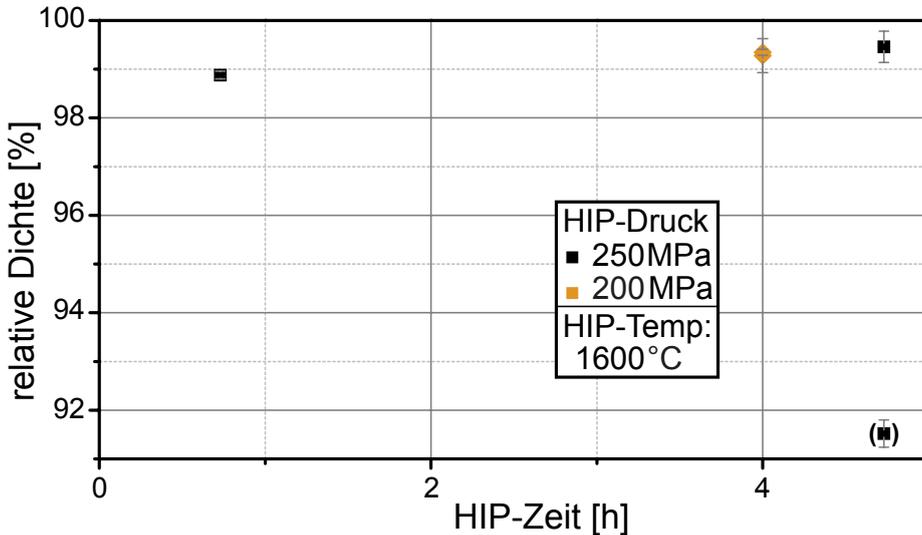


Abbildung 4.2: Einfluss des Drucks auf die relative Dichte von HIP-Proben bei einer festen Temperatur von 1600 °C .

Wie in Abbildung 4.1 anhand der schwarzen Datenpunkte zu sehen ist, weisen Proben bei gleichem Druck (200 MPa) und gleicher Prozesszeit (4 h) eine zunehmende Dichte mit steigender HIP-Temperatur auf. Diese steigt bis zu einem Wert von durchschnittlich 99,5% für Proben, welche bei 1700 °C verdichtet wurden. Orange Datenpunkte stammen von Proben, die eine HIP-Zeit von 3 h 7 min aufweisen. Der abfallende Wert für die Probe, welche bei 1900 °C verdichtet wurde, kann auf das Versagen des Kapselmaterials Tantal zurückgeführt werden. Eine weitere Probe, die im gleichen Zyklus verdichtet werden sollte, wies nach dem HIP-Prozess Risse in der Kapsel entlang von Korngrenzen auf. Der Temperaturfehler der Proben, die bei ca. 1800 °C verdichtet wurden, erklärt sich dadurch, dass die Temperatur während des HIP-Vorgangs stetig von 1760 °C bis 1826 °C, stieg. Der Fehler der restlichen Proben liegt mit maximal 3 °C innerhalb der Datenpunkte.

Anhand der Daten in Abbildung 4.2 ist ersichtlich, dass mit längerer Verweilzeit in der HIP auch die Dichte der Proben steigt. Der Druck hingegen scheint in dem betrachteten Bereich der finalen Verdichtung keinen größeren Einfluss zu haben. Es wird jedoch erwartet, dass sich dies für kürzere Prozesszeiten ändern könnte. Die Kapsel der Probe, die eine Enddichte von 91,5% erreichte, könnte trotz aller Dichtigkeitsprüfungen vor der

Verdichtung, aufgrund des hohen Prozessdrucks, undicht geworden sein, so dass es nicht zur vollständigen Kompaktierung kommen konnte.

4.2.2 3-Punkt-Biegeversuch

Um die Biegefestigkeit des reinen HIP-Wolfram (W) zu bestimmen, wurden aus verschiedenen geHIPten Kapseln W-Stäbe mit den mittleren Maßen von $1 \times 3 \times 12 \text{ mm}^3$ geschnitten. Diese wurden in dem in Kapitel 3.3.2 beschriebenen Messaufbau bei einem Auflegerabstand von 10 mm eingebaut und weggesteuert mit 1 mm/min bis zum Bruch belastet. Die Biegefestigkeit wurde gemäß der Formel 3.6 berechnet.

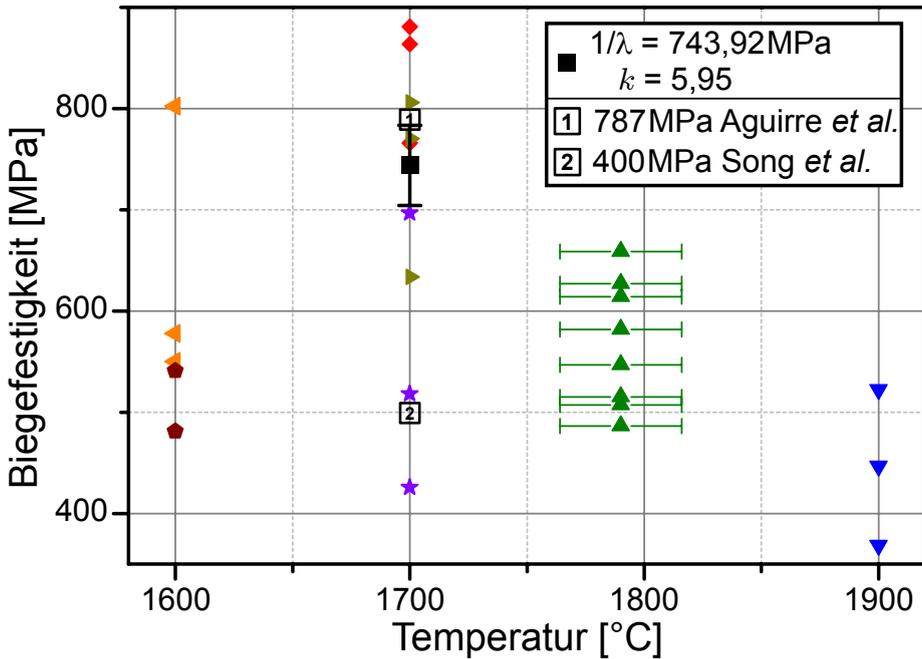


Abbildung 4.3: Biegefestigkeit in Abhängigkeit von den Herstellungstemperaturen reiner HIP-Wolframproben. Gleiche Farben und Symbole korrespondieren zu Proben der selben HIP-Kapsel. Literaturwerte: [72, 73]

Die große Streuung der Biegefestigkeit aller getesteten Proben zeigt, dass diese spröde gebrochen sind. Dies ist auch an den Bruchflächen zu erkennen, die fast ausschließlich Korngrenzenversagen aufweisen und die beispielhaft in Abbildung 2.3 gezeigt sind. Um eine Aussage über die Ausfallwahrscheinlichkeit homogener, spröder Werkstoffe machen zu können, bietet sich eine Anpassung der Daten an die Weibull-Verteilung (s. Gleichung 4.1) an [74]. Die zugehörige Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion (Gleichung 4.2) lässt somit Rückschlüsse auf die Versagenswahrscheinlichkeit einer Probe innerhalb eines Intervalls zu. Der Skalenparameter $1/\lambda$ gibt dabei an, bei welchem Wert 63,2% der Proben versagt

haben. Der Formparameter k , auch Weibull-Modul genannt, gibt hingegen Aufschluss über die Streuung der Ausfallwahrscheinlichkeit und damit auch über die Homogenität des geprüften Werkstoffs. Dabei deuten höhere Werte auf eine höhere Homogenität und damit eine engere Ausfallwahrscheinlichkeit.

$$\text{Verteilungsfunktion:} \quad F(x) = 1 - e^{-(\lambda \cdot x)^k} \quad (4.1)$$

$$\text{Dichtefunktion:} \quad f(x) = \lambda k \cdot (\lambda \cdot x)^{k-1} \cdot e^{-(\lambda \cdot x)^k} \quad (4.2)$$

Für den konkreten Fall der Biegefestigkeit der HIP-Wolframproben lässt sich somit eine Aussage über die Bruchwahrscheinlichkeit in Abhängigkeit der Biegefestigkeit machen. Da nur für die Proben, die bei 1700 °C geHIPt wurden, eine ausreichende Menge an Biegeversuchen durchgeführt werden konnte, wird nur für diesen Fall eine Anpassung der Daten an die Weibull-Verteilung vorgenommen. Die so gewonnen Parameter sind zum einen $1/\lambda = 743,92 \pm 39,65$ MPa und zum anderen der Weibull-Modul mit $k = 5,95 \pm 1,46$. Eine grafische Repräsentation der zugehörigen Verteilungs- und Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion ist in Abbildung 4.4 dargestellt.

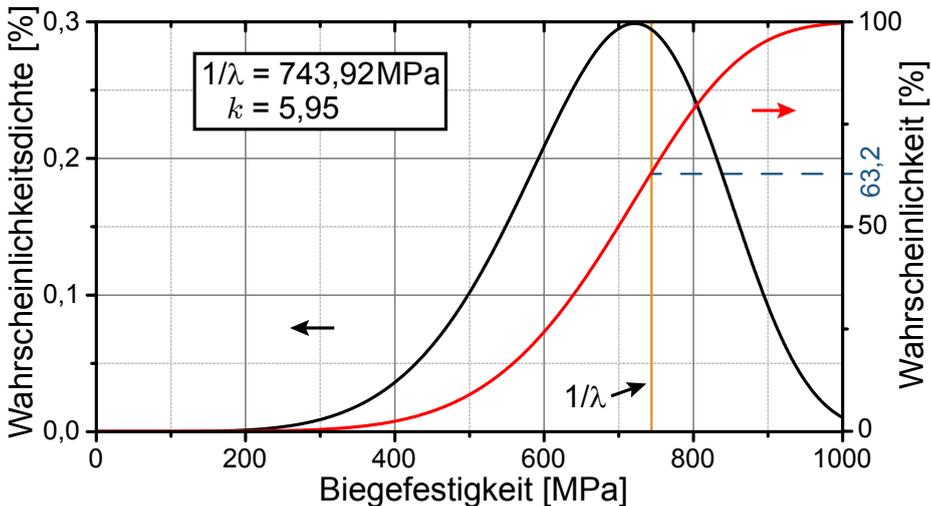


Abbildung 4.4: Die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion (schwarz, Skala links, s. Gleichung 4.2) und Verteilungsfunktion (rot, Skala rechts, s. Gleichung 4.1) in Abhängigkeit der Biegefestigkeit der HIP-W Proben, die bei 1700 °C verdichtet wurden.

Vergleichsweise sind in Abbildung 4.3 Literaturwerte für reines geHIPtes Wolfram eingezeichnet. Jedoch unterscheiden sich die Herstellungsparameter der angegebenen Quellen von denen der hier betrachteten Proben. So wurden die Proben bei Song *et al.*, welche eine Biegefestigkeit von $\sigma = 787$ MPa besitzen, zuerst durch Heißpressen vorverdichtet und dann bei 2000 °C und 20 MPa für eine Stunde geHIPt. Zudem betrug der mittlere Pulverpartikeldurchmesser 3,5 μm . Aguirre *et al.* errechneten für ihre Proben eine Bie-

4 Ergebnisse

gefestigkeit von $\sigma = 400$ MPa. Die Proben wurden dabei in zwei Stufen geHIPt. Zuerst bei 1277°C und 195 MPa bei 2 h und dann bei 1700°C und 195 MPa für $0,5$ h. Der für die Proben dieser Arbeit bestimmte Wert von $743,92$ MPa, liegt somit im Rahmen der Literaturwerte.

4.2.3 Mikrostruktur und Korngröße

Die Kornstruktur der HIP-W Proben ist gekennzeichnet durch unregelmäßig geformte Körner, deren Größe erheblicher Schwankung unterliegt. Beispielhaft ist in Abbildung 4.5 die Kornstruktur der Matrix dargestellt, in der sich eine Vielzahl von Körnern unterschiedlicher Größe zeigen.

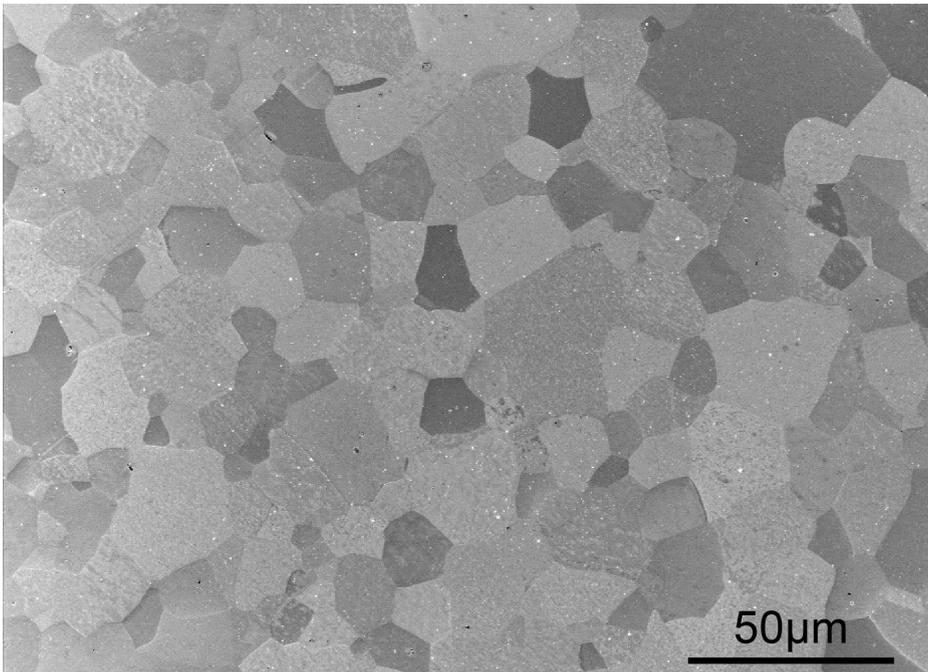


Abbildung 4.5: Darstellung der Kornstruktur der Matrix von HIP-Wolfram am Beispiel der Probe H6F21 (1600°C , 200 MPa, 4 h) (Verteilung s. Abbildung 4.7).

Anhand solcher Schlibfbilder der Matrix mit gut sichtbaren Korngrenzen ist es mittels einer Auswertungssoftware möglich, statistische Daten über die Größe und Form der Körner zu erhalten. Wichtige Werte sind dabei der minimale und maximale Feretsche Durchmesser, D_F^{min} und D_F^{max} , der Körner. Diese beziehen sich auf den minimalen bzw. maximalen Abstand von Tangenten, die an die Kornkontur angelegt werden, und sind allgemein nur für konvexe Körper gültig (s. Abbildung 4.6). Mit Hilfe dieser Messgrößen lässt sich eine Aussage über das Seitenverhältnis ($R = D_F^{max} / D_F^{min}$) der Körner machen, jedoch nicht

über die Korngröße selbst. Diese lässt sich anhand der Fläche der Körner abschätzen, welche ebenfalls aus der Auswertungssoftware bezogen werden kann [75].

Eine Zusammenfassung der auf diese Weise gewonnenen Daten mehrerer Proben ist in Tabelle 4.1 gegeben. Daran ist zu sehen, dass die Korngröße abhängig vom verwendeten Pulver, der Herstellungstemperatur und der Prozesszeit ist. Der Unterschied der Kornflächen der Proben H701 und H702 ist bei einer Messung gering, obwohl beide bei gleichen Bedingungen (1793 °C, 200 MPa, 3,12 h) hergestellt wurden, jedoch aus Pulvern unterschiedlicher Korngröße stammen. Weiterhin ist der Vergleich dieser Proben mit denen, die bei 1600 °C hergestellt wurden, interessant, da erstere trotz der höheren Herstellungstemperatur eine kleinere mittlere Kornfläche aufweisen. Dies könnte auf die geringere HIP-Dauer von 3,12 h im Gegensatz zu 4 h zurückzuführen sein. Der generelle Trend ist jedoch, dass für höhere Temperaturen die Korngröße steigt. Der Zusammenhang zwischen den Herstellungsparametern und der resultierenden Korngröße ist komplex und materialspezifisch. Zudem ist der Zusammenhang von der Probengröße, ihrer Reinheit und dem Verformungsgrad abhängig [76, 77].

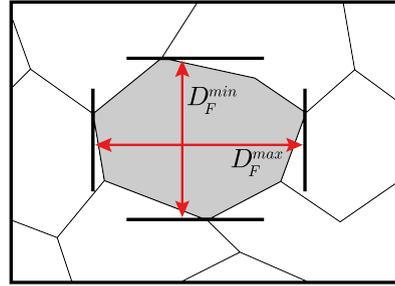


Abbildung 4.6: Schematische Veranschaulichung der Feretschen Durchmesser D_F^{min} und D_F^{max} .

Probe	d_{min} [μm]	d_{max} [μm]	R	Fläche [μm^2]	n	Pulver
H6F01	$7,93 \pm 3,88$	$11,60 \pm 5,52$	$1,53 \pm 0,38$	$77,05 \pm 67,70$	75	W10A
H6F21	$6,96 \pm 4,02$	$10,25 \pm 6,14$	$1,51 \pm 0,31$	$63,50 \pm 73,24$	90	W10B
H701	$4,58 \pm 2,78$	$6,53 \pm 3,55$	$1,51 \pm 0,37$	$27,10 \pm 29,41$	215	W4
	$6,00 \pm 3,96$	$8,45 \pm 4,85$	$1,53 \pm 0,36$	$47,71 \pm 57,18$	119	
H702	$6,32 \pm 3,37$	$9,12 \pm 4,52$	$1,52 \pm 0,36$	$49,88 \pm 47,52$	129	W10A
	$6,03 \pm 3,40$	$8,82 \pm 4,57$	$1,57 \pm 0,40$	$46,52 \pm 45,98$	129	
H902	$10,01 \pm 5,73$	$14,77 \pm 8,04$	$1,54 \pm 0,36$	$125,62 \pm 146,74$	180	W10A
	$12,45 \pm 7,46$	$18,03 \pm 10,26$	$1,49 \pm 0,28$	$194,51 \pm 254,25$	128	

Tabelle 4.1: Mittelwerte des minimalen und des maximalen Feretschen Durchmessers der Körner, D_F^{min} und D_F^{max} , (s. Abbildung 4.6) deren Fläche und Anzahl n für HIP-W Proben.

Das Seitenverhältnis der Körner ist für alle untersuchten Proben ähnlich und beträgt 1:1,5. Weiterhin fällt die große Standardabweichung aller Messwerte auf. Im Besonderen ist dieser für die Fläche interessant, da er auf eine breite Streuung der Größenverteilung schließen lässt, wie sie als Beispiel für die Probe H6F21 in Abbildung 4.7 gezeigt ist.

Um weitere Aussagen und Vorhersagen über die vor allem für die mechanischen Eigen-

4 Ergebnisse

schaften der Matrix wichtige Korngröße, in Abhängigkeit von den verwendeten HIP-Parametern, machen zu können, benötigt es wesentlich mehr Proben und mehr Werte für unterschiedliche HIP-Zeiten.

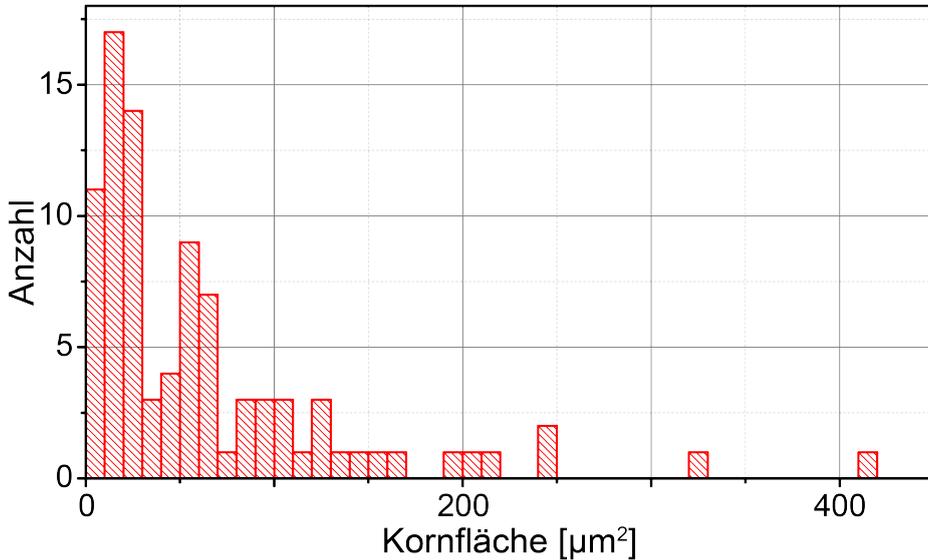


Abbildung 4.7: Histogramm der Kornfläche für die Probe H6F21 mit einer Klassengröße von 10 µm.

Es ist möglich eine dichte Matrix von HIP-Proben ab 1700 °C , 200 MPa bei 4 h Haltezeit herzustellen. Die Grünkörperdichte und der HIP-Druck hat keinen großen Einfluss auf die Enddichte in dem gewählten Parameterbereich. Inhomogenitäten des Grünkörpers können aber zu Inhomogenitäten in der Enddichte der Kapsel führen. Alle getesteten Proben wiesen ein sprödes Bruchverhalten auf, mit Korngrenzenversagen als Hauptversagensmechanismus. Die Mikrostruktur der Matrix ist durch eine breite Streuung der Korngröße gekennzeichnet. Durch eine höhere Temperatur oder längerer Dauer des HIP-Prozesses lässt sich die Korngröße dabei erhöhen.

4.2.4 Elastizitätsmodul- und Härtemessungen

Härte- und Elastizitätsmodul-Messungen mittels Nano-Indentation mit einer Berkovich-Spitze sind sowohl für CVD als auch für HIP-Proben im Rahmen der Bachelorarbeit von Till Schulzendorff durchgeführt worden [78]. Dabei wurde neben der Matrix auch die Faser getestet um Unterschiede in den Materialparametern zu bestimmen. Bei Mikro- und Nano-Indentationstests ist zu beachten, dass durch das Eindringen der Testspitze in die Probe die Versetzungsdichte lokal erhöht wird, wodurch eine Verfestigung stattfindet [79]. Um diesen Effekt zu berücksichtigen wurde vor den Messungen auf einer geeigneten reinen

Wolframprobe eine Testmessung vorgenommen, wobei eine Testlast ermittelt wurde, bei der sich der gemessene Wert für den E-Modul mit dem aus der Literatur deckt. Dadurch wurde die Last, mit der die Probe maximal belastet wird, auf $P = 300 \text{ mN}$ festgelegt. Die Messungen werden in 7 Schritten durchgeführt, bei denen die maximale Last jeweils erhöht wird bis sie das vorgegebene Maximum erreicht (s. Abbildung 4.8). Zwischen den Schritten wird der Indenter teilentlastet um unter anderem tiefenabhängige Werte für den E-Modul und die Härte zu erhalten.

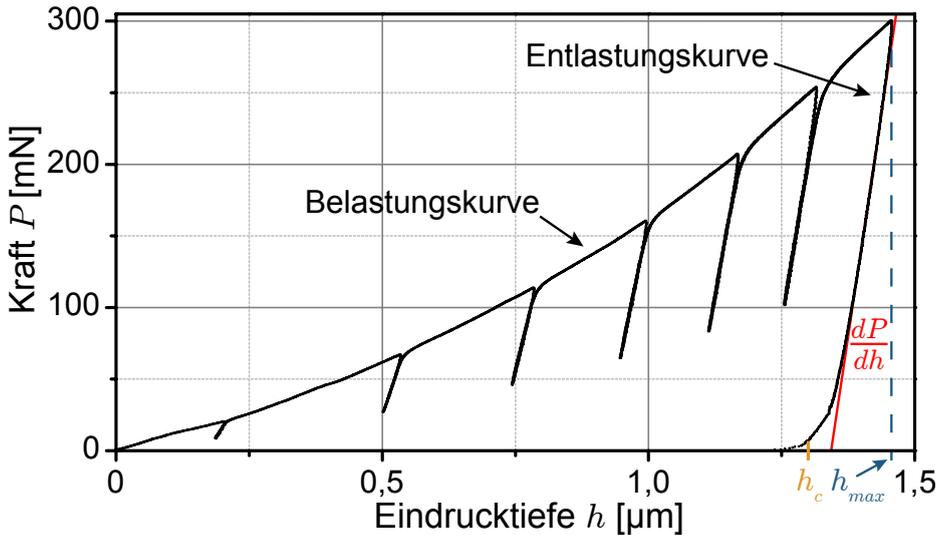


Abbildung 4.8: Kraft-Eindrucktiefe-Messwerte eines Eindrucks der Probe H3F11. Zusätzlich eingezeichnet ist die maximale Eindrucktiefe h_{max} und die rein plastische Eindrucktiefe nach Entlastung h_c .

Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst, wobei für die Fasermessungen über 9 und für die Ergebnisse der Matrix über 68-70 Eindrücke gemittelt wurde. Die Härte und der E-Modul werden dabei nicht direkt, sondern über folgende Formeln bestimmt.

$$E_r = \frac{dP}{dh} \quad (4.3)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \quad (4.4)$$

$$\Rightarrow E = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i}}$$

Wobei E_r der reduzierte E-Modul und E_i der E-Modul des Indenters ist, h ist die Eindrucktiefe, ν das Poisson-Verhältnis der Probe und ν_i das Poisson-Verhältnis des Indenters. Die Gleichung 4.3 bezieht sich darauf, wie E_r bestimmt wird (s. Abbildung 4.8). Gleichung 4.4 zeigt, wie daraus der Elastizitätsmodul der Probe bestimmt wird. Die Härte wird nach

4 Ergebnisse

Gleichung 4.6 berechnet.

$$H_{IT,ideal} = \frac{P_{max}}{A(h_c)} = \frac{P_{max}}{24,5 \cdot h_c^2} \quad (4.5)$$

$$H_{IT} = \frac{P_{max}}{31,713696 \cdot h_c^2 + 19447,839908 \cdot h_c} \quad (4.6)$$

Dabei ist H_{IT} die Härte, P und P_{max} die aufgebrauchte und die maximale Last, A die projizierte Fläche des Indenters und h_c die Eindringtiefe nach Entlastung, die rein plastisch durch die Verformung während des Eindrucks entsteht [79]. Gleichung 4.5 kann jedoch nur für einen idealen Berkovitch-Indenter verwendet werden. Für reale Indenter muss die Flächenfunktion, die projizierte Fläche des Indenters in Abhängigkeit von h_c , bestimmt werden. Dies geschieht durch eine Kalibrierung auf beispielsweise Kieselglas mit genau definierten Eigenschaften. Auf diese Weise wurde für den benutzten Indenter die Fläche $A = 31,713696 \cdot h_c^2 + 19447,839908 \cdot h_c$ (s. Gleichung 4.6) bestimmt. Die Eindringtiefe h_c kann ihrerseits nur aus den Messdaten der Entlastungskurve nach Gleichung 4.7 angenähert werden (s. Abbildung 4.8) [80].

$$P = \alpha \cdot (h(P) - h_c)^m \quad (4.7)$$

Hierbei sind α und m Fitparameter, die für Wolfram $\alpha = 0,141 \text{ mN/nm}^m$ beziehungsweise $m = 1,51$ betragen [80].

Eine direkte Umrechnung des so erhaltenen Härtewertes H_{IT} in die für große Proben geläufigere Vickershärte ist zwar möglich aber ungenau, da zwischen beiden kein direkter Zusammenhang besteht [81].

Probe (ggf. [°C, MPa])	Matrix		Faser	
	H_{IT} [GPa]	E [GPa]	H_{IT} [GPa]	E [GPa]
CVD	$4,418 \pm 0,266$	$391,3 \pm 8,9$	$4,701 \pm 0,130$	$398,7 \pm 3,7$
H3F11 (1300, 200)	$4,045 \pm 0,301$	$362,0 \pm 16,4$	$4,939 \pm 0,186$	$400,8 \pm 6,2$
H6F11 (1600, 200)	$4,202 \pm 0,114$	$396,9 \pm 7,5$	$4,723 \pm 0,260$	$415,8 \pm 9,1$
H6F51 (1600, 250)	$4,182 \pm 0,129$	$376,3 \pm 7,1$	$4,717 \pm 0,140$	$396,5 \pm 5,5$

Tabelle 4.2: Mittelwerte für Härte H_{IT} und Elastizitätsmodul E für Matrix und Faser von vier Proben. Bei HIP-Proben Angabe der HIP-Parameter.

An den Härte-Werten der Matrix ist erkennbar, dass die Herstellungsmethode einen Einfluss auf die Härte der Proben hat. Dies kann ein Hinweis auf unterschiedliche Versetzungsdichten und/oder unterschiedliche Korngrößen sein, da bei entsprechend großen Körnern einzelne Körner ohne Einfluss der Korngrenzen gemessen werden. Unterschiedliche Versetzungsdichten sollten zu vernachlässigen sein, da davon ausgegangen wird, dass CVD-Proben kräftefrei aufwachsen. HIP-Proben müssten aufgrund der hohen Temperaturen

während der Herstellung und den damit einhergehenden Prozessen, Erholung und Rekristallisation, ebenfalls eine geringe Versetzungsdichte aufweisen. Somit unterscheiden sich beide Probentypen nicht wesentlich in ihrer Versetzungsdichte. Da aber gerade in Fasernähe CVD-Proben eine geringere Korngröße als geHIPte Proben aufweisen, kann der beobachtete Effekt mit dem Einfluss der Korngrenzen erklärt werden.

Betrachtet man die HIP-Proben einzeln, so fällt die geringe Härte der Probe H3F11 auf, welche bei 1300 °C hergestellt wurde. Die aus dieser relativ niedrigen Temperatur folgende geringe Dichte (93,96 %, s. Kapitel 4.2.1) ist hierfür verantwortlich. Gleichzeitig lässt sich auch die große Streuung der Werte damit erklären.

Ein Vergleich der Elastizitätsmoduln der Matrix der verschiedenen Proben zeigt, dass die Werte der mit CVD hergestellten Probe und die von H6F11 im Rahmen des Literaturwerts von 398 GPa bei Raumtemperatur für reines Wolfram liegen [19]. Die Abweichung der Probe H3F11 kann erneut mit der geringeren Dichte erklärt werden. Jedoch ist der Grund für die signifikante Abweichung des Wertes für H6F51 nicht offensichtlich.

Die Messwerte der Härte der Fasern sind im Rahmen ihrer Fehler gleich (s. Tabelle 4.2). Zwei Dinge sind jedoch hervorzuheben. Zum einen liegt der Wert der CVD-Probe niedriger als erwartet, da durch die geringere Herstellungstemperatur von ca. 500 °C beim CVD-Prozess kein Erholungsprozess einsetzt und somit die hohe Versetzungsdichte, die durch die massive Verformung bei der Herstellung der Faser entsteht, erhalten bleibt. Zum anderen ist eine Temperaturabhängigkeit der Werte der HIP-Proben erkennbar. Ein Vergleich der Werte der Probe H3F11 mit denen der bei 1600 °C hergestellten Proben zeigt, dass die Faser von H3F11 durch die geringere Herstellungstemperatur einen höheren Härtewert vorweisen kann. Dies lässt sich erneut mit den die Kornstruktur verändernden Prozessen erklären, die bei höherer Temperatur schneller verlaufen.

Der berechnete E-Modul der Fasern ist mit Ausnahme der Probe H6F11 erneut sehr nah an den Literaturwerten, wie sie für dichtes reines Wolfram erwartet werden.

Da die hier gezeigten Ergebnisse im Rahmen einer zeitlich begrenzten Bachelorarbeit an nur vier Proben gewonnen wurden, sollten für eine bessere Statistik weitere Proben gleichen Typs untersucht werden um die Aussagekraft zu erhöhen.

4.3 Push-Out-Test

Um den Einfluss der Herstellung und den der Dicke des Interface auf den Push-Out-Test zu untersuchen, wurden vier unterschiedliche Materialproben hergestellt. Zum einen eine mittels CVD hergestellte Probe, die ein 1 µm dickes Erbiumoxid (Er_2O_3) Interface besitzt und zum anderen drei heißisostatisch gepresste Proben mit einer Interfacedicke von 1 µm (H5F01), 2 µm (H5F11) und 3 µm (H5F21). Die HIP-Proben sind bei 1500 °C, 200 MPa

mit einer Haltezeit von 4 h hergestellt worden. Um, wie in der Theorie im Abschnitt 2.4 erläutert, die mechanischen Eigenschaften des Interface zu bestimmen, sind dafür jeweils Push-Out-Proben verschiedener Dicke präpariert worden. Das genaue Vorgehen der dafür notwendigen Präparation ist in Kapitel 3.2.1 beschrieben.

Um die Wechselwirkungen zwischen Matrix, Interface und Faser in den unterschiedlichen Phasen des Push-Out-Test genauer zu verstehen, sind drei Kategorien von Push-Out-Tests durchgeführt worden. Die erste kennzeichnet sich dadurch, dass der Test nach dem ersten Lastabfall, also dem initialen Ablösen der Faser, abgebrochen wurde. In einer weiteren Kategorie wurde der Test nur bis zu dem Punkt durchgeführt, an dem die Probe die maximale Last aufnehmen konnte, welches den Punkt des kompletten Ablösens markiert. Und zuletzt wurden auch komplette Last-Weg-Kurven aufgezeichnet, um die Auswirkung des reibungsbestimmten Teils zu untersuchen. Somit wurde der jeweilige Zustand der Probe konserviert um die Entwicklung der Mikrostruktur der Proben in diesen drei Phasen zu studieren. Damit die Mikrostruktur auch in Abhängigkeit des Abstandes zur Probenoberfläche untersucht werden konnte, wurden Querschliffe einiger Proben angefertigt und im REM untersucht.

Die Ergebnisse der Push-Out-Tests teilen sich somit in zwei Kategorien. In der ersten wird die Beschaffenheit der Oberfläche und der Mikrostruktur des Interfaces und den Einfluss des Push-Out-Tests auf diese beschrieben. Die zweite zeigt die Resultate, die aus den Last-Weg- oder Push-Out-Kurven der Tests gewonnen werden können. Übersichtsbilder der Proben sind dabei meist mit Hilfe eines Lichtmikroskops angefertigt worden, da aufgrund des nicht leitenden Einbettmittels REM-Aufnahmen Verzerrungen durch Aufladungen an den Probenoberflächen aufweisen können.

4.3.1 Morphologie

Vergleich der CVD und HIP Proben

Da sowohl CVD- als auch HIP-Proben dem Push-Out-Test unterzogen wurden, sollen im folgenden deren morphologische Unterschiede betrachtet werden. Da die chemische Gasphasenabscheidung ein kontinuierlicher Beschichtungsprozess ist, bei dem die Matrix langsam, zuerst auf der Faser und dann auf der bereits aufgewachsenen Matrix, aufwächst, sind die so entstehenden Wolframkörner sternförmig angeordnet, mit der Faser in ihrem Mittelpunkt (s. Abbildung 4.9 und 4.10). Mit größerem radialen Abstand zur Faser wachsen einige Körner schneller und werden somit größer als andere. Somit verringert sich die Anzahl der Körner mit wachsendem Abstand zur Faser. Zugleich behält die Faser aufgrund der geringen Herstellungstemperatur ihre ursprüngliche, in Faserrichtung elongierte, Kornstruktur bei (s. Abbildung 4.10).

Im Gegensatz dazu ist das heißisostatische Pressen als pulvermetallurgischer Prozess grundlegend anders. Hierbei wird ein Pulver, dessen Partikel einzelne Körner oder Kon-

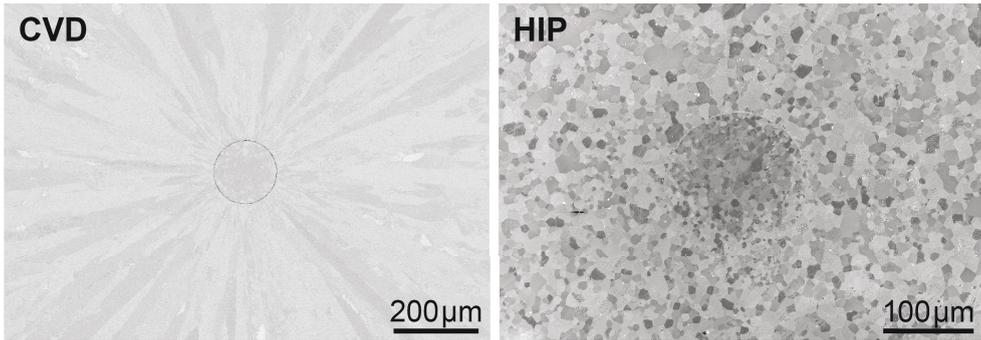


Abbildung 4.9: Vergleich zweier Proben, die mittels chemischer Gasphasenabscheidung (CVD, links) und heißisostatischen Pressens (HIP, rechts) hergestellt wurden.

glomerate dieser sind, verdichtet, was sich auch in der resultierenden Kornstruktur widerspiegelt. Diese besteht aus einer Vielzahl verschieden großer Körner, die statistisch verteilt sind. Somit gibt es keine räumliche Abhängigkeit der Kornstruktur zur Faser. Der Mittelwert der Korngrößenverteilung ist von den Herstellungsparametern (Temperatur, Druck und Zeit) und von der Pulverpartikelgröße abhängig (s. Abschnitt 4.2.3). Die Kornstruktur der Faser verändert sich aufgrund der Herstellungstemperaturen, die über der Rekristallisationstemperatur von reinem Wolfram liegt, merklich. Die durch die Rekristallisation entstandenen Körner sind erheblich größer als die einer gezogenen Faser und ähneln denen der geHIPten Matrix. Sie sind jedoch infolge der geringen Ausgangsgröße im Mittel kleiner als jene der Matrix. Die veränderte Kornstruktur der Faser hat auch gravierende Auswirkungen auf ihre mechanischen Eigenschaften, wie eine abnehmende Zugfestigkeit [22].

Das Interface

Das Erbiumoxid-Interface (Er_2O_3), welches die Faser von der Matrix trennt und die Zähigkeitssteigernden Mechanismen ermöglicht, unterscheidet sich in den Proben der unterschiedlichen Herstellungsarten erheblich. EDX-Elementkarten geben dabei Aufschluss über die Verteilung einzelner Elemente in diesem wichtigen Bereich. Die Elementverteilung für eine Probe, die mittels CVD hergestellt wurde, ist in Abbildung 4.10 gezeigt. Dabei ist das Signal für Wolfram rot, für Fluor grün, für Sauerstoff blau und für Erbium gelb. An dieser Abbildung ist die elongierte Kornstruktur der Faser und die mit zunehmendem Abstand zum Interface größer werdenden Körner der Matrix gut zu erkennen. Zudem ist gezeigt, dass die Probe ein gleichmäßig dickes Interface aufweist, welches mit Wolfram-Dendriten durchsetzt ist. Diese sind mit der Matrix verbunden und entstehen während des CVD-Prozesses. Die Dendriten sind in allen CVD-Proben vorhanden und auch in der Draufsicht klar zu erkennen (s. Abbildung 4.11 (a)). Zudem ist ersichtlich, dass sich während des CVD-Prozesses Fluor, welches vom Prozessgas Wolframhexafluorid

(WF₆) stammt, in das Er₂O₃ einbaut. Es ist nicht möglich den Fluoranteil zu quantifizieren, da entsprechende Methoden Flusssäure (HF) zum Auflösen von W-Proben benötigen und somit den Fluorgehalt verändern.

Wie ebenfalls in Abbildung 4.10 gezeigt ist, sind vereinzelt Proben zu beobachten, bei denen sich das Interfacematerial bereits im wie-hergestellten Zustand von der Faser gelöst hat. Ein besonders schwerwiegender Fall dieser Ablösung ist in Abbildung 4.11 (a) auf der rechten Seite gezeigt. Jedoch können auch in Proben solche Schwachstellen zu finden sein, die oberflächlich intakt erscheinen. Da sich die Defekte somit nicht nur auf die Probenoberfläche beschränken, kann die Probenpräparation als Grund für die Ablösungen ausgeschlossen werden. Es ist davon auszugehen, dass Proben, die eine solche Lücke aufweisen, ein signifikant anderes Verhalten beim Push-Out-Test zeigen, als Proben deren Interface komplett an der Faser anhaftet.

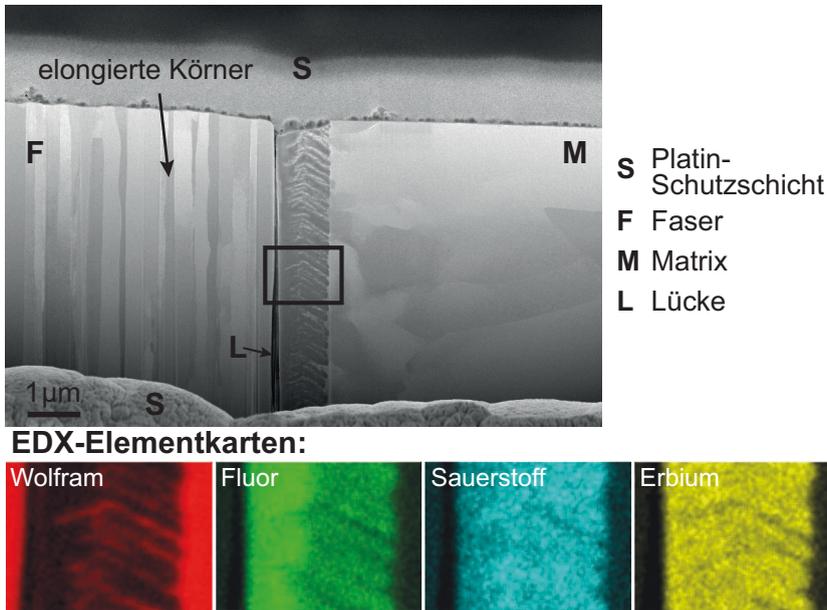


Abbildung 4.10: FIB-Querschnitt einer CVD-Probe mit zugehöriger EDX-Karte der Elementverteilung. Zu sehen sind die Wolfram-Dendriten im Interface, sowie die Fluorverunreinigung desselben.

Das Interface von pulvermetallurgisch hergestellten Proben ist stark deformiert und bildet eine komplizierte 3D-Struktur aus (s. Abbildung 4.11 (b) rechts). Bei der Verdichtung werden die Pulverkörner in das Interface gedrückt, was zur Folge hat, dass das Interfacematerial um und zwischen die Körner der Matrix gedrückt wird. Damit ist die Dicke des Interface sehr ungleichmäßig, wodurch ein Interface, das ursprünglich eine Dicke von 1 µm hatte, stellenweise nur wenige 10 nm dick sein kann und andernorts eine größere Dicke als die ursprüngliche besitzt. Dieser Effekt wird durch ein dickeres Interface vermindert, so-

dass die Abweichung eines ursprünglich 3 μm dicken Interface, normiert auf seine Dicke, geringer ist als die eines nominell 1 μm dicken Interface (s. Abbildung 4.11 (b) bis (d)).

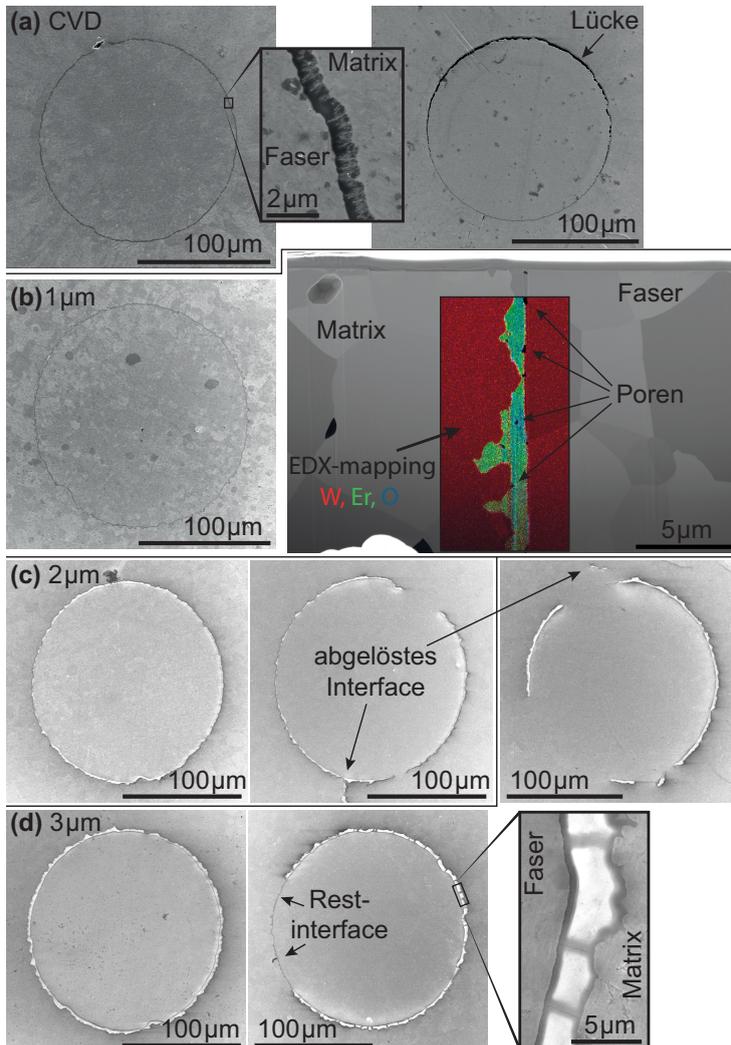


Abbildung 4.11: REM-Aufnahmen von CVD und HIP Push-Out-Proben im nicht gedrückten Zustand.

Ein Vergleich von Proben mit unterschiedlicher Interfaciedicke zeigt weitere Unterschiede. So ist im Fall des 2 μm und 3 μm Interface zu sehen, dass es während des HIP-Prozesses stellenweise zu einer gänzlichen Abspaltung des Interface von der Faser kommt und sich dieses als Er_2O_3 -Schicht in die Matrix bewegt. Im Fall des 3 μm dicken Interface kann es dabei auch zu einer Teilablösung kommen wobei ein ca. 100 nm bis 400 nm dickes Restinterface erhalten bleibt (s. Abbildung 4.11 (c) und (d)). Eine weitere Besonderheit des 3 μm dicken Interface ist, dass darin größere Risse zu finden sind. Dies wird in dieser Art

nicht für dünnere Interface beobachtet.

Allen Dicken ist gemein, dass im Interface nach dem HIP-Vorgang Poren vorhanden sind, wie in Abbildung 4.11 (b) auf der rechten Seite erkennbar ist. In der gleichen Abbildung wurde der REM-Aufnahme eine Karte der Elementverteilung überlagert. Dabei repräsentiert rot Wolfram, grün Erbium und blau Sauerstoff. Daran ist zu erkennen, dass die Zusammensetzung des Interface durch den HIP-Prozess nicht verändert wird, weiterhin aus reinem Er_2O_3 besteht und keine Diffusion in Faser oder Matrix stattfindet. Dass Bereiche im Interface liegen, die rote Punkte aufweisen, kann zum einen daran liegen, dass Wolfram räumlich hinter dem beobachteten Bereich liegt und sich somit in der Anregungskeule des Elektronenstrahls befindet. Zum anderen kann dies, gerade im unteren Bildbereich, mit Wolfram-Verunreinigungen, die auf den FIB-Prozess zurückzuführen sind, erklärt werden.

Einfluss des Push-Out-Tests auf die Oberfläche der Proben - CVD

Der Aufbau des Interface und seine Dicke haben einen erheblichen Einfluss darauf, wie sich die Oberfläche der Proben während des Push-Out-Tests verändert. So ist im Fall der mittels CVD hergestellten Proben zu erkennen, dass durch die auf die Faser einwirkende Kraft eine Ablösung (Debonding) der Faser vom Interface stattfindet. Jedoch kann es vereinzelt auch zu einer Ablösung des Interface von der Matrix kommen. In Abbildung 4.12 (b) ist sowohl die Probenoberseite (obere Aufnahme) als auch die Probenunterseite (mittlere und untere Aufnahme) dargestellt. Dort sind die beiden genannten Möglichkeiten gut zu erkennen, wobei sich im Fall der oberen Aufnahme das Interface beim Push-Out zuerst von der Faser und danach von der Matrix gelöst hat. In allen Fällen bleibt das Interface intakt, sodass sich eine wohldefinierte, glatte Grenzschicht bildet. Dies spiegelt sich auch darin wider, dass es für CVD-Proben nicht möglich ist, einen Push-Out-Test nach Erreichen der maximalen Last, auf einem hohem Lastniveau, abzubrechen, da die maximale Last immer von einem sofortigen starken Lastabfall gefolgt wird. Durch die glatte Grenzschicht zwischen Faser und Interface kann die Faser gut gleiten, wodurch nach dem kompletten Ablösen und den dadurch erheblich verminderten Widerstand, die Faser durch die gespeicherte elastische Energie des Test-Aufbaus instantan und unkontrollierbar einige μm verschoben wird (s. Kraft-Weg Kurven, Abbildung 4.22).

In Abbildung 4.12 (c) und der zugehörigen Vergrößerung ist die Unterseite einer gedrückten Probe gezeigt. Es ist zu erkennen, dass durch das Herausdrücken der Faser ein kleiner Teil der Matrix gebrochen und ebenfalls herausgedrückt wurde. Dies ist für CVD-Proben untypisch und nur vereinzelt beobachtet worden. Eine weitere Beobachtung ist, dass, abhängig von der Dicke der Probe und damit von der Kraft, die nötig ist um die Faser abzulösen, ein Abdruck des Indenters in der Faser zu sehen ist. Bei einer entsprechend dicken Probe können sich radial vom Indenter-Eindruck in der Faser Risse ausbreiten und zumindest oberflächlich für ein Ablösen der Faser sorgen. Dies ist in Abbildung 4.12 (a) für eine Probe mit einer Dicke $H = 338 \mu\text{m}$ dargestellt, deren maximale Last $P_{max} = 80,0 \text{ N}$

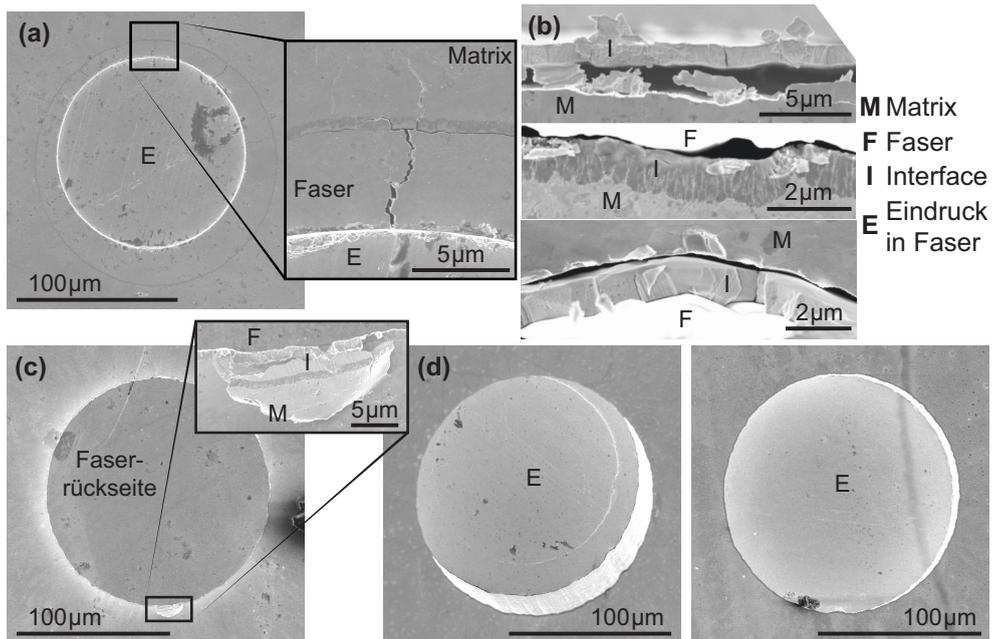


Abbildung 4.12: REM-Aufnahmen der Probenober- und Unterseite nach dem Push-Out-Test mehrerer CVD-Proben.

betrug. Der normale Fall ist hingegen in Abbildung 4.12 (d) gezeigt. Auf der linken Seite ist eine Probe mit einer Dicke von $H = 241 \mu\text{m}$ abgebildet, die bei einer maximalen Kraft von $P_{max} = 56,2 \text{ N}$ gedrückt wurde. Auf der rechten Seite ist eine Probe mit $H = 139 \mu\text{m}$ und $P_{max} = 19,5$ dargestellt. Gerade im Vergleich zur in Abbildung 4.12 (a) gezeigten dickeren Probe ist der Unterschied in der Stärke des Indenter-Eindrucks ersichtlich.

Einfluss des Push-Out-Tests auf die Oberfläche der Proben - HIP

Proben, die mittels HIP hergestellt wurden, zeigen ähnliche Effekte, jedoch gibt es auch einige gravierende Unterschiede. So sind die Eindrücke in die Faser wesentlich deutlicher zu sehen, was darauf schließen lässt, dass diese tiefer sind. Zudem ist es trotz der tiefen Eindrücke und den damit einhergehenden Verformungen und Rissen in der Faser, möglich komplettes Debonding zu erreichen und die Faser herauszudrücken. Abgelöste Segmente der Matrix sind auf der Rückseite der Probe wesentlich häufiger anzutreffen als bei Proben, die mittels CVD hergestellt wurden. Beispiele dafür sind in den Abbildungen 4.13, 4.14 und 4.15 jeweils in (a) zu sehen. Die dort gezeigten Proben haben eine Dicke von $H = 304 \mu\text{m}$, $H = 300 \mu\text{m}$ und $H = 352 \mu\text{m}$ und wurden mit einer maximalen Last von $P_{max} = 55,3 \text{ N}$, $P_{max} = 52,3 \text{ N}$ beziehungsweise $P_{max} = 56,7 \text{ N}$ belastet.

Auf den zugehörigen Rückseiten sind häufig Risse in der Matrix zu erkennen. Diese verlaufen meist radial zur Faser, sind aber unabhängig von der Probendicke und davon, ob

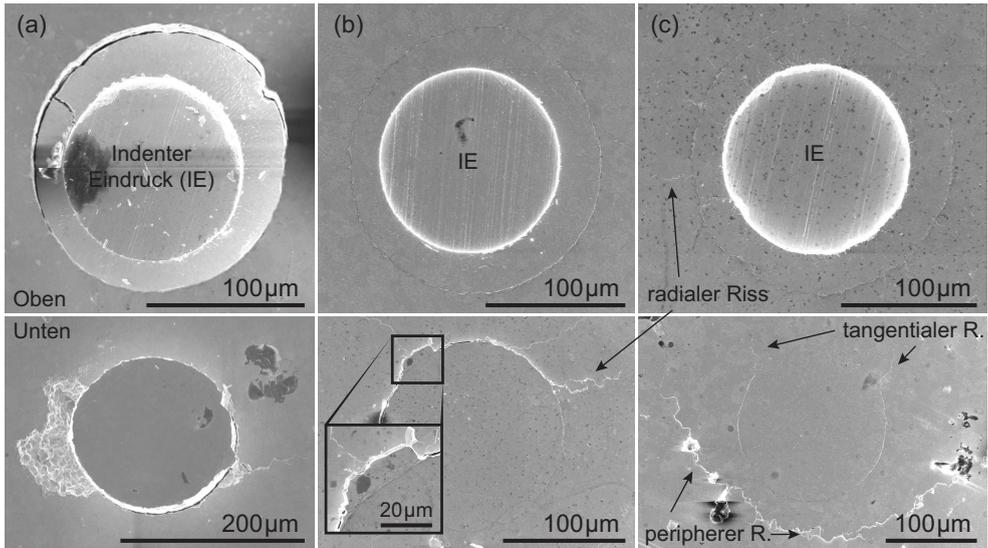


Abbildung 4.13: REM-Aufnahmen der Vorder- (oben) und Rückseiten (unten) von Push-Out-Proben der HIP-Probe H5F01 mit 1 µm dickem Interface.

eine Probe partiell oder komplett gedrückt wurde. Die Risse gehen von dem durch die Herstellung deformierten Interface aus, durch welches HIP-Proben einen erhöhten Widerstand gegen das Herausdrücken der Faser haben. Dies wiederum ermöglicht es für geHIPte Proben, den Push-Out-Test nach dem Erreichen der maximalen Kraft auf einem hohen Lastniveau und damit ohne große Relativbewegung von Faser und Matrix anzuhalten und somit den mikrostrukturellen Zustand zu konservieren.

Weiter wurden Effekte beobachtet, die abhängig von der Interfacedicke sind. So zeigen die Aufnahmen in Abbildung 4.13, dass im Fall des 1 µm dicken Interface neben den radialen auch tangential zur Faser verlaufende Risse entstehen. Dabei müssen diese das Interface nicht berühren und können auch peripher dazu verlaufen wie in Abbildung 4.13 (c) an der Rückseite (unten) ersichtlich ist. Zudem ist zu erkennen, dass im Vergleich mit den anderen Interfacedicken die Anzahl der Risse im Fall des dünnen 1 µm Interface höher ist. Dies deutet darauf hin, dass ein dünnes Interface die einwirkenden Scherkräfte besser überträgt und später nachgibt als ein dickes. In Abbildung 4.13 (b) ist zudem zu sehen, wie sich im Fall von geHIPten Proben mit einer Dicke von $H = 206 \mu\text{m}$ und einer maximal Last von $P_{max} = 39,6 \text{ N}$ das Interface unten bereits ablöst oben jedoch noch intakt ist. Dies steht im starken Gegensatz zu den in der Theorie aufgezeigten Annahmen der Shear-Lag-Analyse (s. Kapitel 2.3), wonach das Debonding von oben nach unten stattfindet. Somit kann davon ausgegangen werden, dass eine Auswertung der HIP-Proben nach der Shear-Lag-Analyse keine validen Ergebnisse liefert.

HIP-Push-Out-Proben mit einem 2 µm und 3 µm dicken Interface zeichnen sich, im Vergleich zum jeweils dünnerem Interface, bei ähnlicher Probendicke und maximaler Last

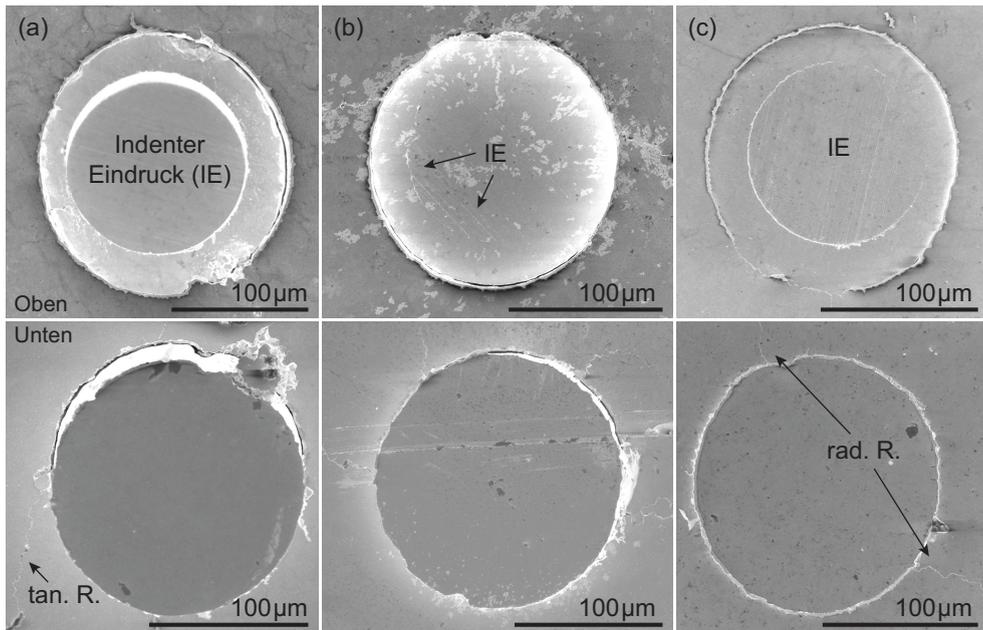


Abbildung 4.14: REM-Aufnahmen der Vorder- (oben) und Rückseiten (unten) von Push-Out-Proben der HIP-Probe H5F11 mit 2 µm dickem Interface.

durch eine sukzessiv sinkende Anzahl an Rissen an der Rückseite aus. In Abbildung 4.14 (b) und (c) ist zudem am Beispiel von Proben mit 2 µm dickem Interface und einer Probendicke von $H = 152 \mu\text{m}$ ($P_{max} = 10,3 \text{ N}$) beziehungsweise $H = 210 \mu\text{m}$ ($P_{max} = 29,1 \text{ N}$) zu sehen, dass, wie bei CVD-Proben, dünnere Proben geringere bis gar keine Abdrücke des Indenters zeigen. Proben mit 3 µm Interface zeigen ebenfalls diesen Effekt, wie anhand der Aufnahmen in Abbildung 4.15 (b) und (c) zu sehen ist. Die dort dargestellten Proben haben eine Dicke von $H = 199 \mu\text{m}$ ($P_{max} = 18,5 \text{ N}$) und $H = 263 \mu\text{m}$ ($P_{max} = 27,0 \text{ N}$). Die maximale angelegte Last ist dabei vergleichbar mit jener der 2 µm Proben. Die resultierenden Indenter-Eindrücke ordnen sich, bezogen auf ihre Deutlichkeit, ihrer Last entsprechend in die beobachteten Ergebnisse ein. So ist zu erkennen, dass die Eindringtiefe unabhängig von der Interfacedicke der Probe ist und somit an die Herstellungsparameter gekoppelt ist.

Im Fall der Proben mit einem 2 µm oder 3 µm dickem Interface, bei denen in der Voruntersuchung durch den HIP-Vorgang Stellen ohne Interface erzeugt wurden, ist zu beobachten, dass diese während des Tests durchgebrochen werden und es somit trotzdem zu einem Ablösen der Faser vom Interface kommen kann (s. Abbildung 4.14 (c) Vorderseite). Wenn die Gebiete, in denen das Interface fehlt, jedoch zu groß werden kann auch die Faser (nicht gezeigt) oder die Matrix brechen (s. Abbildung 4.15 (a) unten). Dies kann auch auf die Durchbiegung der Probe während des Test zurückzuführen sein. Im Fall der Teil-

abspaltung des Interface während der Herstellung, wie dies für das 3 μm dicke Interface beobachtet wurde, ist eine Ablösung des wenige 100 nm dicken Restinterface möglich (s. Abbildung 4.15 (b) und (c)).

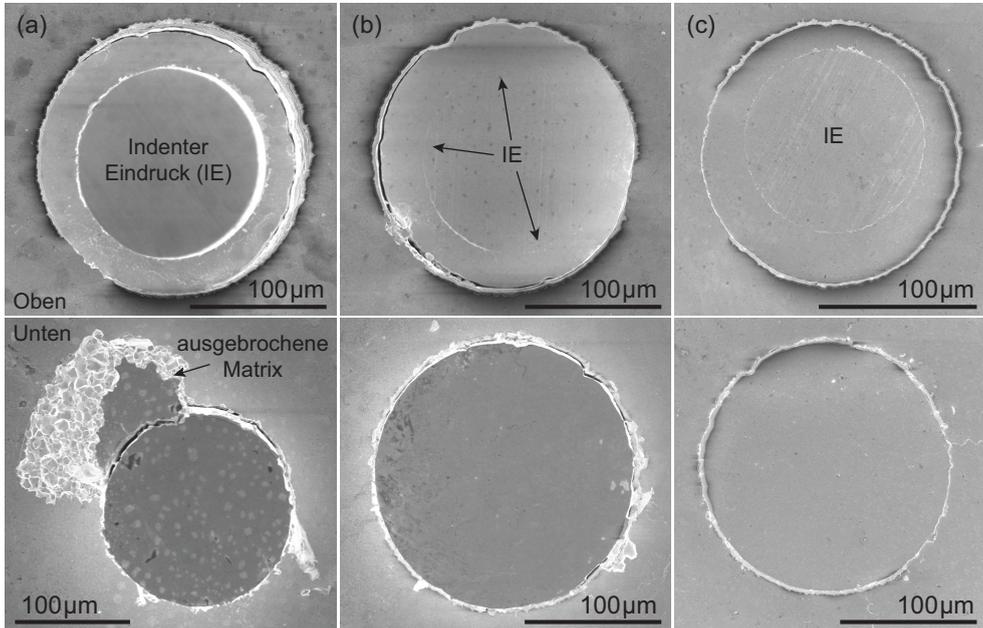


Abbildung 4.15: REM-Aufnahmen der Vorder- (oben) und Rückseiten (unten) von Push-Out-Proben der HIP-Probe H5F21 mit 3 μm dickem Interface.

Entwicklung der Mikrostruktur des Interface während des Push-Out-Tests

Anhand der im folgenden dargestellten Querschliffe (Abbildung 4.16, 4.19, 4.20 und 4.21) ist ersichtlich, dass die Präparation der Push-Out-Proben, die zum Ziel hat, die Faser senkrecht zur Probenoberfläche zu präparieren, erfolgreich war. So beträgt die größte gemessene Abweichung 5° (s. Abbildung 4.16 (b)) und beträgt im Mittel 2°.

Die im vorigen Abschnitt beschriebenen Beobachtungen zeigen sich auch in den Querschliffen der entsprechenden Proben. So zeichnen sich Proben, die mit chemischer Gasphasenabscheidung hergestellt wurden, durch ihr nach dem Debonding intaktes Interface aus (s. Abbildung 4.16 (a)). Jedoch können aufgrund der Herstellung Unebenheiten der Faser und des Interface nicht gänzlich vermieden werden, die beim Herausdrücken der Faser zu einer Schädigung des Interfaces führen. Dies ist besonders drastisch an der in Abbildung 4.16 (b) gezeigten Probe sichtbar. Anzeichen einer Schädigung durch Unebenheiten der Faser sind aber auch in der in Abbildung 4.16 (a) dargestellten Probe zu erkennen. Dabei ist hervorzuheben, dass die in (b) gezeigte Probe ein untypisches Beispiel der untersuchten

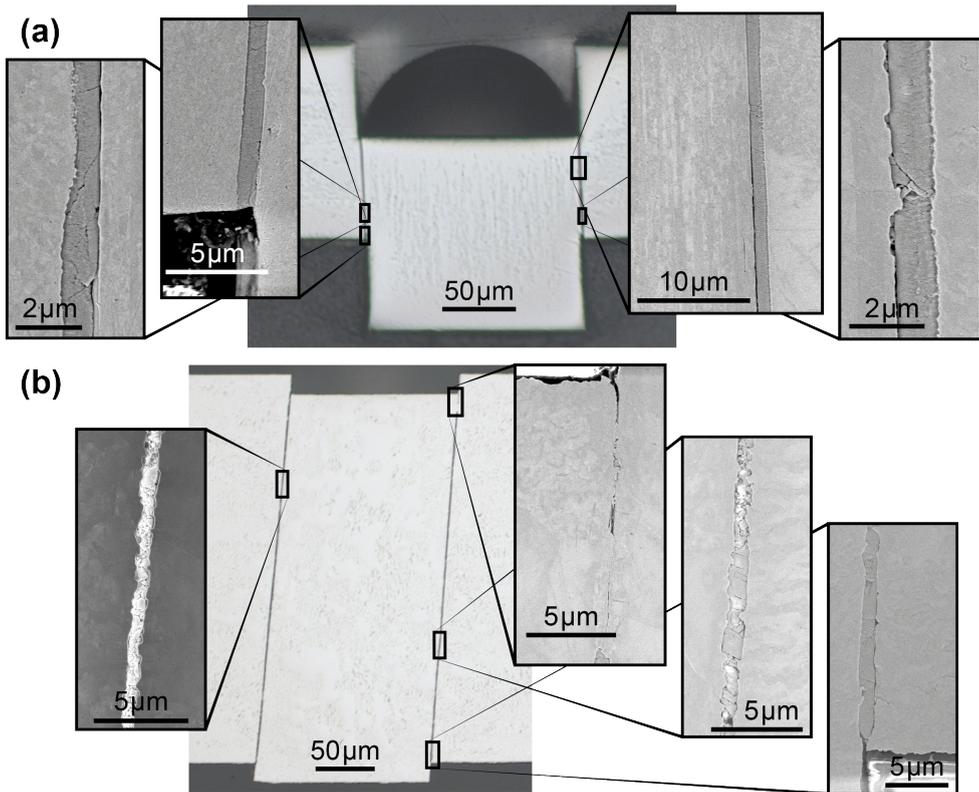


Abbildung 4.16: Querschliffe von Proben, die mittels CVD hergestellt wurden.

CVD-Proben ist, da das durch den Push-Out-Test sehr fragmentierte Interface ebenso wie der fehlende Abschnitt an Interface in der oberen rechten Ecke bei keiner anderen Probe beobachtet wurde.

Die Probe, die in Abbildung 4.16 (a) gezeigt ist, ist die selbe, deren Aufsicht in Abbildung 4.12 (d) rechts gezeigt wurde ($H = 139 \mu\text{m}$, $P_{max} = 19,5 \text{ N}$). Dies ist insofern interessant, da ein Vergleich eine Vorstellung des tatsächlichen Weges gewährt, den die Faser herausgedrückt wurde. Dieser beträgt ungefähr $65 \mu\text{m}$. In keiner der untersuchten Querschliffe der CVD-Proben konnte ein Hinweis darauf entdeckt werden, wo sich die Faser vom Interface zuerst ablöst, ob an der Probenoberseite, wie die Theorie besagt, oder an der Probenunterseite, wie es die Simulationen des Spannungszustands der Proben vermuten lassen.

Zusammenfassend zeichnen sich CVD-Proben sowohl vor als auch nach dem Push-Out-Test durch ein intaktes Interface aus, das nur aufgrund von Unebenheiten der Faser leicht beschädigt sein kann. Dies hat einen großen Lastabfall nach kompletten Debonding zur Folge, wie er in der Shear-Lag-Theorie für eine Grenzschicht mit geringer Reibung beschrieben ist.

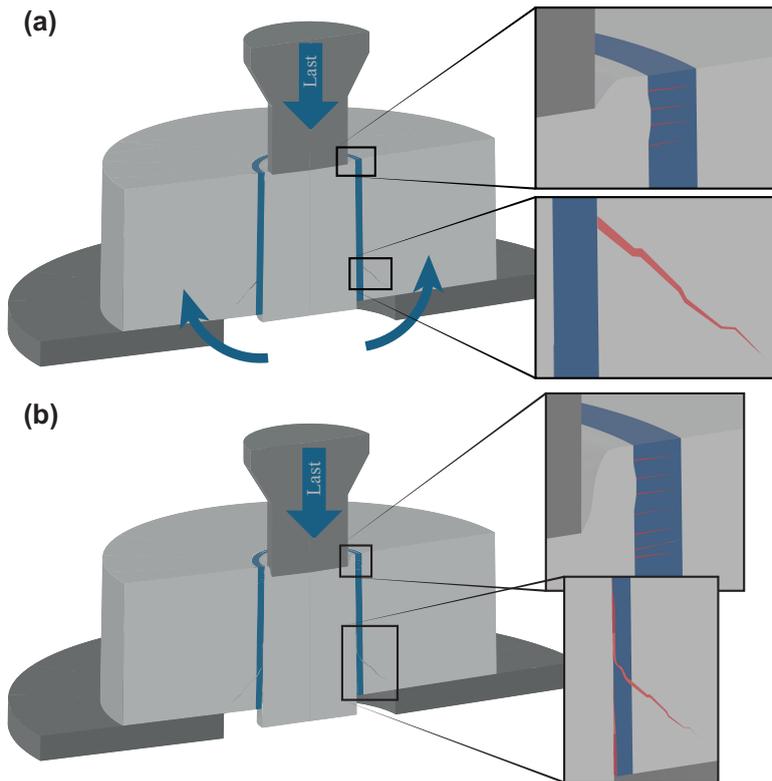


Abbildung 4.17: Modelldarstellung typischer Effekte, die in Interface und Matrix von HIP-Proben vor Erreichen des Debonding auftreten.

Der folgende Teil beschreibt die Ergebnisse der Mikrostrukturanalyse der HIP-Proben. Es werden zum besseren Verständnis zuerst die beobachteten Effekte im Modell beschrieben und anschließend Beispiele dafür gezeigt.

Ein Vergleich der Mikrostruktur von CVD-Proben und heißisostatisch gepressten Proben offenbart, dass in diesen grundlegend andere Mechanismen die Region zwischen Faser und Matrix bestimmen. In Abbildung 4.17 sind Effekte skizziert, die in Querschliffen von geHIPten Proben zu beobachten sind. Die in Kapitel 2.4.1 f. beschriebenen Effekte führen zu einer Durchbiegung der Probe, die zusammen mit dem Eindruck des Indenters in die Faser zu einer Verpressung dieser im oberen Bereich der Probe führen. Hierdurch wölbt sich die Faser in das Interface, wobei dieses deformiert wird und sich Risse senkrecht zur Faser ausbilden. Zugleich bewirkt die Durchbiegung, dass im unteren Teil der Probe Zugspannungen entstehen, die eine Rissbildung in der Matrix zur Folge haben. Dabei gehen die Risse von der Faser in einem 45°-Winkel aus und bilden näherungsweise eine Linie mit dem Auflagepunkt der Probe, also dem Rand des Lochs im Probenhalter (s. Abbildung 4.17 (a)).

Wird die Last erhöht, wird der Eindruck des Indenters tiefer und die Zug- und Druckspannungen im unteren beziehungsweise oberen Bereich der Probe werden größer. Dadurch verstärken sich die zuvor beschriebenen Effekte (s. Abbildung 4.17 (b)). So werden die Risse im Interface zahlreicher und treten auch weiter Richtung Probenunterseite auf. Zeitgleich breiten sich die Risse in der Matrix zum einen weiter nach unten aus und werden zum anderen vom Interface bei der Ausbreitung nach oben abgelenkt, womit sie die Faser vom Interface ablösen. An der Probenunterseite entstehen zwischen Faser und Interface ebenfalls Risse, die sich bei entsprechend hohen Lasten mit denen aus der Matrix verbinden und somit sukzessive zu einem Debonding von unten nach oben führen.

Nach erfolgtem Ablösen der Faser gibt es weitere Unterschiede zu Proben, die mittels CVD hergestellt wurden. Durch die modifizierte Struktur des Interface, aber auch durch die veränderte Kornstruktur der Faser, kann es durch die Scherbelastung zum Ablösen von Körnern der Faser oder der Matrix kommen (s. Abbildung 4.18 (II)). Diese werden entweder durch das fragmentierte Interface in Bewegungsrichtung der Faser gedrückt oder durch Unebenheiten der Faser selbst in die gleiche Richtung bewegt, sodass die gelösten Körner beispielsweise an Verengungen des Interface zwischen Matrix und Faser festgeklemmt werden können. Dies führt zu einer Erhöhung der Reibung und kann in Extremfällen, ausgehend vom festgeklemmten Korn, zum Versagen der Faser und der Matrix führen (s. Abbildung 4.18 rechts).

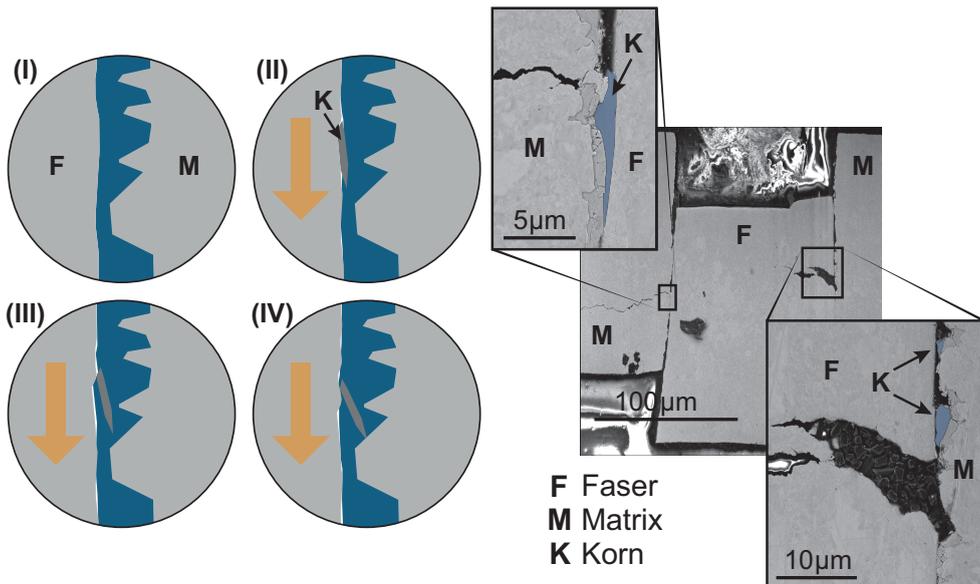


Abbildung 4.18: Modell zu einem reibungsverstärkenden Effekt in geHIPten Proben mit dem Extrembeispiel einer Probe mit 1 µm Interface.

In den Abbildungen 4.19, 4.20 und 4.21 sind diese Effekte für die untersuchten Interface-dicken der HIP-Proben dargestellt. Dabei fällt auf, dass die in Abbildung 4.18 beschrie-

4 Ergebnisse

bene Kornablösung hauptsächlich beim dünnen 1 μm Interface zu beobachten ist und die Schädigung des Interface mit zunehmender Dicke abnimmt (s. Abbildung 4.19 (a)). Eine weitere Beobachtung betrifft die Tiefe des Eindrucks des Indenters. Bereits beim Vergleich der beiden in Abbildung 4.19 gezeigten Proben, die beide 304 μm dick sind und ähnliche maximale Lasten aufweisen können ($P_{max} = 55,2\text{ N}$ für (a) und $P_{max} = 55,1\text{ N}$ für (b)), ist ersichtlich, dass die Tiefe des Eindrucks auch maßgeblich durch die Dauer der Belastung bestimmt ist. Der Unterschied der beiden Proben besteht darin, dass mit der in (a) gezeigte Probe ein kompletter Push-Out-Test durchgeführt wurde, wohingegen die Probe in (b) nur bis zum Auftreten der maximalen Last gedrückt wurde.

In Abbildung 4.13 (a) ist eine Draufsicht der gleichen Probe zu sehen, dessen Querschliff in Abbildung 4.19 (a) gezeigt ist. Ein Vergleich verdeutlicht, dass der 70 μm tiefe Eindruck von oben nicht so schwerwiegend wirkt wie er sich von der Seite betrachtet darstellt. Einen weiteren Vergleich mit gleichem Ergebnis erlaubt die in Abbildung 4.13 (c) und 4.19 (b) gezeigte Probe. Somit lässt sich zusammenfassen, dass die wahre Tiefe und damit der Schwere des Eindrucks des Indenters aus der Draufsicht nur schlecht zu approximieren ist und nur aus Querschliffen bestimmt werden kann.

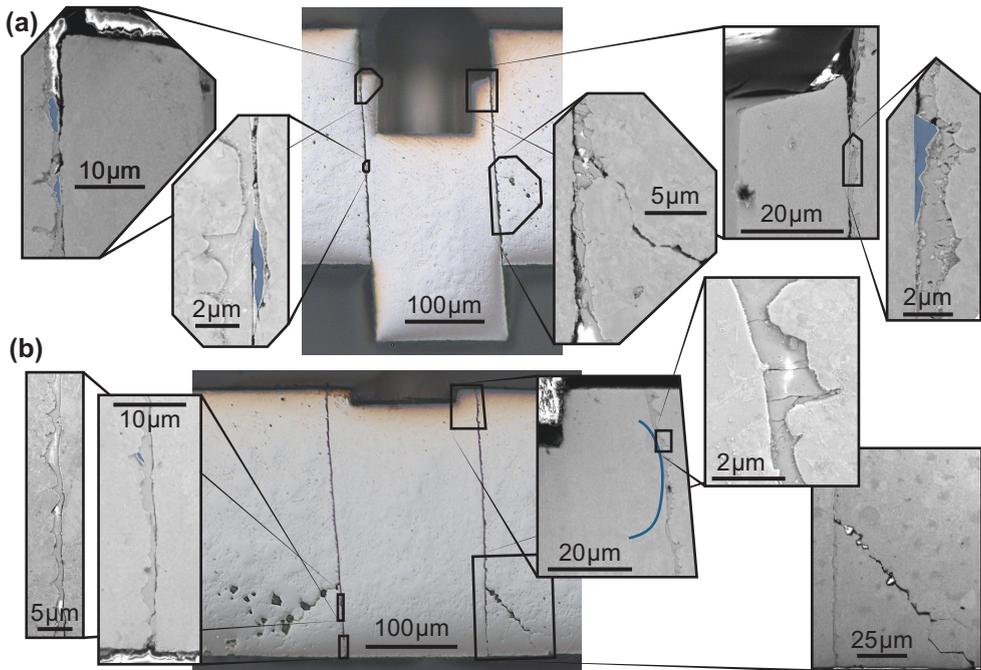


Abbildung 4.19: REM-Aufnahmen von Querschliffen zweier HIP-Proben mit 1 μm dickem Interface.

Die in Abbildung 4.19 dargestellten Aufnahmen zeigen Beispiele aller im Modell (s. Abbildung 4.17) beschriebenen Mechanismen in HIP-Proben. So ist im oberen Bereich der

Probe in (b) zum einen die Auswölbung der Faser in das Interface und damit einhergehend auch dessen Verformung zu sehen. Zum anderen sind die durch den Druck auf das Interface zeitgleich entstehenden Risse senkrecht zur Faser zu beobachten. Des Weiteren weist die Matrix beider Proben Risse auf, die ungefähr im 45° Winkel vom Interface nach unten gerichtet gewachsen sind.

Auch für Proben mit $2\ \mu\text{m}$ dickem Interface zeigt sich der zuvor beschriebene Effekt, dass HIP-Proben, die länger einer hohen Last ausgesetzt wurden, eine stärkere Verformung der Faser durch den Indenter aufweisen als solche, die der Last nur kurz ausgesetzt waren. Dies ist an den in Abbildung 4.20 dargestellten Proben zu sehen. Die in (a) gezeigte Probe hat eine Dicke von $H = 310\ \mu\text{m}$ und wurde einer Last von $P_{max} = 49,8\ \text{N}$ ausgesetzt. Die in (b) gezeigte Probe hingegen ist mit $H = 243\ \mu\text{m}$ dünner und hielt dadurch einer maximalen Last von $P_{max} = 42,4\ \text{N}$ stand. Die Querschliffe zeigen, dass die Tiefe des Indenter-Eindrucks mit ca. $20\ \mu\text{m}$ gegenüber $6\ \mu\text{m}$ wesentlich tiefer ist. Zudem ist in der entsprechenden Vergrößerung des Eindrucks der Probe in (b) sehr gut zu sehen, dass sich auch die Oberfläche der Faser durch den Eindruck verformt und nun leicht schräg verläuft.

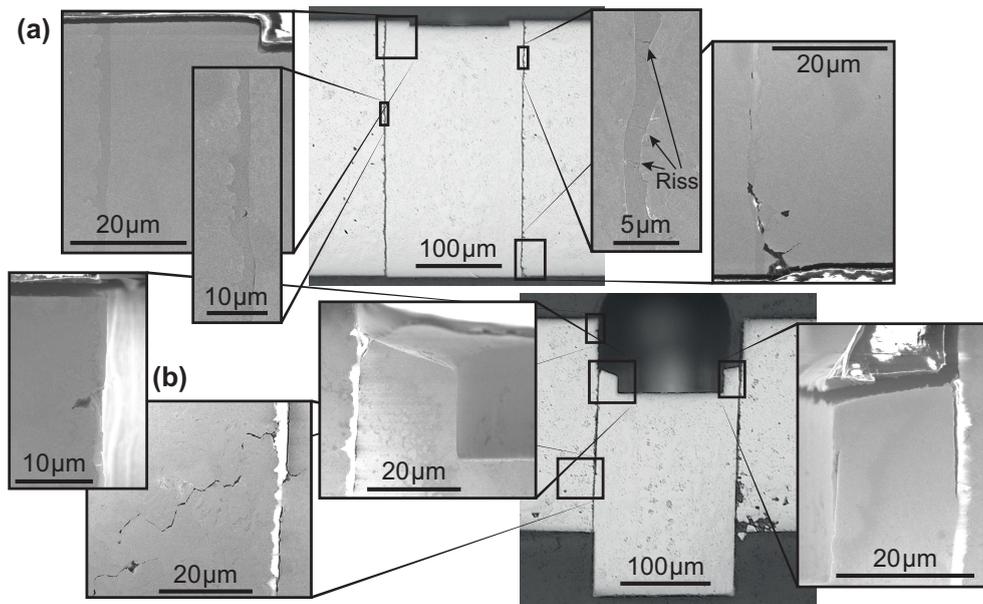


Abbildung 4.20: REM-Aufnahmen von Querschliffen zweier HIP-Proben mit $2\ \mu\text{m}$ Interface.

Abbildung 4.20 (a) zeigt zudem, dass die Durchbiegung der Probe zu einem Ablösen der Faser von der Probenunterseite her führt. Dort sind bereits Risse entlang des Interface und zwischen Interface und Faser zu erkennen obwohl das Interface im oberen Bereich, bis auf Risse senkrecht zur Faser, intakt ist. Weniger sichtbar ist jedoch die im Modell

beschriebene Auswölbung der Faser.

Die mikrostrukturelle Entwicklung von Proben mit 3 μm dickem Interface zeigt eine Mischung der Effekte, die bei CVD-Proben beobachtet werden konnten und denen, die für geHIPte Proben typisch sind. So weisen die Proben eine Verformung der Faser aufgrund der vom Indenter wirkenden Kraft auf. Sie zeigen nach kompletten Push-Out aber auch ein intakteres Interface, als für HIP-Proben mit dünnerem Interface üblich und ähneln damit CVD-Proben. Jedoch ist die Schädigung des Interface wesentlich deutlicher ersichtlich als bei CVD-Proben. Abbildung 4.21 (b) zeigt diesen Unterschied anhand einer Probe, deren Interface im oberen, bereits herausgedrückten, Bereich starke Schädigungen aufweist. Zudem nimmt die Schädigung des Interface mit abnehmendem Abstand zur Probenunterseite zu. In abgelösten Bereichen des Interface, die aber noch Kontakt zur Faser haben, ist die Relativbewegung zwischen Faser und Interface gleich. Somit muss in diesen Bereichen die gleiche Länge an Faser vorbei gedrückt worden sein, demnach sollte auch die daraus folgende Schädigung gleich sein. Ein Vergleich der in Abbildung 4.21 (b) gezeigten Vergrößerungen solcher Gebiete zeigt jedoch, dass dem nicht so ist, womit ein weiterer Schädigungsmechanismus wirken muss. Da, wie beschrieben, Proben im unteren Bereich stärker geschädigt sind, kann das von unten startende Debonding, welches aus der Durchbiegung der Probe resultiert, dafür verantwortlich sein. Ein weiteres Indiz dafür ist, dass im unteren Bereich des Interface vermehrt Risse parallel zur Faser zu beobachten sind, wohingegen obere Bereiche die in Abbildung 4.17 dargestellten Senkrecht-Risse im Interface zeigen.

Die in Abbildung 4.21 (a) gezeigte Probe wurde bis zum Erreichen der maximalen Last gedrückt. An dieser ist zu erkennen, dass die in der Voruntersuchung der 3 μm Interface Proben beobachteten groben Risse im Interface, im wie-hergestellten Zustand (s. Abbildung 4.11 (d)), über die ganze Dicke der Probe zu sehen sind. Eine Unterscheidung zwischen diesen und den bei dünneren Interfacedicken beobachteten senkrechten Rissen durch die Verformung der Faser ist schwierig.

Das Interface von Proben mit 3 μm dickem Interface kann Bereiche mit grundlegend unterschiedlicher Kornstruktur aufweisen. Dies ist in der Vergrößerung des Interface in Abbildung 4.21 (a) zu erkennen. Bei anderen Proben ist dieser Effekt noch stärker ausgeprägt. Dabei befindet sich die Schicht mit der gröberen Kornstruktur immer auf der Faser zugewandten Seite. Der Grund dafür können Verunreinigungen der Faseroberfläche vor dem Aufbringen des Interface sein. Diese würden bei den hohen Herstellungstemperaturen in das Interface diffundieren und dort die Rekristallisationstemperatur herabsetzen, womit größere Körner entstünden. Dies lässt sich anhand der hier gezeigten Querschliffe nicht bestimmen, kann aber mittels transmissionselektronenmikroskopischer Untersuchungen der betroffenen Bereiche aufgeklärt werden.

CVD- und HIP-Proben unterscheiden sich in ihrer Mikrostruktur vor und nach dem Push-Out-Test erheblich voneinander. Dabei spielt das Interface eine zentrale Rolle, da dessen

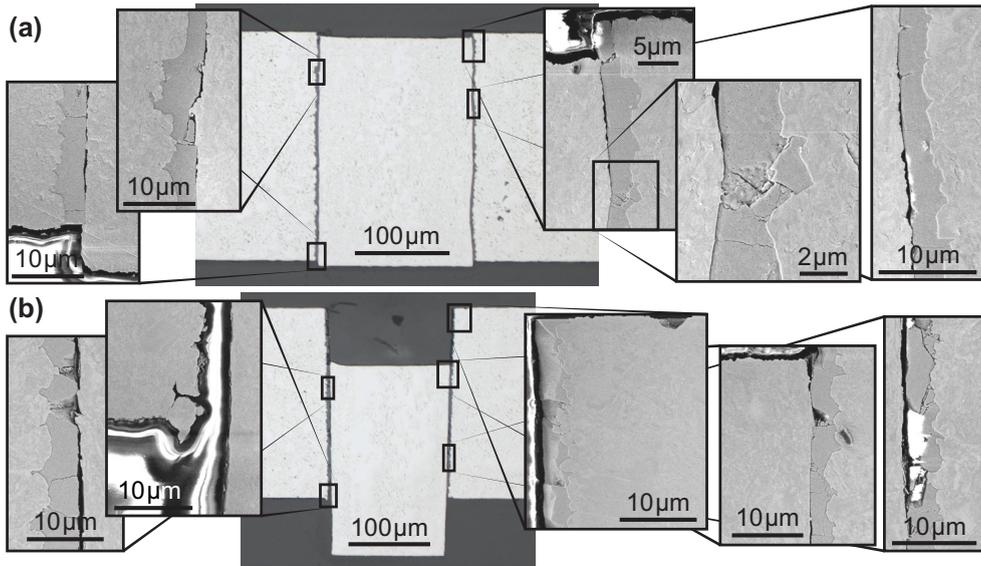


Abbildung 4.21: REM-Aufnahmen von Querschliffen zweier HIP-Proben mit 3 µm dickem Interface.

Beschaffenheit durch die Herstellungsmethode stark beeinflusst wird. Besonders die Verformung des Interface und der Matrix, die bei HIP-Proben beobachtet werden kann, erhöht durch verschiedene Mechanismen die Reibung beim Herausdrücken der Faser. Zusammen mit den entstehenden Eindrücken des Indenters während des Push-Out-Tests in die Faser hat dies vielfältige Folgen und führt zu einer Veränderung des Spannungszustands der Probe. Diese Effekte sind auch von der Interfacedicke abhängig und verringern ihre Stärke mit größerer Dicke.

4.3.2 Last-Weg-Kurven

Die Last-Weg-Kurven von Proben, die mittels chemischer Gasphasenabscheidung hergestellt wurden, zeigen typischerweise die klassische Form einer Push-Out-Kurve: nach einem linear-elastischen Anstieg folgt ein erster, initialer Ablösevorgang, gefolgt von einem weiteren Anstieg bis zum kompletten Ablösen der Faser, woraufhin ein starker Lastabfall mit anschließenden reibungsbestimmten Teil folgt (s. Kapitel 2.4.3). Es ist jedoch häufig zu beobachten, dass das initiale Ablösen auch das komplette Ablösen bedeutet. Zudem wurde bei einer großen Anzahl der getesteten Proben ein anomales Verhalten beobachtet, welches sich durch einen frühen Lastabfall bei kleinen Lasten auszeichnet, womit diese Tests als ungünstig gewertet werden (s. Abbildung 4.22: 332 µm und 260 µm). Dies lässt sich mit einem Spalt zwischen Faser und Interface erklären, der in REM-Aufnahmen bei einigen Proben vor den Tests beobachtet wurde, wodurch solche Proben eine verminderte Tragfähigkeit besitzen (s. Abbildung 4.11 (a)). Anhand der gültigen Proben ist

zu erkennen, dass mit zunehmender Probendicke auch die benötigte Last für ein erstes Ablösen ansteigt. Unabhängig von der erreichten maximalen Last fällt der folgende Lastabfall prozentual ähnlich aus. Daran anschließend findet ein erneuter Lastaufbau statt, da die gespeicherte elastische Energie des Messaufbaus die Faser nach dem Debonding unkontrolliert einige μm bewegt und die Lastregelung diesem schnellen Prozess nicht folgen kann. Der abschließende Reibungsteil verläuft, nach einer eventuell auftretenden Einschwingphase, gleichmäßig linear.

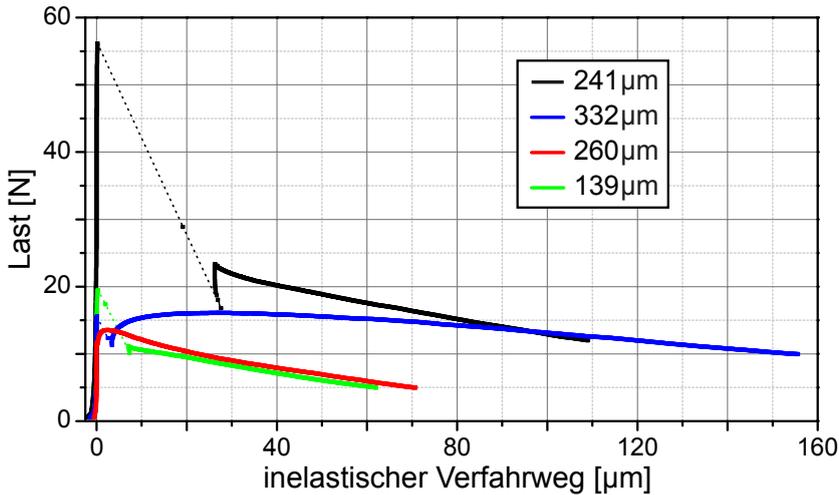


Abbildung 4.22: Last-Weg-Kurven von komplett gedrückten CVD-Proben.

Die Push-Out-Kurven der Proben, die mittels HIP hergestellt wurden, zeigen eine grundlegend andere Charakteristik. Unabhängig von der Interfacedicke ist bei den Kurven kein starker Lastabfall um mehrere 10 N auszumachen, sondern nach dem ersten Ablösen ein Abfall von maximal 3 N. Im folgenden kommt es, abhängig von der Interfacedicke, zu einem erneuten Anstieg der Last, wobei dieser bei dickerem Interface stärker ausgeprägt ist (Abbildung 4.23: 304 μm , 300 μm und 296 μm). Bei den meisten Proben mit einer Interfacedicke von 1 μm ist die Last, bei der das initiale Ablösen stattfindet, auch die maximale Last des Tests P_{max} , womit nach der Shear-Lag-Theorie das komplette Ablösen einhergeht. Vergleicht man Proben mit gleicher Interfacedicke, ist zu erkennen, dass mit steigender Probendicke P_{max} ebenfalls zunimmt, wie dies auch für CVD-Proben beobachtet wurde. Bei Proben, die eine Dicke von 400 μm übersteigen, kann kein Debonding erreicht werden, da die benötigte Last zu hoch wird und die resultierende Verformung die Faser zerstört und ein Herausdrücken verhindert (s. Abbildung 4.23: 500 μm). Bei Lasten über 40 N ist beim Lastanstieg eine deutliche Abweichung vom linearen Anstieg zu erkennen, was darauf schließen lässt, dass es ab diesem Punkt zur plastischen Verformung der Faser und damit zur Bildung des Eindrucks kommt. Wenn Proben gleicher Dicke H mit unterschiedlicher Interfacedicke verglichen werden, ist ersichtlich, dass Proben mit dünne-

rem Interface mehr Last vor dem Ablösen halten können. Ein dünneres Interface sorgt also für eine bessere Haftung zwischen Faser und Interface. Dies ist an den in Rottönen oder Grüntönen gehaltenen Kurven in Abbildung 4.23 gut zu erkennen. Demnach ist eine Probe mit $1\ \mu\text{m}$ Interface und $H = 304\ \mu\text{m}$ in der Lage eine ähnliche Last zu tragen wie eine Probe mit $3\ \mu\text{m}$ Interface und einer $50\ \mu\text{m}$ größeren Dicke.

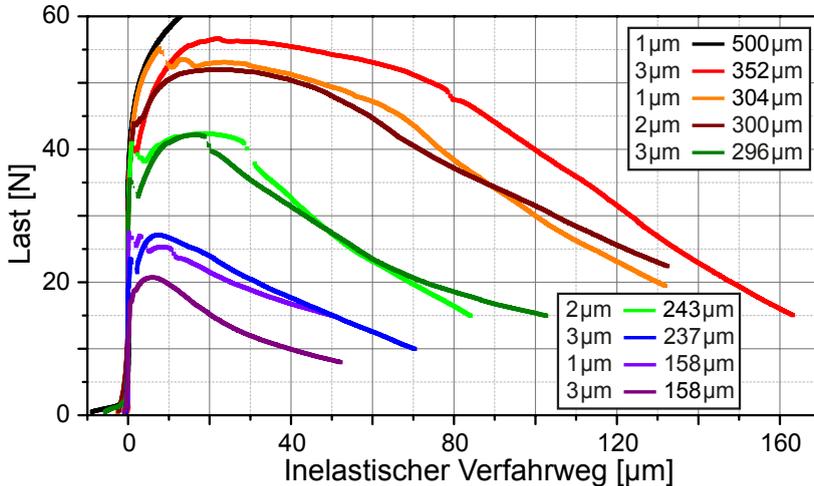


Abbildung 4.23: Push-Out-Kurven diverser HIP-Proben mit unterschiedlicher Proben- und Interfacedicke.

Nach dem Ablösen verbleiben alle HIP-Proben auf einem hohen Lastniveau, wobei die Länge des Plateaus abhängig von der Probendicke ist. Je größer die Dicke einer Probe, desto länger ist das Plateau. Der Abschluss des Plateaus ist durch einen weiteren geringen Lastabfall gekennzeichnet, jedoch immer begleitet von einer anderen Steigung des folgenden Teils der Last-Weg-Kurve. Der abschließende Abschnitt, welcher rein durch Reibung bestimmt ist, verläuft linear, teilt sich jedoch bei vielen Proben in zwei Abschnitte unterschiedlicher Steigung, wobei die Steigungen verschiedener Proben einander ähneln (s. Abbildung 4.23).

Zusammenfassend sind unabhängig von der Herstellungsart dickere Proben in der Lage größere Lasten zu tragen, wobei dies bei HIP-Proben auch für dünnere Interfacedicken gilt. Ab $40\ \text{N}$ kommt es hier jedoch zu einer plastischen Verformung der Faser. Es wurden zwei Arten von CVD-Proben beobachtet, deren maximale Last stark voneinander abweicht. Dies lässt sich mit der in den Voruntersuchungen beobachteten Lücke zwischen Faser und Interface erklären. Zuletzt folgen CVD Proben mit hoher maximaler Last der klassischen Last-Weg-Kurvenform für eine reibungsarme Grenzschicht mit starkem Lastabfall nach kompletten Debonding, wohingegen die Form der Kurve von HIP-Proben auf einen hohen Reibungsanteil schließen lässt.

5 Diskussion

Die Diskussion der Ergebnisse konzentriert sich auf die gemessenen Eigenschaften der Proben und ihren Einfluss auf den Push-Out-Test. Damit verbundenen ist die Frage der Validität der Bestimmung von Materialparametern mittels Shear-Lag-Analyse.

5.1 Dichte der Matrix

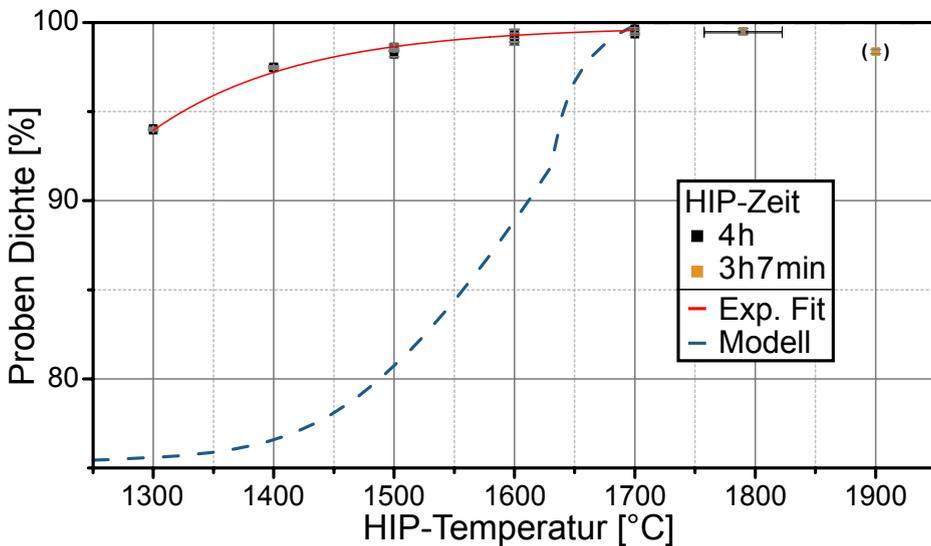


Abbildung 5.1: Vergleich von experimentellen Daten und einem Modell von Redouani *et al.* bezüglich der erreichbaren Dichte beim HIPen (200 MPa, 4 h) von Wolfram [21].

Wie die Ergebnisse in Kapitel 4.2.1 zeigen, gibt das in Kapitel 2.1.1 vorgestellte analytische Modell von Redouani und Boudrahem die Verdichtungskurven der in dieser Arbeit verwendeten Pulver nicht korrekt wieder [21]. In Abbildung 5.1 sind einige experimentelle Resultate der Dichtemessungen von Proben, die bei 200 MPa hergestellt wurden, und die entsprechenden Vorhersagen des besagten Modells gezeigt. Dort ist zu erkennen, dass gerade für niedrigere Temperaturen die Werte drastisch voneinander abweichen. Die Vorhersagen des Modells liegen immer unter den gemessenen Werten und weichen um bis zu 21% relativer Dichte voneinander ab. Die Vorhersage, dass es bei 1700 °C , 200 MPa und

4 h Prozesszeit möglich sei, dichte Proben herzustellen, trifft jedoch zu. Messwerte entsprechender Proben sind mit bis zu $19,23 \text{ g/cm}^3$ sehr nah am Literaturwert von $19,3 \text{ g/cm}^3$ und damit als dicht zu bezeichnen [19].

Die Dichte der Matrix spielt jedoch bei der Betrachtung der Push-Out-Tests keine Rolle, da alle Proben bei identischen Bedingungen geHIPt wurden, $1500 \text{ }^\circ\text{C}$, 200 MPa für 4 Stunden, und somit eine ähnliche Dichte von im Mittel $98,5 \%$ aufweisen. Da, wie die Ergebnisse gezeigt haben, die Dichte innerhalb einer Kapsel um bis zu $0,5 \%$ variieren kann, ist eine maximale Abweichung in dieser Größe zwischen den einzelnen Proben ebenfalls anzunehmen. Jedoch sollte sich diese Abweichung nicht signifikant in den mechanischen Eigenschaften und damit in den Messwerten der Push-Out-Tests widerspiegeln.

5.2 Mechanische Eigenschaften von Faser und Matrix

Die in Kapitel 4.2.4 gezeigten Ergebnisse der Mikrohärte der Fasern werfen im Zusammenhang mit denen in Abschnitt 4.3.1 gezeigten Ergebnissen die Frage über den Ursprung der unterschiedlichen Tiefen der Eindrücke des Indenters bei CVD- und HIP-Proben auf. Die berechneten Mikrohärte-Werte auf Basis der experimentellen Daten der Bachelorarbeit von Till Schulzendorff liegen für beide Probentypen mit $4,7 \text{ GPa}$ bis $4,9 \text{ GPa}$ nahe beieinander und im Bereich der jeweiligen Fehlerbalken [78]. Dabei sind die für die geHIPten Proben gemessenen Werte stets höher als die für die CVD-Proben. Anhand der REM-Aufnahmen ist klar zu erkennen, dass die plastische Verformung gerade im Fall der HIP-Proben wesentlich stärker ist und die Eindrücke bis zu $70 \text{ }\mu\text{m}$ tief sind, während für CVD-Proben maximal $3 \text{ }\mu\text{m}$ gemessen wurden. Da für beide Probentypen die gleiche Faser verwendet wurde, ist jedoch zu erwarten, dass die geHIPten Proben eine niedrigere Mikrohärte aufweisen. Dies lässt sich durch die größeren Körner und die durch die hohen Herstellungstemperaturen niedrigere Defektdichte der erhaltenen und rekristallisierten Faser erklären. Dass mit höherer Temperatur bei den verwendeten Wolframfasern auch die Korngröße steigt, wurde bereits experimentell untersucht und bestätigt [82, 22]. Ebenso wurde am Beispiel der Zugfestigkeit gezeigt, dass sich die hohen Temperaturen auf andere mechanische Eigenschaften der Faser negativ auswirken [22]. Aufgrund der geringen Anzahl von vier Proben, die in der genannten Bachelorarbeit untersucht wurden, sollten weitere Proben getestet werden um für eine bessere Statistik zu sorgen und um eine eventuelle Abweichung der Messwerte festzustellen und eine Fehlmessung auszuschließen.

Die Mikrohärte-Messwerte der Matrix können mit den in Abschnitt 4.3.1 präsentierten Ergebnissen zur Kornstruktur der Oberfläche von CVD und HIP Push-Out-Proben erklärt werden. So wurde beobachtet, dass bei CVD-Proben in Fasernähe, bedingt durch den Prozess der chemischen Gasphasenabscheidung, vermehrt kleine Körner auftreten. Jedoch wurden im Gebiet um die Faser auch die Indentationen der Härtemessungen vorgenommen. Die kleinen Körner haben im Vergleich zu HIP-Proben eine höhere Korngrenzen-

dichte zur Folge, was wiederum zu einem höheren Härtewert führt. Da mit abnehmender Korngröße die Bruchzähigkeit ebenfalls steigt, kann anhand der Kornstruktur auch der Unterschied der HIP- und CVD-Proben im Bezug auf das Bruchverhalten der Matrix beim Push-Out-Test erklärt werden. Durch die im Vergleich geringere Bruchzähigkeit der geHIPten Proben können in den Querschliffen, gerade im unteren Bereich der Probe, große Risse beobachtet werden, die bei den CVD-Proben nicht vorhanden sind.

5.3 Interface

Wie im Kapitel 4.3.1 beschrieben wurde, unterscheidet sich das Interface von CVD und HIP-Proben stark, obwohl beide Probentypen auf gleich beschichteten Fasern basieren. Jedoch wurde das Interface der CVD-Proben während der Gasphasenabscheidung mit Fluor angereichert und somit chemisch verändert, während das Interface der geHIPten Proben durch den Herstellungsprozess stark verformt wurde. Allerdings findet das Ablösen bei den durchgeführten Push-Out-Tests fast ausschließlich zwischen der Faser und dem Interface statt. Es kann also davon ausgegangen werden, dass in beiden Fällen die Grenzschicht zur Matrix eine höhere Scherfestigkeit besitzt als die Grenzschicht zur Faser. Dies lässt sich durch die beobachteten W-Dendriten im Fall von CVD-Proben und anhand der komplexen 3D-Struktur im Fall der HIP-Proben erklären, die jeweils die Grenzschicht zur Matrix bilden. Diese können die auftretenden Scherkräfte besser in die Matrix ableiten, woraus eine hohe Scherfestigkeit resultiert. Trotz einer gewissen Reistrahigkeit der Faser, bedingt durch ihre Herstellung, ist somit die Grenzschicht zwischen Faser und Interface wesentlich glatter, was eine geringere Scherfestigkeit zur Folge hat.

Wie anhand der in Abschnitt 4.3.2 gezeigten Last-Weg-Kurven und der in Abbildung 5.2 dargestellten Last der initialen Ablösung in Abhängigkeit zur Probendicke und deren Probentyps zu sehen ist, gibt es trotzdem einen Unterschied der Scherfestigkeit zwischen den untersuchten Probentypen. Demnach gibt es für das Interface von mit CVD hergestellten Proben zwei Typen; solche die im Vergleich zu den HIP-Proben eine hohe Last aushalten und jene die bereits bei einer geringen Last ablösen. Dieses Verhalten kann mit den in Abschnitt 4.3.1 beobachteten Lücken zwischen Faser und Interface erklärt werden, die auf Probleme beim Er_2O_3 -Beschichtungsprozess schließen lassen. Im Fall der geHIPten Proben ist die für das Ablösen benötigte Last und damit auch die Scherfestigkeit des Interface von der Interfacedicke abhängig (s. Abbildung 5.2). Je dünner das Interface, desto höher ist die bei gleicher Probendicke benötigte Last für das Ablösen der Faser. Dabei muss berücksichtigt werden, dass die herstellungsbedingte Verformung des Interface absolut gesehen gleich ist, was eine relativ höhere Verformung bei dünnen Interfaces bewirkt. Die angefertigten Querschliffe zeigen, dass sich das Interface verformt, ohne dass Schäden an Faser oder Matrix erkennbar sind. Somit hat es eine gewisse Pufferwirkung und schützt im Bereich der Indentereindrücke die Matrix vor plastischer Verformung. Diese Wirkung

ist dabei für ein dickeres Interface größer als für ein dünneres, womit eine Probe mit $1\ \mu\text{m}$ Interface bei gleicher Eindringtiefe des Indenters in die Faser eine stärkere Verpressung erfährt als eine Probe mit $3\ \mu\text{m}$ Interface. Da grundsätzlich die für das Ablösen benötigte Last zudem von der Probendicke abhängig ist, lässt sich mit dem beschriebenen Effekt die Interfacedickenabhängigkeit der Ablöselast bei gleicher Probendicke erklären. Hinzu kommt, dass durch die stärkere Verpressung bei dünnem Interface auch eine höhere Last zum Debonding benötigt wird, die wiederum einen tieferen Indentereindruck und eine noch stärkere Verpressung bewirkt. Dadurch wirkt dieser Effekt selbstverstärkend.

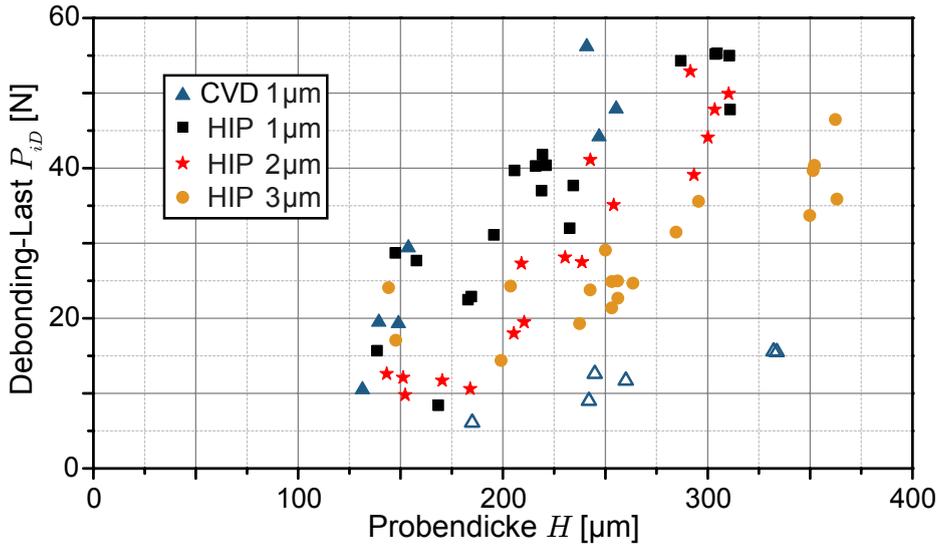


Abbildung 5.2: Last der initialen Ablösung der Push-Out-Tests in Abhängigkeit von der Probendicke von CVD- und HIP-Proben. Offene Symbole stehen für Proben mit einer Lücke zwischen Interface und Faser vor dem Push-Out-Test.

Weiterhin haben die elektronenmikroskopischen Untersuchungen gezeigt, dass sich das Interface zwischen HIP- und CVD-prozessierten Proben auch in seiner Kornstruktur unterscheidet. Durch die hohen Herstellungstemperaturen der HIP-Proben weist das Erbiumoxid ein verstärktes Kornwachstum auf. Dadurch zeigt das Interface geHIPter Proben eine größere Kornstruktur als das von CVD-Proben. Aufgrund der dadurch vermindernten Festigkeit konnte auch eine stärkere Schädigung der HIP-Interface durch den Push-Out-Prozess beobachtet werden. Somit wird im Laufe des Test das Interface irreversibel beschädigt, was im Fall der CVD-Proben in der Regel nicht beobachtet wird. Dies ist, neben den beobachteten Verformungen der Faser und der damit zusammenhängenden Effekte, sowie den dadurch veränderten Spannungszustand der Proben beim Push-Out-Test, der Grund, warum sich die Last-Weg-Kurven der untersuchten Probentypen unterscheiden. Als Beispiel sind in Abbildung 5.3 Kurven eines jeden Typs gezeigt. Das unterschiedliche Verhalten der Proben lässt sich dabei anhand der beschriebenen mikrostrukturellen

Unterschiede der Proben erklären. Wie bereits geschildert, ist dabei nicht nur das Interface wichtig, sondern auch das Verhalten der Matrix und der Faser. Deren Interaktion verhindert bei den geHIPten Proben nach dem kompletten Ablösen einen großen Lastabfall, womit vergleichsweise mehr Energie benötigt wird um die Faser den gleichen Weg herauszudrücken (s. Abschnitt 5.4). Wenn die gezeigten Kurven mit denen in der Literatur beschriebenen Typen verglichen werden (s. Abbildung 2.7 (d)) ist zu erkennen, dass die Scherspannung aufgrund der Interfacefestigkeit bei CVD-Proben wesentlich höher sein muss als die Scherspannung aufgrund der Reibung, wohingegen bei HIP-Proben beide Faktoren ähnlich groß sein müssen.

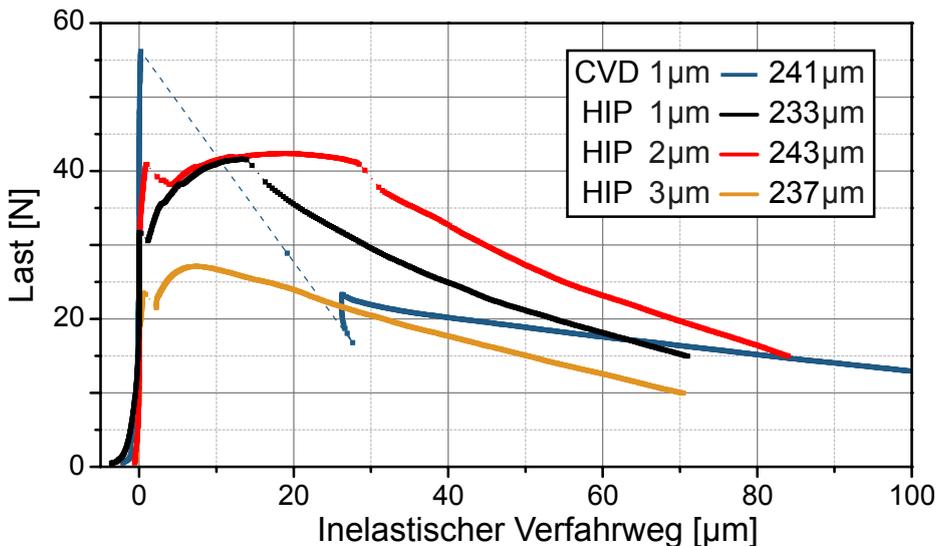


Abbildung 5.3: Vergleich korrigierter Last-Weg-Kurven der untersuchten Proben.

In Abbildung 5.3 ist das für CVD-Proben typische Push-Out-Verhalten gut zu erkennen. Diese benötigen eine im Vergleich zu den HIP-Proben hohe Last damit sich die Faser komplett vom Interface ablöst, was wiederum von einem großen Lastabfall gefolgt ist. Die hohe Ablöselast ist auch an den Ergebnissen, die in Abbildung 5.2 dargestellt sind, zu erkennen. So benötigen CVD-Proben mit einer Dicke von 250 µm eine bis zu 15 N höhere Last zum kompletten Ablösen der Faser. Daraus folgt, dass die Scherfestigkeit der Faser-Interface Grenzschicht der CVD-Proben größer ist als die von HIP-Proben. Der Grund dafür könnte erneut in der größeren Korngröße der Erbiumoxidschicht von HIP-Proben zu finden sein. Da jedoch die Interfaceschicht der CVD-Proben aufgrund des zusätzlich vorhandenen Fluors eine andere Zusammensetzung hat, ist der genaue Einfluss nicht endgültig zu klären.

Zudem ist festzustellen, dass nicht abschließend geklärt werden kann, ob das Debonding bei den CVD-Proben, wie von den in Kapitel 2.3 vorgestellten Shear-Lag-Modellen an-

genommen, an der Probenoberseite beginnt und Richtung Unterseite entlang der Faser vonstatten geht. Die gezeigten Effekte verdeutlichen jedoch, dass sich die geHIPten Proben in ihrem Push-Out-Verhalten deutlich von den Voraussetzungen unterscheiden, die in den Shear-Lag-Modellen zur Berechnung der Scherfestigkeit und anderer Interfaceparameter gemacht werden. So würde eine Shear-Lag-Analyse der HIP-Proben, aufgrund der Abweichung vom vorausgesetzten, rein linear-elastischen Verhalten keine belastbaren Ergebnisse bringen. Zusätzlich zeigen die Beobachtungen des Verhaltens der HIP-Proben, dass das Interface zusammen mit Faser und Matrix als Einheit betrachtet werden muss, die den Ablöseprozess bestimmt. Somit ist es im Grunde genommen auch inkorrekt, von einer Scherfestigkeit des Interface zu sprechen. Im Fokus der Untersuchungen sollte vielmehr die Interfaceregion als Ganzes mit ihren vielfältigen und komplexen Interaktionen stehen.

5.4 Energiebetrachtung

Die Last-Weg-Kurven des Push-Out-Tests sind eine Antwort des Gesamtsystems auf die aufgebrachte Last. Um die getesteten Proben weitergehend miteinander zu vergleichen, bietet sich eine Energiebetrachtung in Form einer Integration der elastisch korrigierten Last-Weg-Kurven an. Die Korrektur ist dabei wichtig, da unterschiedliche Probendicken und Unterschiede beim Klemmen der Proben auf dem Probenhalter, sowie andere nichtlineare Einflüsse des Testaufbaus, dazu führen, dass sich der elastische Anteil verschiedener Proben unterscheiden kann. So aufbereitete Kurven beinhalten somit nur den plastischen und durch Reibung erzeugten Anteil der Antwort des Faser-Interface-Matrix-Systems. Das genaue Vorgehen bei der elastischen Korrektur und der Integration sind in Kapitel 3.2.3 beschrieben. In Abbildung 5.4 sind normierte Werte der Integration der Last-Weg-Kurven gezeigt. Die Normierung findet dabei wie folgt statt: $E_D = \int_0^D F(x)dx/D$, wobei $F(x)$ der Kraftverlauf der Last-Weg-Kurve ist und D der bei 0 beginnende Verfahrensweg, über den integriert wird (30 μm , 70 μm oder 110 μm). Dort ist zu erkennen, dass für die ersten 30 μm eines Push-Out-Tests mehr Energie benötigt wird als für insgesamt 70 μm oder 110 μm , mit Ausnahme einer HIP-Probe mit 350 μm Dicke. Da in den ersten 30 μm die höchste Last anliegt und das Ablösen der Faser stattfindet, ist dies nicht verwunderlich. Zudem wird bei einem längeren Verfahrensweg im Fall der Integration über 70 μm und 110 μm die Faser-Fläche, die noch im Kontakt mit dem Interface ist, kleiner, womit bei konstanter Reibung die nötige Energie um die Faser weiter herauszudrücken abnimmt. Des Weiteren kann in Abbildung 5.4 erneut gesehen werden, dass bei gleicher Probendicke ein dünneres Interface bei HIP-Proben eine höhere Last und damit mehr Energie für das Herausdrücken benötigt, als dickere Interfaces. Zudem zeigen die via CVD hergestellten Proben, dass für deren Herausdrücken um 30 μm oder 70 μm trotz höherer Maximallast weniger Energie benötigt wird. An dieser Stellen muss erwähnt werden, dass die Werte

für die CVD-Proben eine obere Schranke darstellen, da bei diesen ein unkontrollierbares Herausdrücken der Faser dem kompletten Ablösen folgt (s. Kapitel 3.2.3). Somit sind die Angaben für die CVD-Proben mit größerem, nicht näher quantifizierbarem Fehler behaftet.

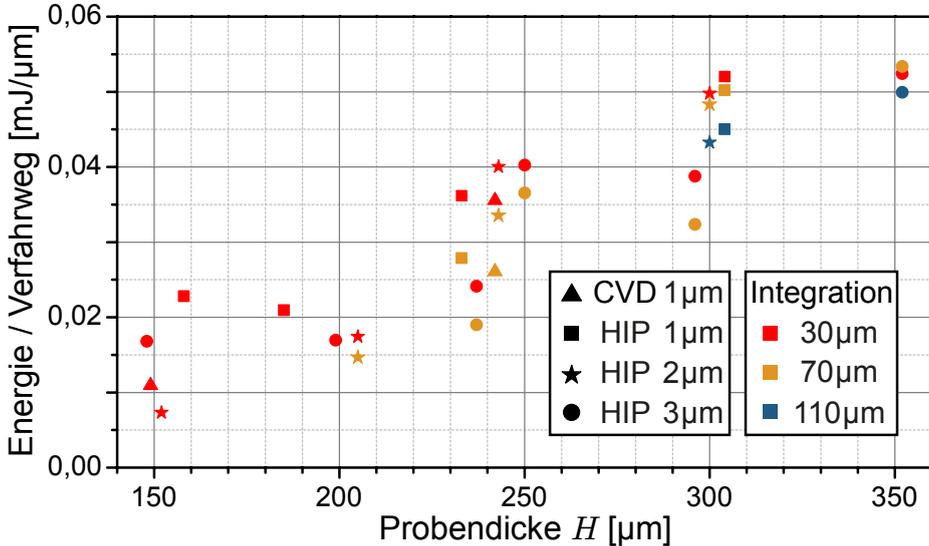


Abbildung 5.4: Energie, normiert auf den jeweiligen inelastischen Verfahrenweg (30 μm , 70 μm oder 110 μm), über den integriert wurde, in Abhängigkeit der Probendicke für komplett gedrückte Proben (s. Kapitel 4.3.2 und 3.2.3).

Die eben erfolgte Betrachtung gibt jedoch keinen genauen Aufschluss über das Verhalten der unterschiedlich hergestellten Proben im Reibungsteil. Um diesen genauer zu untersuchen, wurden erneut die Last-Weg-Kurven integriert, wobei diesmal lediglich der Reibungsteil berücksichtigt wurde. Die dafür nötige untere Integrationsgrenze d_0 wurde für alle Proben individuell festgelegt um sicherzustellen, dass nur der Reibungsteil Berücksichtigung findet. Für viele Proben konnte ab einem korrigierten Verfahrenweg von 20 μm integriert, da ab diesem meist ein linearer Verlauf der Last-Weg-Kurve zu beobachten ist. Für die restlichen Proben wurde, beginnend vom Ende der Last-Weg-Kurve, eine lineare Anpassung vorgenommen und der Punkt als Integrationsgrenze benutzt, dessen Lage signifikant vom linearen Verhalten abweicht. Ein weiteres Kriterium ist, dass Kurven dickerer Proben eine Last von 40 N unterschritten haben müssen um in den integrierten Teil zu fallen. Hierdurch kann der Einfluss von plastischen Verformungen auf die Auswertung minimiert werden. So lässt sich die Reibungsenergie E_r bestimmen zu:

$$E_r = \int_{d_0}^{d_0+r} F(x) dx$$

Wobei d_0+r der letzte x-Wert der korrigierten Last-Weg-Kurve ist und somit r den gesam-

ten Verfahrensweg darstellt, über den integriert wird. Die so bestimmte Energie E_r , normiert auf r , lässt sich als Widerstand $F_r = E_r/r$ gegen das Herausdrücken einer hypothetischen Faser von $1\ \mu\text{m}$ Länge interpretieren. Um unterschiedliche Proben miteinander zu vergleichen sind jedoch die jeweiligen Probendicken zu berücksichtigen, die zu unterschiedlichen Lasten führen, die für das Herausdrücken der Faser benötigt wurden. Um diesen Einfluss herauszurechnen, wurden die berechneten Energien auf die mittlere Last \bar{F} , die in dem jeweiligen Integrationsbereich herrscht, normiert. Auf diese Weise können alle Proben unabhängig von ihrer Probendicke miteinander verglichen werden. Dabei berechnet sich \bar{F} auf folgende Weise:

$$\bar{F} = \frac{F(d_0) - F(d_0 + r)}{2} + F(d_0 + r).$$

Wenn F_r als Normalkraft interpretiert wird, die den Widerstand gegen das Herausdrücken der Faser und somit die Reibung zwischen Faser und Interface bewirkt, kann \bar{F}/F_r als effektiver Reibungskoeffizient μ^* betrachtet werden. μ^* ist in Abbildung 5.5 gegen die Probendicke der untersuchten Proben aufgetragen, wobei darin zwischen unterschiedlichen Probentypen differenziert wird. Aufgrund der hohen Genauigkeit der Messapparatur der Push-Out-Tests, liegt der resultierende statistische Fehler von μ^* in der Größenordnung von 0,1% und ist damit zu vernachlässigen.

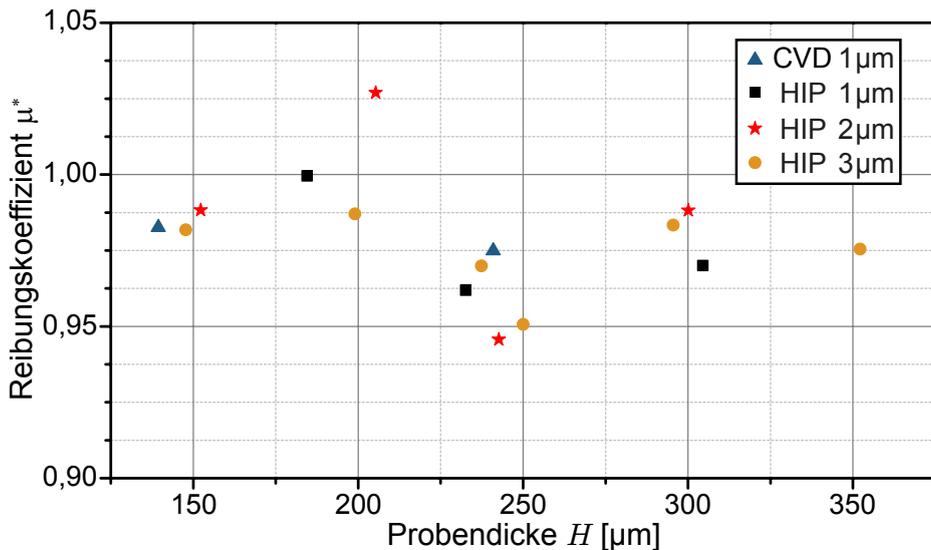


Abbildung 5.5: Effektiver Reibungskoeffizient in Abhängigkeit von der Probendicke verschiedener Proben.

Anhand der in Abbildung 5.5 dargestellten Werte ist zu erkennen, dass sich sowohl CVD-Proben als auch HIP-Proben unabhängig von ihrer Interfacedicke im abgelösten Zustand ähnlich verhalten. Der Mittelwert aller bestimmten Werte von μ^* liegt bei 0,98. Die be-

obachtete Streuung lässt sich mit den Eigenheiten der individuellen Proben erklären. So weist die Probe, die in Abbildung 4.18 als Extrembeispiel für die reibungsverstärkende Wirkung von abgelösten Wolframkörnern im Interface gezeigt wurde, einen Wert von $\mu^* = 1,20$ auf. Da jedoch der so bestimmte Wert nicht auf reiner Reibung, sondern auf das Risswachstum in Faser und Matrix zurückzuführen ist, ist dieser Wert in Abbildung 5.5 nicht angegeben. Dies zeigt jedoch exemplarisch, dass Proben, deren Interface nach erfolgtem Debonding der Faser nicht komplett intakt ist, einen höheren effektiven Reibwert aufweisen können, der auf reibungssteigernde Mikroeffekte zurückzuführen ist.

Wenn diese Werte mit Reibungskoeffizienten verglichen werden, die für ähnliche Push-Out-Proben bestimmt wurden, deren Auswertung jedoch auf Shear-Lag-Modellen beruht, ergibt sich eine Auffälligkeit. So entsprechen die von J. Du für CVD-Proben mit Interfacedicke von $0,6\ \mu\text{m}$ und $1\ \mu\text{m}$ bestimmten Reibungskoeffizienten einem Wert von $0,64$ beziehungsweise $2,24$ [15]. Unabhängig davon, dass der absolute Wert von den hier bestimmten Werten abweicht, ist jedoch zu beobachten, dass ein signifikanter Unterschied aufgrund der Interfacedicke besteht, welcher für die über die Energiebetrachtung bestimmten Werte nicht beobachtet werden kann. Da jedoch ein Reibungskoeffizient nur von den beteiligten Materialien bestimmt wird und nicht von deren Dicke abhängig ist, zeigt dies, dass eine Auswertung über die für die Auswertung von Pull-Out-Tests entwickelten Shear-Lag Modelle mit Vorsicht betrachtet werden muss.

So ist generell festzuhalten, dass in Proben, die eine hohe Interaktion zwischen den Komponenten des Komposites aufweisen, die Voraussetzungen für die Auswertung des Push-Out-Tests mittels Shear-Lag-Analyse nicht gegeben sind. Zumal der Push-Out-Test entwickelt wurde um einfach Materialparameter zu bestimmen, damit das Verhalten von faserverstärkten-Kompositmaterialien vorhergesagt werden kann. Da jedoch nicht zuletzt der Lastfall des Push-Out-Tests ein anderer ist als der beim Faser-Pull-Out im Komposit, sind via Shear-Lag-Analyse bestimmte Interfaceparameter in ihre Aussagekraft eingeschränkt. Jedoch bietet der Push-Out-Test einen gute Möglichkeit die vielfältigen mikrostrukturellen Interaktionen der Faser-Interface-Matrix-Region zu untersuchen, die das Ablöseverhalten letztendlich bestimmen. Aus den resultierenden Last-Weg-Kurven lässt sich zudem eine Aussage über das für die Energiedissipation wichtige Reibungsverhalten der Proben gewinnen. Jedoch ist dabei immer der durch den Testaufbau beeinflusste Spannungszustand zu berücksichtigen, womit ein Vergleich mit alternativen Testmethoden interessant ist.

Als Alternative bietet sich der Pull-Out-Test an, dessen Probenpräparation jedoch aufwendiger ist als im Fall der Push-Out-Tests und unter Umständen nicht durchgeführt werden kann. Weiterhin bietet sich auch ein Fragmentation-Test an, der eine erweiterte Analyse von Zugversuch-Proben darstellt [83, 84]. Dabei werden die Materialparameter bereits unter ähnlichen Spannungszuständen bestimmt, wie die beim späteren Einsatzfall. Somit ist ein Vergleich solcher Tests mit den in dieser Arbeit gewonnen Resultaten besonders interessant.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Der Nutzung der Kernfusion als Quelle zur Erzeugung von elektrischem Strom steht unter anderem der Zugriff auf passende Materialien für die Erste-Wand und dem Divertor entgegen. Diese müssen imstande sein den hohen Wärmelasten, Teilchenströmen und Strahlendosen über längere Zeit standzuhalten. Wolfram, welches aufgrund seiner geringen Wasserstoffrückhaltung, geringen Erosionsraten unter fusionsrelevanten Plasmen und seiner guten thermischen Eigenschaften als Hauptmaterialkandidat für die Verwendung im Divertor betrachtet wird, besitzt jedoch eine geringe Zähigkeit, die zur Bildung von Rissen und zum Versagen der betroffenen Komponente führen kann. Um dies zu verhindern wurde der Werkstoff Wolfram-Faserverstärktes Wolfram (W_f/W) erdacht, der aus einer Wolfram-Matrix besteht in welche Wolfram-Fasern, umgeben von einer Interface-Schicht, eingebettet sind. Das Interface ermöglicht, wie in keramischen Faser-Verbundwerkstoffen, dass verschiedene Mechanismen, die unter anderem auf dem Ablösen der Faser beruhen, die Rissspitzenenergie im Werkstoff dissipieren können und so die Rissausbreitung gestoppt wird. Somit entsteht eine echte Schadenstoleranz gegenüber auftretenden Rissen, womit die Zähigkeit von W_f/W verglichen mit der von reinem Wolfram steigt obwohl es fast ausschließlich aus Wolfram besteht.

Bisher wurden Proben von W_f/W mittels chemischer Gasphasenabscheidung (CVD) hergestellt. Anhand von Einzelfaser-Proben wurde mittels eines Push-Out-Tests gezeigt, dass sich die Faser bei der Verwendung unterschiedlicher Interface-Materialien bei entsprechender Belastung von der Matrix lösen kann und somit eine Zähigkeitssteigerung potentiell möglich ist. Bei Push-Out-Tests wurde die Faser einer speziell präparierten Probe mittels eines Stempels aus der Matrix herausgedrückt, dabei wurde die resultierende Last-Weg-Kurve aufgenommen. Später wurde dieser Effekt für Multifaser- W_f/W Proben mittels eines 3-Punkt-Biegeversuchs bestätigt und somit bewiesen, dass das Konzept der Faserverstärkung für W_f/W funktioniert. Ein Nachteil der Probenherstellung mittels CVD ist seine Skalierbarkeit in Bezug auf die Herstellungszeit, die für größere Proben sehr lang sein kann. Die Pulvermetallurgie (PM), speziell der Prozess des heißisostatischen Pressens (HIP), als industriell etablierte Methode der Herstellung von Wolfram-Werkstoffen hat diesen Nachteil nicht. Aufgrund dessen war es Ziel dieser Arbeit zu zeigen, dass es möglich ist Einzelfaser- W_f/W via HIP herzustellen. Zudem sollte anhand dieser Proben mittels eines Push-Out-Tests gezeigt werden, dass ein Ablösen zwischen Faser und Matrix möglich ist und somit ebenfalls eine Zähigkeitssteigerung von PM- W_f/W gegenüber

reinem Wolfram zu erwarten ist.

Dafür sind aus Wolframpulver gepresste Tabletten, zwischen denen sich mit Erbiumoxid (Er_2O_3) beschichtete, ca. 10 mm lange Wolframfasern befanden, in eine Tantal-Kapsel gelegt worden, die anschließend unter Vakuum verschweißt wurde. Im Anschluss sind die Kapseln bei $1300\text{ }^\circ\text{C}$ - $1900\text{ }^\circ\text{C}$ bei 200 MPa oder 250 MPa für 4 Stunden geHIPt worden. So verdichtete Kapseln besitzen abhängig von den HIP-Parametern eine Dichte von 94 % bis 99,5 %. Als Grundlage für die Präparierung der Push-Out-Proben wurden Kapseln ausgewählt, die bei $1500\text{ }^\circ\text{C}$ und 200 MPa für 4 Stunden verdichtet wurden. Um zusätzlich den Einfluss des Interface studieren zu können wurden Fasern mit Interfacedicken von $1\text{ }\mu\text{m}$, $2\text{ }\mu\text{m}$ und $3\text{ }\mu\text{m}$ untersucht. Als Referenz sind zudem mittels CVD hergestellte Proben getestet worden.

Es ist wichtig zu verstehen, dass die Randbedingungen, die sich aus der praktischen Durchführbarkeit des Push-Out-Tests ergeben, einen Einfluss auf die Ergebnisse des Tests haben können. So wurde anhand von FEM-Simulationen gezeigt, dass wenn der Stempeldurchmesser kleiner ist als der Faserdurchmesser und gleichzeitig der Lochdurchmesser im Probenhalter größer ist als der Faserdurchmesser, das Maximum der Scher- und Normalspannung nicht an der Probenoberfläche sondern darunter zu finden ist. Zudem wirkt dann die Normalspannung im Bereich der Probenoberseite als Druckspannung und im Bereich der Probenunterseite als Zugspannung. Aus diesem Grund ist eine Auswertung nach der für den Push-Out-Test üblichen Shear-Lag-Analyse nicht zulässig, da die Voraussetzungen dafür nicht gegeben sind. Die aus dem Spannungszustand resultierenden Effekte wurden anhand der Ergebnisse der erstmals für HIP- W_f/W durchgeführten Push-Out-Tests für alle Interfacedicken beobachtet. So ist zwar ein Ablösen der Faser von der Matrix zu erkennen, doch häufig geht ein Brechen der Matrix im unteren Probedrittel damit einher. Zudem ist eine plastische Verformung der Faser durch den Stempel ab einer aufbrachten Last von 35-40 N für HIP-Proben zu erkennen. Diese kann für dicke Proben ($300\text{ }\mu\text{m}$) eine Tiefe von bis zu $70\text{ }\mu\text{m}$ erreichen, was zu einer starken Verpressung der Faser führt. Diese erhöht die zum Herausdrücken der Faser nötige Last weiter.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde für Push-Out-Proben erstmals eine umfassende Mikrostrukturanalyse mittels Rasterelektronenmikroskopie an Querschliffen von Proben durchgeführt, die sich in unterschiedlichen Stadien der Faserablösung befanden. Diese einzigartigen Untersuchungen haben eine Evolution der Mikrostruktur des Interface offenbart und somit das Verständnis der Ablösemechanismen wesentlich verbessert. So ist das Interface von geHIPten Proben durch die Herstellung stark verformt, da sich bei der Verdichtung die Pulverkörner der Matrix in das Interface drücken und dieses somit eine komplexe 3D-Struktur bildet. Dadurch ist die Scherfestigkeit der Grenzschicht zwischen Faser und Interface geringer als jene der Grenzschicht von Matrix und Interface. Das Ablösen ist somit immer zwischen Faser und Interface zu beobachten. Außerdem konnte beobachtet werden, dass sowohl Körner der Faser als auch der Matrix durch die entstehende Reibung

beim Herausdrücken der Faser abgelöst werden können und vom Interface abtransportiert werden. Hierdurch kann es dazu kommen, dass sich die gelösten Körner an engen Stellen des Interface verkeilen und zu einer Erhöhung der Reibung führen, was im Extremfall zum Zerreißen der Faser oder Brechen der Matrix führen kann. Für Interfacedicken größer als $1\ \mu\text{m}$ wurde dieser Effekt aufgrund des im Mittel dickeren Interface nicht beobachtet.

Die untersuchten CVD-Proben verhielten sich grundsätzlich anders. Diese wiesen ebenfalls eine Modifizierung des Interface auf, diese war jedoch dadurch geprägt, dass sich während des Abscheidungsprozesses der Matrix Wolframdendriten im Interface bildeten und dieses sich mit Fluor anreicherte. Das Ablösen der Faser trat ebenfalls an der Grenzfläche zum Interface auf womit davon auszugehen ist, dass die Dendriten für eine höhere Scherfestigkeit der Interface-Matrix-Grenzfläche sorgen. Zudem wurde keine plastische Verformung der Faser beobachtet. Das unterschiedliche Verhalten von CVD- und HIP-Proben zeigt sich am deutlichsten anhand der Last-Weg-Kurven der Push-Out-Tests. Die Last-Weg-Kurven der mittels CVD hergestellten Proben weisen im Anschluss an einen linear-elastischen Anstieg, dessen Ende durch das Erreichen der maximalen Last gekennzeichnet ist, einen abrupten Lastabfall auf, der durch das Ablösen der Faser verursacht wird. HIP- W_f/W -Proben hingegen weisen diesen starken Abfall nicht auf. Dies ist durch die neu beobachteten Mechanismen zu erklären, die die Reibung beim Herausdrücken der Faser im Vergleich zu CVD-Proben stark erhöhen. Deswegen zeichnet sich der Bereich der Last-Weg-Kurve nach dem linear-elastischen Teil durch ein Plateau aus. Der genaue Verlauf ist abhängig von der Interfacedicke. So steigt für das $1\ \mu\text{m}$ Interface die Last weiter an, bevor sie langsam abfällt, wohingegen das Plateau für Proben mit $3\ \mu\text{m}$ Interface erst nach einem kurzem Lastabfall erreicht wird. Zudem ist für HIP-Proben, anders als für CVD-Proben, der Zeitpunkt des Ablösens der Faser aufgrund der plastischen Verformung derselben nicht eindeutig anhand der Last-Weg-Kurven ablesbar. Beiden Probentypen ist jedoch der abschließende reibungsbestimmte Teil der Last-Weg-Kurve gemein. Eine neu entwickelte Auswertungsmethode, die auf der Berechnung des nicht elastischen Anteils der während des Push-Out-Tests umgewandelten Energie beruht, lässt auf ähnliche effektive Reibungskoeffizienten für HIP- und CVD-Proben schließen.

Es wurde somit gezeigt, dass ein Ablösen der Faser von der Matrix für pulvermetallurgisch hergestelltes W_f/W erreicht werden kann und somit eine Zähigkeitssteigerung von W_f/W gegenüber reinem Wolfram zu erwarten ist. Dabei konnte erstmals ein tiefgreifendes Verständnis der mikrostrukturellen Prozesse des Ablösens und ihrer Entwicklung gewonnen werden. Weiterhin wurde gezeigt, dass der Push-Out-Test für PM- W_f/W nicht verwendet werden kann um auf einfache und schnelle Weise aussagekräftige Parameter über das Interface zu erhalten, welche die Modellierung des Multifaser-Komposits ermöglichen würden. Um dennoch entsprechende Parameter zu erhalten könnte ein Fragmentations-Test oder ein Pull-Out-Test durchgeführt werden. Zudem ist es wichtig den Spannungszustand der verwendeten Probentypen in-situ zu bestimmen. Mit den Ergebnissen wäre es

6 Zusammenfassung und Ausblick

möglich, bestehende FEM-Modelle zu verfeinern und Vorhersagen für W_f/W -Komponenten zu ermöglichen. Des Weiteren ist es für die Weiterentwicklung des Werkstoffes wichtig, die bestehenden Herstellungsverfahren zu optimieren um größere Multifaser-Proben herstellen zu können und ihr Verhalten unter fusionsrelevanten Bedingungen zu testen.

Anhang

Probendaten

Im Folgenden sind die genauen Dichtedaten, Herstellungsparameter und Interfacedicken der HIP-Proben aufgelistet. Dabei ist auch die Dichte der einzelnen Wolfram-Tabletten, mit denen die Kapseln befüllt worden sind, angegeben. Aus den Einzeldichten der Tabletten wurde die Ausgangsdichte der gesamten Kapsel gemittelt (Details s. Kapitel 3.1.1). Zur Veranschaulichung der Bezeichnung dient Abbildung 6.1. Die Messung der Dichte der Wolframtabletten wird nach

$$\rho_{\text{Tablette}} = \frac{m_{\text{Pulver}}}{\pi/4 \cdot d_{\text{Tablette}}^2 \cdot h_{\text{Tablette}}}$$

berechnet, wobei die Masse m_{Pulver} durch Wiegen des Pulvers, welches verpresst wurde, bestimmt werden kann. Die Höhe der Tablette h_{Tablette} kann nach dem Pressen mittels Messschieber ermittelt werden und der Durchmesser d_{Tablette} von 19 mm ist durch den Innendurchmesser der Pressform gegeben. Fehler können dabei vor allem durch die indirekte Bestimmung der Masse entstehen, da Pulverreste in den Presswerkzeugen verbleiben können. Deswegen wird ein Fehler von $0,1 \text{ g/cm}^3$ für die Dichte der Tabletten angenommen.

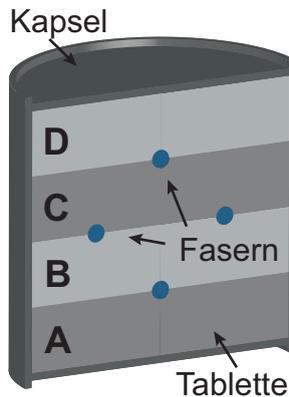


Abbildung 6.1: Schematische Darstellung eines Querschnitts durch eine befüllte HIP-Kapsel. Die Buchstaben bezeichnen die einzelnen Tabletten-Lagen.

Probenname	Ausgangsdichte		Finale Dichte	Interfacedicke	HIP-Parameter			Pulver
	[g/cm ³]	[%] ¹			[%] ²	Temperatur [°C]	Druck [MPa]	
H3F01	11,111	57,57	n. a.	1	1300	200	4	W10B
A 11,02 g/cm ³		B 11,03 g/cm ³		C 11,08 g/cm ³		D 11,32 g/cm ³		
H3F11	11,144	57,74	93,96 ± 0,05	2	1300	200	4	W10B
A 11,13 g/cm ³		B 11,14 g/cm ³		C 11,18 g/cm ³		D 11,12 g/cm ³		
H3F21	11,161	57,83	94,05 ± 0,06	3	1300	200	4	W10B
A 11,17 g/cm ³		B 11,19 g/cm ³		C 11,13 g/cm ³		D 11,15 g/cm ³		
H4F01	11,177	57,91	n. a.	1	1400	200	4	W10B
A 11,16 g/cm ³		B 11,17 g/cm ³		C 11,19 g/cm ³		D 11,19 g/cm ³		
H4F11	11,149	57,77	97,51 ± 0,06	2	1400	200	4	W10B
A 11,20 g/cm ³		B 11,18 g/cm ³		C 11,12 g/cm ³		D 11,09 g/cm ³		
H4F21	11,129	57,66	97,48 ± 0,07	3	1400	200	4	W10B
A 11,12 g/cm ³		B 11,11 g/cm ³		C 11,10 g/cm ³		D 11,19 g/cm ³		
H5F01	11,163	57,84	98,56 ± 0,12	1	1500	200	4	W10B
A 11,15 g/cm ³		B 11,20 g/cm ³		C 11,16 g/cm ³		D 11,14 g/cm ³		
H5F11	11,170	57,87	98,48 ± 0,08	2	1500	200	4	W10B
A 11,15 g/cm ³		B 11,16 g/cm ³		C 11,17 g/cm ³		D 11,21 g/cm ³		
H5F21 A ³	11,193	57,99	98,62 ± 0,18	3	1500	200	4	W10B
H5F21 B ³			98,22 ± 0,14					
A 11,17 g/cm ³		B 11,22 g/cm ³		C 11,19 g/cm ³		D 11,19 g/cm ³		
H6F01	10,028	51,96	99,35 ± 0,06	1	1600	200	4	W10A

	A 10,00 g/cm ³		B 9,96 g/cm ³		C 10,03 g/cm ³		D 10,13 g/cm ³		
H6F02	9,959	51,60	99,28 ± 0,35	1	1600	200	4	W10A	
	A 9,94 g/cm ³		B 9,93 g/cm ³		C 10,05 g/cm ³		D 9,91 g/cm ³		
H6F03	11,111	57,63	n. a.	1	1600	200	4	W10B	
	A 11,09 g/cm ³		B 11,08 g/cm ³		C 11,08 g/cm ³		D 11,24 g/cm ³		
H6F11	11,136	57,70	99,23 ± 0,36	2	1600	200	4	W10B	
	A 11,06 g/cm ³		B 11,14 g/cm ³		C 11,18 g/cm ³		D 11,16 g/cm ³		
H6F21	11,175	57,90	98,92 ± 0,19	3	1600	200	4	W10B	
	A 11,16 g/cm ³		B 11,17 g/cm ³		C 11,16 g/cm ³		D 11,22 g/cm ³		
H6F51	11,178	57,92	98,88 ± 0,08	1	1600/1300 ⁴	250/150 ⁴	0,73/0,17 ⁴	W10B	
	A 11,11 g/cm ³		B 11,27 g/cm ³		C 11,13 g/cm ³		D 11,21 g/cm ³		
H6F52	11,248	58,28	88,73 ± 1 ⁵	1	1600/1300 ⁴	250/150 ⁴	0,73/0,17 ⁴	W10B	
			99,34 ± 0,05		1600	250	4		
	A 11,17 g/cm ³		B 11,24 g/cm ³		C 11,31 g/cm ³		D 11,27 g/cm ³		
H6F53	11,085	57,43	98,46 ± 1 ⁵	2	1600/1300 ⁴	250/150 ⁴	0,73/0,17 ⁴	W10B	
	A 11,08 g/cm ³		B 11,05 g/cm ³		C 11,11 g/cm ³		D 11,10 g/cm ³		
H6F54	11,164	57,84	98,11 ± 1 ⁵	2	1600/1300 ⁴	250/150 ⁴	0,73/0,17 ⁴	W10B	
			91,52 ± 0,28		1600	250	4		
	A 11,21 g/cm ³		B 11,17 g/cm ³		C 11,09 g/cm ³		D 11,20 g/cm ³		
H6F55	11,097	57,50	98,10 ± 1 ⁵	3	1600/1300 ⁴	250/150 ⁴	0,73/0,17 ⁴	W10B	
	A 11,10 g/cm ³		B 11,12 g/cm ³		C 11,09 g/cm ³		D 11,09 g/cm ³		
H6F56	11,116	57,60	88,91 ± 1 ⁵		1600/1300 ⁴	250/150 ⁴	0,73/0,17 ⁴	W10B	

			n. a.	3	1600	250	4	
A 11,12 g/cm ³		B 11,09 g/cm ³		C 11,11 g/cm ³		D 11,12 g/cm ³		
H7F01	9,955	51,58	99,64 ± 0,06	1	1700	200	4	W10A
A 9,92 g/cm ³		B 9,95 g/cm ³		C 9,90 g/cm ³		D 10,05 g/cm ³		
H7F02	9,992	51,77	99,35 ± 0,06	1	1700	200	4	W10A
A 9,90 g/cm ³		B 9,98 g/cm ³		C 10,11 g/cm ³		D 9,98 g/cm ³		
H701	9,88	51,19	99,49 ± 0,05	1	1760-1826	200	3,12	W4
A 10,00 g/cm ³		B 10,00 g/cm ³		C 10,00 g/cm ³		D 9,52 g/cm ³		
H702	n. a.	ca. 51%	99,51 ± 0,17	keine Fasern	1760-1826	200	3,12	W10A
A - D n. a.								
H901	n. a.	ca. 51%	n. a.	keine Fasern	1900	200	3,12	W4
A - D n. a.								
H902	n. a.	ca. 51%	98,37 ± 0,12	keine Fasern	1900	200	3,12	W10A
A - D n. a.								

Tabelle 6.1: Daten aller für diese Arbeit hergestellten HIP-W-Proben und Dichtewerte der uniaxial gepressten W-Tabletten, wobei A die unterste und D die oberste Tablette bezeichnet, aus deren Mittelwert sich die Ausgangsdichte der Kapsel ergibt.

¹in Prozent der Dichte von Wolfram bei Raumtemperatur (19,3 g/cm³)[20]

²in Prozent der Dichte von Wolfram bei gemessener Temperatur während der Dichtemessung nach $\rho_W = 1000 * (19,3027 - 2,3786e - 4 * T - 2,2448e - 8 * T^2)$ (Gleichung 137 ITER Materials Design Limit Data, [19])

³Zwei reine Wolfram-Proben der gleichen Kapsel, gemessen um eventuelle Abweichungen innerhalb einer Kapsel zu identifizieren.

⁴Proben wurden zwei HIP-Prozessen unterzogen. Einem mit einer Dauer von 44 min bei 1600 °C und 250 MPa Druck und einem weiteren von ca. 10 min Dauer bei einer Maximaltemperatur von 1300 °C und einem Maximaldruck von 150 MPa.

⁵Gemessen nach einem HIP-Prozess von 44 min Dauer, inkl. Kapsel, sodass der Wert eine Approximation darstellt. Die Dichte von Wolfram wurde dabei wie folgt berechnet $\rho_W = m_W / (m_{ges} / \rho_{ges} - m_{Ta} / \rho_{Ta})$, wobei die Masse des Tantals über das Gesamtgewicht der Kapsel (gemessen) abzüglich des Gewichts des eingebrachten W-Pulvers (bekannt) berechnet wurde. Die Dichte von Tantal beträgt 16,654 g/cm³[20].

Veröffentlichungen

Artikel

- B. Jasper, S. Schönen, J. Du, T. Höschen, F. Koch, Ch. Linsmeier, R. Neu, J. Riesch, A. Terra and J.W. Coenen. Behavior of tungsten fiber-reinforced tungsten based on single fiber push-out study. Nuclear Materials and Energy, 9, 416-421, 2016
- B. Jasper, J.W. Coenen, J. Riesch, T. Höschen, M. Bram and Ch. Linsmeier. Powder Metallurgical Tungsten Fiber-Reinforced Tungsten. Materials Science Forum, 825-826, 125-133, 2015

Vorträge

- B. Jasper, J.W. Coenen, J. Riesch, J.-H. You, A. Mohr and Ch. Linsmeier. Tungsten fiber-reinforced Tungsten (W_f/W) - conquering the brittleness of tungsten. 45th Annual Meeting on Nuclear Technology (AMNT), Frankfurt a.M., 2014
- B. Jasper, J.W. Coenen, A. Mohr and Ch. Linsmeier. Powder Metallurgical W_f/W - A Faster Route towards W_f/W ?. 1st W_f/W -workshop, Jülich, 2014
- B. Jasper, J.W. Coenen, T. Höschen, A. Mohr and Ch. Linsmeier. Tungsten fiber-reinforced tungsten via powder metallurgy. Trilateral Euregio-Cluster (TEC) science & PhD progress meeting, Ghent, 2014
- B. Jasper, J.W. Coenen, J. Riesch, T. Höschen and Ch. Linsmeier. Hot Isostatic Pressed Tungsten Fiber-Reinforced Tungsten (W_f/W) - Pushing the Limits of Tungsten. 79. Jahrestagung der DPG und DPG-Frühjahrstagung der Sektion Kondensierte Materie, Berlin, 2015
- B. Jasper, J.W. Coenen, J. Riesch, T. Höschen, M. Bram and Ch. Linsmeier. Powder Metallurgical Tungsten Fiber-Reinforced Tungsten - Pushing the Limits of Tungsten. 20. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, Wien, 2015
- B. Jasper, J.W. Coenen, S. Schönen, A. Terra, J. Riesch, T. Höschen and Ch. Linsmeier. Powder Metallurgical Tungsten Fiber-Reinforced Tungsten - Investigation of micro-failure mechanisms. Trilateral Euregio-Cluster (TEC) science & PhD progress meeting, Eindhoven, 2015

6 Zusammenfassung und Ausblick

- B. Jasper, Y. Mao, S. Schönen, J.W. Coenen, A. Terra, J. Riesch, T. Höschen, Ch. Linsmeier and R. Neu. Powder Metallurgical Tungsten Fiber-Reinforced Tungsten. 2nd W_f/W -workshop, Garching b. München, 2015
- B. Jasper, S. Schönen, J.W. Coenen, T. Höschen, J. Riesch, R. Neu und Ch. Linsmeier. Push-Out Verhalten von Wolfram-Faserverstärktem Wolfram (W_f/W). 80. Jahrestagung der DPG und DPG-Frühjahrstagung der Sektion Kondensierte Materie, Regensburg, 2016
- B. Jasper, S. Schönen, J.W. Coenen, T. Höschen, J. Riesch, R. Neu and Ch. Linsmeier. Push-Out behavior of W_f/W - Difference in microstructural evolution between samples prepared via CVD and HIP. 3rd W_f/W -workshop, Garching b. München, 2016

Poster

- B. Jasper, J.W. Coenen, Ch. Linsmeier, A. Mohr, J. Riesch, A. Röttger, W. Theisen and J.-H. You. Tungsten fiber-reinforced tungsten (W_f/W) - material for extreme conditions. 3. Doktorandenkolloquium der Fakultät für Physik und Astronomie (RUB), Bochum, 2014
- B. Jasper, J.W. Coenen, J. Riesch, T. Höschen and Ch. Linsmeier. Tungsten Fiber-Reinforced Tungsten (W_f/W). 79. Jahrestagung der DPG und DPG-Frühjahrstagung der Sektion Kondensierte Materie, Berlin, 2015
- B. Jasper, S. Schönen, J. Du, T. Höschen, Ch. Linsmeier, R. Neu, J. Riesch, A. Terra and J.W. Coenen. Push-out Behavior of Tungsten Fiber-Reinforced Tungsten (W_f/W). 17th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM), Aachen, 2015
- B. Jasper, S. Schönen, J.W. Coenen, T. Höschen, J. Riesch, R. Neu and Ch. Linsmeier. Push-out Behavior of Tungsten Fiber-Reinforced Tungsten (W_f/W). 80. Jahrestagung der DPG und DPG-Frühjahrstagung der Sektion Kondensierte Materie, Regensburg, 2016
- B. Jasper, S. Schönen, J.W. Coenen, T. Höschen, J. Riesch, R. Neu and Ch. Linsmeier. Push-out Behavior of Tungsten Fiber-Reinforced Tungsten (W_f/W). 5. Doktorandenkolloquium der Fakultät für Physik und Astronomie (RUB), Bochum, 2016

Literaturverzeichnis

- [1] KOSLOWSKI, Rudi (Hrsg.): *11th Carolus Magnus Summer School on Plasma and Fusion Energy Physics*. Physikzentrum, Bad Honnef, Germany, 2013
- [2] MCCRACKEN, Garry (Hrsg.) ; STOTT, Peter (Hrsg.): *Fusion - The Energy of the Universe*. Elsevier Academic Press, Amsterdam, 2005
- [3] AASEN, A (Hrsg.) ; OLSSON, P. (Hrsg.): *Nuclear reactors, nuclear fusion and fusion engineering*. Nova Science Publishers, Inc., New York, 2009
- [4] ITER Organisation, [https://www.iter.org/album/Media/7\(abgerufen am 17.12.2016\)](https://www.iter.org/album/Media/7(abgerufen%20am%2017.12.2016))
- [5] PITTS, R.A. ; CARPENTIER, S. ; ESCOURBIAC, F. ; HIRAI, T. ; KOMAROV, V. ; KUKUSHKIN, A.S. ; LISGO, S. ; LOARTE, A. ; MEROLA, M. ; MITTEAU, R. ; RAFFRAY, A.R. ; SHIMADA, M. ; STANGEBY, P.C.: Physics basis and design of the ITER plasma-facing components. In: *Journal of Nuclear Materials* 415 (2011), Nr. 1 SUPPL, -. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2011.01.114>. – DOI 10.1016/j.jnucmat.2011.01.114. – ISSN 0022–3115
- [6] PITTS, R.A. ; CARPENTIER, S. ; ESCOURBIAC, F. ; HIRAI, T. ; KOMAROV, V. ; LISGO, S. ; KUKUSHKIN, A.S. ; LOARTE, A. ; MEROLA, M. ; NAIK, A. S. ; MITTEAU, R. ; SUGIHARA, M. ; BAZYLEV, B. ; STANGEBY, P.C.: A full tungsten divertor for ITER: physics issues and design status. In: *Journal of Nuclear Materials* (2013), Nr. 438, S48. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.01.008>. – DOI 10.1016/j.jnucmat.2013.01.008. – ISSN 0022–3115
- [7] RAFFRAY, A.R. ; CALCAGNO, B. ; CHAPPUIS, P. ; FU, Zhang ; FURMANEK, A. ; JIMING, Chen ; KIM, D-H. ; KHOMIAKOV, S. ; LABUSOV, A. ; MARTIN, A. ; MEROLA, M. ; MITTEAU, R. ; SADAKOV, S. ; ULRICKSON, M. ; ZACCHIA, F. ; BLANKET INTEGRATED PRODUCT TEAM, Contributors from t.: The ITER blanket system design challenge. In: *Nuclear Fusion* 54 (2014), Nr. 3, 033004. <http://stacks.iop.org/0029-5515/54/i=3/a=033004>
- [8] WENNINGER, R.P. ; BERNERT, M. ; EICH, T. ; FABLE, E. ; FEDERICI, G. ; KALLENBACH, A. ; LOARTE, A. ; LOWRY, C. ; McDONALD, D. ; NEU, R. ; PÜTTERICH, T.

- ; SCHNEIDER, P. ; SIEGLIN, B. ; STROHMAYER, G. ; REIMOLD, F. ; WISCHMEIER, M.: DEMO divertor limitations during and in between ELMs. In: *Nuclear Fusion* 54 (2014), Nr. 11, 114003. <http://stacks.iop.org/0029-5515/54/i=11/a=114003>
- [9] COENEN, J W. ; ANTUSCH, S ; AUMANN, M ; BIEL, W ; DU, J ; ENGELS, J ; HEUER, S ; HOUBEN, A ; HOESCHEN, T ; JASPER, B ; KOCH, F ; LINKE, J ; LITNOVSKY, A ; MAO, Y ; NEU, R ; PINTSUK, G ; RIESCH, J ; RASINSKI, M ; REISER, J ; RIETH, M ; TERRA, A ; UNTERBERG, B ; WEBER, Th ; WEGENER, T ; YOU, J-H ; LINSMEIER, Ch: Materials for DEMO and reactor applications - boundary conditions and new concepts. In: *Physica Scripta* 2016 (2016), Nr. T167, 014002. <http://stacks.iop.org/1402-4896/2016/i=T167/a=014002>
- [10] ROTH, Joachim ; TSITRONE, E. ; LOARTE, A. ; LOARER, Th. ; COUNSELL, G. ; NEU, R. ; PHILIPPS, V. ; BREZINSEK, S. ; LEHNEN, M. ; COAD, P. ; GRISOLIA, Ch. ; SCHMID, K. ; KRIEGER, K. ; KALLENBACH, A. ; LIPSCHULTZ, B. ; DOERNER, R. ; CAUSEY, R. ; ALIMOV, V. ; SHU, W. ; OGORODNIKOVA, O. ; KIRSCHNER, A. ; FEDERICI, G. ; KUKUSHKIN, A.: Recent analysis of key plasma wall interactions issues for ITER. In: *Journal of Nuclear Materials* 390–391 (2009), 1 - 9. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2009.01.037>. – DOI 10.1016/j.jnucmat.2009.01.037. – ISSN 0022–3115. – Proceedings of the 18th International Conference on Plasma-Surface Interactions in Controlled Fusion Device Proceedings of the 18th International Conference on Plasma-Surface Interactions in Controlled Fusion Device
- [11] PINTSUK, G. ; BOBIN-VASTRA, I. ; CONSTANS, S. ; GAVILA, P. ; RÖDIG, M. ; RICCARDI, B.: Qualification and post-mortem characterization of tungsten mock-ups exposed to cyclic high heat flux loading. In: *Fusion Engineering and Design* 88 (2013), Nr. 9-10, 1858 - 1861. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fusengdes.2013.05.091>. – DOI 10.1016/j.fusengdes.2013.05.091. – ISSN 0920–3796. – Proceedings of the 27th Symposium On Fusion Technology (SOFT-27); Liège, Belgium, September 24-28, 2012
- [12] BOLT, H ; BARABASH, V ; FEDERICI, G ; LINKE, J ; LOARTE, A ; ROTH, J ; SATO, K: Plasma facing and high heat flux materials-needs for ITER and beyond. In: *Journal of Nuclear Materials* 307-311 (2002), Nr. 1, 43 - 52. [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115\(02\)01175-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115(02)01175-3). – DOI 10.1016/S0022-3115(02)01175-3. – ISSN 0022–3115
- [13] LI, Muyuan ; WERNER, Ewald ; YOU, Jeong-Ha: Fracture mechanical analysis of tungsten armor failure of a water-cooled divertor target. In: *Fusion Engineering and Design* 89 (2014), Nr. 11, 2716 - 2725. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fusengdes.2014.07.011>. – DOI 10.1016/j.fusengdes.2014.07.011. – ISSN 0920–3796

- [14] GILBERT, M.R. ; SUBLET, J.-Ch.: Neutron-induced transmutation effects in W and W-alloys in a fusion environment. In: *Nuclear Fusion* 51 (2011), Nr. 4, 043005. <http://stacks.iop.org/0029-5515/51/i=4/a=043005>
- [15] DU, Juan: *A Feasibility Study of Tungsten-Fiber-Reinforced Tungsten Composites with Engineered interfaces*, Technische Universität München, Doktorarbeit, 2010
- [16] RIESCH, J ; HAN, Y ; ALMANSTÄTTER, J ; COENEN, J W. ; HÖSCHEN, T ; JASPER, B ; ZHAO, P ; LINSMEIER, Ch ; NEU, R: Development of tungsten fibre-reinforced tungsten composites towards their use in DEMO - potassium doped tungsten wire. In: *Physica Scripta* 2016 (2016), Nr. T167, 014006. <http://stacks.iop.org/1402-4896/2016/i=T167/a=014006>
- [17] RIESCH, J ; HÖSCHEN, T ; LINSMEIER, Ch ; WURSTER, S ; YOU, J-H: Enhanced toughness and stable crack propagation in a novel tungsten fibre-reinforced tungsten composite produced by chemical vapour infiltration. In: *Physica Scripta* 2014 (2014), Nr. T159, 014031. <http://stacks.iop.org/1402-4896/2014/i=T159/a=014031>
- [18] *Kapitel Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. In: LASSNER, Erik ; SCHUBERT, Wolf-Dieter ; LÜDERITZ, Eberhard ; WOLF, Hans U.: *Tungsten, Tungsten Alloys, and Tungsten Compounds*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2012. – ISBN 9783527306732, 498-533
- [19] *ITER Structural Design Criteria for In-vessel Components (SDC-IC), Appendix-A, Materials Design Limit Data, Version 3.3, External Ref. G 74 MA 8 01-05-28 W0.2 (2013)*. : *ITER Structural Design Criteria for In-vessel Components (SDC-IC), Appendix-A, Materials Design Limit Data, Version 3.3, External Ref. G 74 MA 8 01-05-28 W0.2 (2013)*. – ITER Internal document
- [20] LIDE, David R. (Hrsg.): *Handbook of Chemistry and Physics*. 84. CRC Press, 2003-2004 http://www.znu.ac.ir/data/members/rasoulifard_mohammad/crc.pdf
- [21] REDOUANI, L. ; BOUDRAHEM, S.: Hot isostatic pressing process simulation: application to metal powders. In: *Canadian Journal of Physics* 90 (2012), Nr. 6, 573-583. <http://dx.doi.org/10.1139/p2012-057>. – DOI 10.1139/p2012-057
- [22] ZHAO, P. ; RIESCH, J. ; HÖSCHEN, T. ; ALMANSTÖTTER, J. ; BALDEN, M. ; COENEN, J.W. ; HIMML, R. ; PANTLEON, W. ; TOUSSAINT, U. von ; NEU, R.: *Microstructure, mechanical behavior and fracture of pure tungsten wire after different heat treatments*. 2016. – not yet published
- [23] SMID, I ; AKIBA, M ; VIEIDER, G ; PLÖCHL, L: Development of tungsten armor and bonding to copper for plasma-interactive components. In: *Journal of Nuclear Materials* 258-263, Part 1 (1998), 160 - 172. <http://dx.doi.org/10.1016/>

S0022-3115(98)00358-4. – DOI 10.1016/S0022-3115(98)00358-4. – ISSN 0022-3115

- [24] REISER, Jens ; RIETH, Michael ; DAFFERNER, Bernhard ; HOFFMANN, Andreas: Tungsten foil laminate for structural divertor applications - Basics and outlook. In: *Journal of Nuclear Materials* 423 (2012), Nr. 1-3, S. 1–8. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2012.01.010>. – DOI 10.1016/j.jnucmat.2012.01.010
- [25] REISER, Jens ; FRANKE, Peter ; WEINGÄRTNER, Tobias ; HOFFMANN, Jan ; HOFFMANN, Andreas ; RIETH, Michael: Tungsten laminates made of ultrafine-grained (UFG) tungsten foil - Ageing of tungsten-titanium (W-Ti) laminates. In: *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 51 (2015), 264 - 274. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2015.04.032>. – DOI 10.1016/j.ijrmhm.2015.04.032. – ISSN 0263-4368
- [26] REISER, Jens ; RIETH, Michael ; MÖSLANG, Anton ; GREUNER, Henri ; ARMSTRONG, David E. J. ; DENK, Thorsten ; GRÄNING, Tim ; HERING, Wolfgang ; HOFFMANN, Andreas ; HOFFMANN, Jan ; LEISTE, Harald ; MROTZEK, Tobias ; PIPPAN, Reinhard ; SCHULMEYER, Werner ; WEINGÄRTNER, Tobias ; ZABERNIG, Anton: Tungsten (W) Laminate Pipes for Innovative High Temperature Energy Conversion Systems. In: *Advanced Engineering Materials* 17 (2015), Nr. 4, 491–501. <http://dx.doi.org/10.1002/adem.201400204>. – DOI 10.1002/adem.201400204. – ISSN 1527-2648
- [27] GARRISON, L.M. ; EDMONDSON, P. ; KUMAR, N.A.P. K. ; COLLING, T. ; MCALISTER, M. ; SNEAD, L. ; BYUN, T. S. ; LEWIS, D. ; FUKUDA, M.: Neutron Irradiation Effects in Tungsten / Oak Ridge National Laboratory and Tohoku University, Japan. Version: June 30 2015. http://web.ornl.gov/sci/physical_sciences_directorate/mst/fusionreactor/semiannual.shtml. 2015 (DOE/ER-0313/58 4.6). – Semiannual Progress Reports. – Semiannual Progress Reports - Fusion Reactor Materials Program
- [28] GARRISON, L.M. ; KATOH, Y. ; SNEAD, L.L. ; BYUN, T.S. ; REISER, J. ; RIETH, M.: Irradiation Effects in Tungsten-Copper Laminate Composites / Oak Ridge National Laboratory and Massachusetts Institute of Technology and Pacific Northwest National Laboratory and Karlsruhe Institute of Technology. Version: December 31 2015. http://web.ornl.gov/sci/physical_sciences_directorate/mst/fusionreactor/semiannual.shtml. 2015 (DOE/ER-0313/59 4.5). – Semiannual Progress Reports. – Semiannual Progress Reports - Fusion Reactor Materials Program

- [29] YOU, Jeong-Ha: Copper matrix composites as heat sink materials for water-cooled divertor target. In: *Nuclear Materials and Energy* 5 (2015), 7 - 18. <http://dx.doi.org/10.1016/j.nme.2015.10.001>. – DOI 10.1016/j.nme.2015.10.001. – ISSN 2352–1791
- [30] KRENKEL, Walter: *Verbundwerkstoffe*. Bd. 1. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2009 <https://www.amazon.de/Verbundwerkstoffe-17-Symposium-Werkstoffverbunde/dp/3527326154>. – ISBN-10: 3527326154
- [31] CALLISTER, William D. ; RETHWISCH, David G. ; (ED), Michael S.: *Materialwissenschaften und Werkstofftechnik: Eine Einführung*. Bd. 1. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2012 <http://eu.wiley.com/WileyCDA/WileyTitle/productCd-3527330070.html>. – ISBN: 978-3-527-33007-2
- [32] EVANS, Anthony G.: Perspective on the Development of High-Toughness Ceramics. In: *Journal of the American Ceramic Society* 73 (1990), Nr. 2, 187–206. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1990.tb06493.x>. – DOI 10.1111/j.1151-2916.1990.tb06493.x. – ISSN 1551–2916
- [33] RITCHIE, R.O.: Mechanisms of fatigue crack propagation in metals, ceramics and composites: Role of crack tip shielding. In: *Materials Science and Engineering: A* 103 (1988), Nr. 1, 15 - 28. [http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416\(88\)90547-2](http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416(88)90547-2). – DOI 10.1016/0025-5416(88)90547-2. – ISSN 0921–5093
- [34] STEINBRECH, R.W.: Toughening mechanisms for ceramic materials. In: *Journal of the European Ceramic Society* 10 (1992), Nr. 3, 131 - 142. [http://dx.doi.org/10.1016/0955-2219\(92\)90026-A](http://dx.doi.org/10.1016/0955-2219(92)90026-A). – DOI 10.1016/0955-2219(92)90026-A. – ISSN 0955–2219. – Symposium on the Strengthening of Ceramic Materials, University of Hamburg-Harburg
- [35] GRESZCZUK, L. B.: Theoretical Studies of the Mechanics of the Fiber-Matrix Interface in Composites. In: *ASTM STP* 452 (1969), S. 42–58. <http://dx.doi.org/10.1520/STP44699S>. – DOI 10.1520/STP44699S
- [36] LAWRENCE, P.: Some theoretical considerations of fibre pull-out from an elastic matrix. In: *Journal of Materials Science* 7 (1972), Nr. 1, 1–6. <http://dx.doi.org/10.1007/BF00549541>. – DOI 10.1007/BF00549541. – ISSN 1573–4803
- [37] GRAY, R. J.: Analysis of the effect of embedded fibre length on fibre debonding and pull-out from an elastic matrix. In: *Journal of Materials Science* 19 (1984), Nr. 3, 861–870. <http://dx.doi.org/10.1007/BF00540456>. – DOI 10.1007/BF00540456. – ISSN 1573–4803

- [38] NAIRN, John A.: On the use of shear-lag methods for analysis of stress transfer in unidirectional composites. In: *Mechanics of Materials* 26 (1997), Nr. 2, 63 - 80. [http://dx.doi.org/10.1016/S0167-6636\(97\)00023-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0167-6636(97)00023-9). – DOI 10.1016/S0167-6636(97)00023-9. – ISSN 0167-6636
- [39] GROSS, Dietmar ; SEELIG, Thomas: *Bruchmechanik*. Springer Berlin Heidelberg, 1996 (6). <http://dx.doi.org/10-1007/978-3-662-06174-9>. <http://dx.doi.org/10-1007/978-3-662-06174-9>. – ISBN-13: 978-3540612056
- [40] *Kapitel Grundlagen und Anwendungen der Bruchmechanik*. In: RICHARD, Hans A.: *Technische Mechanik 11*. 1990, S. 69–80
- [41] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS: *ASTM Standard E 399, 1990 (2012e3), Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials*
- [42] HE, Ming-Yuan ; HUTCHINSON, John W.: Crack deflection at an interface between dissimilar elastic materials. In: *International Journal of Solids and Structures* 25 (1989), Nr. 9, 1053 - 1067. [http://dx.doi.org/10.1016/0020-7683\(89\)90021-8](http://dx.doi.org/10.1016/0020-7683(89)90021-8). – DOI 10.1016/0020-7683(89)90021-8. – ISSN 0020-7683
- [43] REISSNER, Eric: Analysis of Shear-Lag in Box Beams by the Principle of Minimum Potential Energy. In: *Quarterly of Applied Mathematics* 4 (1946), Nr. 3, 268-278. <http://www.jstor.org/stable/43633559>. – ISSN 0033569X, 15524485
- [44] COX, H L.: The elasticity and strength of paper and other fibrous materials. In: *British Journal of Applied Physics* 3 (1952), Nr. 3, 72. <http://stacks.iop.org/0508-3443/3/i=3/a=302>
- [45] MANDELL, J.F. ; CHEN, J.H. ; MCGARRY, F.J.: A microbonding test for in situ assessment of fibre/matrix bond strength in composite materials. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 1 (1980), Nr. 1, 40 - 44. [http://dx.doi.org/10.1016/0143-7496\(80\)90033-0](http://dx.doi.org/10.1016/0143-7496(80)90033-0). – DOI 10.1016/0143-7496(80)90033-0. – ISSN 0143-7496
- [46] MARSHALL, David B.: An Indentation Method for Measuring Matrix-Fiber Frictional Stresses in Ceramic Composites. In: *Journal of the American Ceramic Society* 67 (1984), Nr. 12, C-259–C-260. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1984.tb19690.x>. – DOI 10.1111/j.1151-2916.1984.tb19690.x. – ISSN 1551-2916
- [47] SHETTY, Dinesh K.: Shear-Lag Analysis of Fiber Push-Out (Indentation) Tests for Estimating Interfacial Friction Stress in Ceramic-Matrix Composites. In: *Journal of the American Ceramic Society* 71 (1988), Nr. 2, C-107–C-109. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1988.tb19690.x>

- //dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1988.tb05843.x. – DOI 10.1111/j.1151-2916.1988.tb05843.x. – ISSN 1551-2916
- [48] GRANDE, D. H. ; MANDELL, J. F. ; HONG, K. C. C.: Fibre-matrix bond strength studies of glass, ceramic, and metal matrix composites. In: *Journal of Materials Science* 23 (1988), Nr. 1, 311-328. <http://dx.doi.org/10.1007/BF01174071>. – DOI 10.1007/BF01174071. – ISSN 1573-4803
- [49] KALLAS, M.N. ; KOSS, D.A. ; HAHN, H.T. ; HELLMANN, J.R.: Interfacial stress state present in a thin-slice fibre push-out test. In: *Journal of Materials Science* 27 (1992), Nr. 14, 3821-3826. <http://dx.doi.org/10.1007/BF00545464>. – DOI 10.1007/BF00545464. – ISSN 0022-2461
- [50] LIANG, C. ; HUTCHINSON, J.W.: Mechanics of the fiber pushout test. In: *Mechanics of Materials* 14 (1993), Nr. 3, 207 - 221. [http://dx.doi.org/10.1016/0167-6636\(93\)90067-2](http://dx.doi.org/10.1016/0167-6636(93)90067-2). – DOI 10.1016/0167-6636(93)90067-2. – ISSN 0167-6636
- [51] MACKIN, Thomas J. ; YANG, Jingyu ; WARREN, Paul D.: Influence of Fiber Roughness on the Sliding Behavior of Sapphire Fiber in TiAl and Glas Matrices. In: *J. Am. Ceram. Soc.* 75 (1992), Nr. 12, S. 3358-3362
- [52] POCHIRAJU, K.V ; TANDON, G.P ; PAGANO, N.J: Analyses of single fiber pushout considering interfacial friction and adhesion. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 49 (2001), Nr. 10, 2307 - 2338. [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-5096\(01\)00045-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-5096(01)00045-X). – DOI 10.1016/S0022-5096(01)00045-X. – ISSN 0022-5096
- [53] HSUEH, C. H.: Effects of interfacial roughness on fibre push-out. In: *Journal of Materials Science Letters* 16 (1997), Nr. 5, 354-357. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1018590210414>. – DOI 10.1023/A:1018590210414. – ISSN 1573-4811
- [54] MACKIN, T.J. ; WARREN, P.D. ; EVANS, A.G.: Effects of fiber roughness on interface sliding in composites. In: *Acta Metallurgica et Materialia* 40 (1992), Nr. 6, 1251 - 1257. [http://dx.doi.org/10.1016/0956-7151\(92\)90424-D](http://dx.doi.org/10.1016/0956-7151(92)90424-D). – DOI 10.1016/0956-7151(92)90424-D. – ISSN 0956-7151
- [55] JASPER, B. ; SCHOENEN, S. ; DU, J. ; HOESCHEN, T. ; KOCH, F. ; LINSMEIER, Ch. ; NEU, R. ; RIESCH, J. ; TERRA, A. ; COENEN, J.W.: Behavior of tungsten fiber-reinforced tungsten based on single fiber push-out study. In: *Nuclear Materials and Energy* 9 (2016), dec, 416-421. <http://dx.doi.org/10.1016/j.nme.2016.04.010>. – DOI 10.1016/j.nme.2016.04.010. – ISSN 2352-1791

- [56] RIESCH, J. ; BUFFIERE, J.-Y. ; HÖSCHEN, T. ; MICHIEL, M. di ; SCHEEL, M. ; LINSMEIER, Ch. ; YOU, J.-H.: In situ synchrotron tomography estimation of toughening effect by semi-ductile fibre reinforcement in a tungsten-fibre-reinforced tungsten composite system. In: *Acta Materialia* 61 (2013), Nr. 19, 7060 - 7071. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2013.07.035>. – DOI 10.1016/j.actamat.2013.07.035. – ISSN 1359-6454
- [57] ANANTH, C. R. ; CHANDRA, N.: Numerical Modeling of Fiber Push-Out Test in Metallic and Intermetallic Matrix Composites-Mechanics of the Failure Process. In: *Journal of Composite Materials* 29 (1995), Nr. 11, 1488-1514. <http://dx.doi.org/10.1177/002199839502901105>. – DOI 10.1177/002199839502901105
- [58] HOSFORD, WF: Microstructural Changes During Deformation of (011) Fiber-Textured Metals. In: *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* 230 (1964), Nr. 1, S. 12
- [59] GIL SEVILLANO, J. ; MARTÍNEZ-ESNAOLA, J.M. ; GONZÁLEZ, D.: Heterogeneous Deformation and Internal Stresses Developed in BCC Wires by Axisymmetric Elongation. In: *Fundamentals of Deformation and Annealing* Bd. 550, Trans Tech Publications, 7 2007 (Materials Science Forum), S. 75–84
- [60] PREDEL, B.: Ta-W (Tantalum-Tungsten). Version: 1998. http://dx.doi.org/10.1007/10551312_2793. In: MADELUNG, O. (Hrsg.): *Phase Equilibria, Crystallographic and Thermodynamic Data of Binary Alloys Pu-Re - Zn-Zr* Bd. 5 J. Springer Berlin Heidelberg, 1998. – DOI 10.1007/10551312_2793. – ISBN 978-3-540-61742-6, 1-2
- [61] JASPER, Bruno ; COENEN, Jan ; RIESCH, Johann ; HÖSCHEN, Till ; BRAM, Martin ; LINSMEIER, Christian: Powder Metallurgical Tungsten Fiber-Reinforced Tungsten. In: *Materials Science Forum* 825-826 (2015), S. 125–133. – Trans Tech Publications
- [62] RIESCH, Johann: *Entwicklung und Charakterisierung eines wolframfaserverstärkten Wolfram-Verbundwerkstoffs*, Technische Universität München, Doktorarbeit, 2012
- [63] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS: *ASTM Standard E 407, 1999 (2015e1), Standard Practice for Microetching Metals and Alloys*. ASTM International, West Conshohocken, PA,
- [64] AMERICAN INSTITUTE OF CHEMICAL ENGINEERS (AIChE): *DIPPR Project 801*. <http://www.aiche.org/dippr/projects/801>, Oktober 2016
- [65] ONKEN, U. ; RAREY-NIES, J. ; GMEHLING, J.: The Dortmund Data Bank: A computerized system for retrieval, correlation, and prediction of thermodynamic properties

- of mixtures. In: *International Journal of Thermophysics* 10 (1989), Nr. 3, 739-747. <http://dx.doi.org/10.1007/BF00507993>. – DOI 10.1007/BF00507993. – ISSN 1572-9567
- [66] GMEHLING, J.: *Lehrstuhl für Technische Chemie, Carl-von-Ossietzky-Universität, Oldenburg*. <http://www.gmehling.chemie.uni-oldenburg.de/7184.html>, Oktober 2016
- [67] DDBST-GMBH: *Dortmund Data Bank Software & Separation Technology GmbH*. <http://www.ddbst.com>, Oktober 2016
- [68] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS: *ASTM Standard C 1161, 2013, Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*
- [69] GROSS, Dietmar ; HAUGER, Werner ; SCHRÖDER, Jörg ; WALL, Wolfgang A.: *Technische Mechanik 2 - Elastostatik*. Springer Berlin Heidelberg, 2014 (12). <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-40966-0>. <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-40966-0>
- [70] KIRKLAND, Angus I. ; HAIGH, Sarah J.: *Nanocharacterisation*. The Royal Society of Chemistry, 2015 (RSC Nanoscience & Nanotechnology). – P001-358 S. <http://dx.doi.org/10.1039/9781782621867>. <http://dx.doi.org/10.1039/9781782621867>. – ISBN 978-1-84973-805-7
- [71] LECHNER, P. ; FIORINI, C. ; HARTMANN, R. ; KEMMER, J. ; KRAUSE, N. ; LEUTENEGGER, P. ; LONGONI, A. ; SOLTAU, H. ; STÖTTER, D. ; STÖTTER, R. ; STRÜDER, L. ; WEBER, U.: Silicon drift detectors for high count rate X-ray spectroscopy at room temperature. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 458 (2001), Nr. 1-2, 281 - 287. [http://dx.doi.org/10.1016/S0168-9002\(00\)00872-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0168-9002(00)00872-X). – DOI 10.1016/S0168-9002(00)00872-X. – ISSN 0168-9002. – Proc. 11th Int. Workshop on Room Temperature Semiconductor X- and Gamma-Ray Detectors and Associated Electronics
- [72] AGUIRRE, M.V. ; MARTÍN, A. ; PASTOR, J.Y. ; LLORCA, J. ; MONGE, M.A. ; PAREJA, R.: Mechanical Behavior of W-Y₂O₃ and W-Ti Alloys from 25°C to 1000°C. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 40 (2009), Nr. 10, 2283-2290. <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-009-9956-4>. – DOI 10.1007/s11661-009-9956-4. – ISSN 1073-5623
- [73] SONG, Gui-Ming ; WANG, Yu-Jin ; ZHOU, Yu: Thermomechanical properties of TiC particle-reinforced tungsten composites for high temperature applications. In: *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 21 (2003), Nr. 1-2, 1 -

12. [http://dx.doi.org/10.1016/S0263-4368\(02\)00105-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0263-4368(02)00105-1). – DOI 10.1016/S0263-4368(02)00105-1. – ISSN 0263-4368
- [74] WEIBULL, W.: *A statistical theory of the strength of materials*. Bd. 151. Ingeniors Vetenskaps Akademien, Handlingar, 1939
- [75] PABST, W ; GREGOROVA, E: Characterization of particles and particle systems. In: *ICT Prague 2007* (2007)
- [76] GOTTSTEIN, Günter: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer Berlin Heidelberg, 2007 (Springer-Lehrbuch). <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-540-71105-6>. <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-540-71105-6>. – ISBN 978-3-540-71105-6
- [77] BÜRCEL, Ralf: *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen*. 4. Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2011 <https://books.google.de/books?id=V5j9AAAACAAJ>. – ISBN 978-3-8348-1388-6
- [78] SCHULZENDORFF, Till C.: *Nano-Mechanical Properties of Tungsten Fibre Reinforced Tungsten Composites for Future Fusion Reactors*, Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen, Fakultät für Georesourcen und Materialtechnik, bathesis, aug 2016
- [79] FISCHER-CRIPPS, Anthony C. ; LING, Frederick F. (Hrsg.): *Nanoindentation*. 3. Springer New York, 2011 (Mechanical Engineering Series). <http://dx.doi.org/10.1007/978-1-4419-9872-9>. <http://dx.doi.org/10.1007/978-1-4419-9872-9>. – ISBN 978-1-4419-9872-9
- [80] OLIVER, W.C. ; PHARR, G.M.: Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. In: *Journal of Materials Research* 19 (2004), 001, Nr. 1, 3-20. <http://dx.doi.org/10.1557/jmr.2004.19.1.3>. – DOI 10.1557/jmr.2004.19.1.3
- [81] SAWA, Takeshi: Correlation between nanoindentation test results and Vickers hardness. In: *IMECO TC3, TC5 and TC22 Conf., Metrology in Modern Context, Pattaya, Chonburi, Thailand*, 2010, 171-174
- [82] ALMANSTÖTTER, J. ; RÜHLE, M.: Grain growth phenomena in tungsten wire. In: *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 15 (1997), Nr. 5, 295 - 300. [http://dx.doi.org/10.1016/S0263-4368\(96\)00006-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0263-4368(96)00006-6). – DOI 10.1016/S0263-4368(96)00006-6. – ISSN 0263-4368

- [83] TRIPATHI, D. ; JONES, F. R.: Single fibre fragmentation test for assessing adhesion in fibre reinforced composites. In: *Journal of Materials Science* 33 (1998), Nr. 1, 1–16. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1004351606897>. – DOI 10.1023/A:1004351606897. – ISSN 1573–4803
- [84] LI, Zong-Fu ; GRUBB, David T. ; PHOENIX, S.Leigh: Fiber interactions in the multi-fiber composite fragmentation test. In: *Composites Science and Technology* 54 (1995), Nr. 3, 251 - 266. [http://dx.doi.org/10.1016/0266-3538\(95\)00056-9](http://dx.doi.org/10.1016/0266-3538(95)00056-9). – DOI 10.1016/0266–3538(95)00056–9. – ISSN 0266–3538

Abbildungsverzeichnis

1.1	(a) Der Aufbau eines Divertor-Tokamak am Beispiel von ITER und (b) der prinzipielle Aufbau der Plasmakammer (nach [4]).	3
1.2	Schematischer Aufbau von Wolfram-faserverstärktem Wolfram.	5
2.1	Temperaturabhängiges Verdichtungsdiagramm für Wolfram bei einer Anfangsdichte von 60 % für verschiedene Prozesszeiten (nach analytischen Modell von [21]).	11
2.2	Einfluss des Drucks p und des Pulverpartikeldurchmessers d_p auf die Dichte nach 4 h Prozesszeit.	12
2.3	Mikroskopisches Bruchverhalten von Wolfram: (a) Interkristalliner Bruch, auch als Korngrenzenversagen (KGV) bekannt, und (b) transkristalliner Bruch oder Spaltbruch (rot gefärbter Bereich). Am Beispiel von HIP-W-Proben, s. Kapitel 4.2.2.	13
2.4	Möglichkeiten der Einteilung von Verbundwerkstoffen/Kompositen nach Matrix oder nach darin eingebetteter Komponente (nach [31]).	15
2.5	Mögliche Energiedissipationsmechanismen in faserverstärkten Kompositen: (I) Pull-Out von Fasern, (II) Brechen von Matrix und Faser, (III) Rissableitung am Interface, (IV) Rissüberbrückung durch die Faser und (V) Rissaufrisspaltung am Interface (nach [32, 33, 34, 16]).	16
2.6	Verhältnis der Energiefreisetzungsrate des abgelenkten Risses \mathcal{G}_d zu der des penetrierenden Risses \mathcal{G}_p in Abhängigkeit von α (nach [42]).	18
2.7	(a) Geometrie einer Pull-Out-Test-Probe und (b) reziproke Darstellung der Gleichung 2.6 zur grafischen Bestimmung und Extrapolation von τ_{max} nach Greszczuk (beide nach [35]). (c) Nach Lawrence für Pull-Out notwendiger maximaler Zug, normiert auf P_∞ (s. Gleichung 2.8), in Abhängigkeit von der eingebetteten Länge der Faser (l) und der Intensität der Reibung nach dem Debonding der Faser (dem Verhältnis der Scherspannung aufgrund von Interface-Festigkeit (τ_{int}) und Reibung (τ_{fr})) zur grafischen Bestimmung der Steigung Δ im reibungsbestimmten Teil der Kurve und des Abknickpunktes x_{max} (nach [36]). (d) Schematische Last-Weg-Kurven eines Pull-Out-Tests in Abhängigkeit des Lasttransfers via Reibung ((I) viel, (II) mittel und (III) keine Reibung) nach dem Debonding der Faser (nach [37]).	21

2.8	Schematische Darstellung des Zusammenhangs zwischen Pull-Out- und Push-Out-Test. Die rote Linie markiert den Teil der Pull-Out-Probe, deren Haftung von den beschreibenden Theorien vernachlässigt wird (s. [44, 35]). . . .	23
2.9	(a) Schematischer Aufbau eines Push-Out-Tests und damit einhergehende Probleme: (b) Verformung bei zu dicken Proben, (c) Durchbiegung bei zu dünnen Proben.	24
2.10	Aufbau des 2D FE-Modells zur Simulation des Spannungszustand der Probe während des Push-Out-Tests.	25
2.11	Im FE-Modell berücksichtigte Spannungskomponenten, die die Probe beeinflussen.	26
2.12	Simulierte Spannungsverteilung im gebundenen (I), teil-abgelösten (II) und komplett-ablösten Zustand (III) einer Probe ($H = 265 \mu\text{m}$).	27
2.13	Simulierte Scher- und Normalspannungsverteilung einer Probe in Abhängigkeit vom Lochdurchmesser des Probenhalters ($H = 145 \mu\text{m}$).	28
2.14	Die vier wichtigsten Stufen eines idealen Push-Out-Tests, die dabei auftretenden Scherspannungen an der Faser-Matrix-Grenzfläche und die zugehörige Last-Weg-Kurve (nach [57]).	29
3.1	Der Querschliff einer gezogenen Wolframfaser in radialer Richtung zeigt die feine, gleichmäßige Kornstruktur. Bei höherer Vergrößerung (rechts) ist zusätzlich die Verdrillung der Körner erkennbar.	32
3.2	Schematische Darstellung der W-Tablettenherstellung.	33
3.3	Herstellung einer HIP-Kapsel mit Einzelfaser W_f/W -Proben [61].	34
3.4	Ein exemplarisches Temperatur-Zeit-Diagramm eines HIP-Zyklus mit einer Prozesstemperatur von 1600°C und einem Prozessdruck von 200 MPa bei einer Prozesszeit von 4 Stunden.	35
3.5	Die verschiedenen Schritte der Push-Out-Test-Probenpräparation für HIP- und CVD-Proben.	37
3.6	(a) Glas Push-Out-Probenhalter mit eingebauter Probe, Fixierblech und Positionierblech und die zugehörige technischen Zeichnung, (b) Mikroskopaufnahmen der Bohrung von Probenhaltern, (c) Größenvergleich einer 1-Cent-Euromünze und des Wolframcarbidge-Indenters, (d) Stellungen des Stabmikroskops zur genauen Positionierung des Indenters über der Faser und (e) Fotos des Annäherungsvorgangs des Indenters auf die Probe. . . .	40
3.7	Originale und korrigierte Daten einer HIP-Probe mit den Integrationsintervallen der Energiebestimmung.	41

3.8	(a) Aufbau für die Dichtebestimmung (b) Dichtemesskit im Detail: Rahmen als Verbindung zwischen Tauchkorb und Messaufnehmer mit Ethanol gefülltem Becherglas, Messposition für Messung der Gewichtskraft (I) und der Auftriebskraft (II).	43
3.9	Schematischer Aufbau eines 3-Punkt Biegetests mit zwei Auflagern im Abstand L und einer mittig zwischen beiden befindlichen Druckfinne, über welche die Last aufgebracht wird. Die gestrichelte, gelbe Linie markiert die neutrale Faser und die roten Dreiecke die in Richtung Probenoberfläche linear zunehmende Spannung, deren Betrag durch den Abstand zwischen der senkrecht verlaufenden, schwarz gestrichelten Linie und der Hypotenuse der Dreiecke gegeben ist.	44
3.10	Prinzipieller Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops und der benutzbaren Signale der Probe.	46
4.1	Einfluss der Temperatur auf die Dichte von HIP-Proben. Kapsel der 1900 °C Probe war leak.	50
4.2	Einfluss des Drucks auf die relative Dichte von HIP-Proben bei einer festen Temperatur von 1600 °C	51
4.3	Biegefestigkeit in Abhängigkeit von den Herstellungstemperaturen reiner HIP-Wolframproben. Gleiche Farben und Symbole korrespondieren zu Proben der selben HIP-Kapsel. Literaturwerte: [72, 73]	52
4.4	Die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion (schwarz, Skala links, s. Gleichung 4.2) und Verteilungsfunktion (rot, Skala rechts, s. Gleichung 4.1) in Abhängigkeit der Biegefestigkeit der HIP-W Proben, die bei 1700 °C verdichtet wurden.	53
4.5	Darstellung der Kornstruktur der Matrix von HIP-Wolfram am Beispiel der Probe H6F21 (1600 °C, 200 MPa, 4h) (Verteilung s. Abbildung 4.7).	54
4.6	Schematische Veranschaulichung der Feretschen Durchmesser D_F^{min} und D_F^{max}	55
4.7	Histogramm der Kornfläche für die Probe H6F21 mit einer Klassengröße von 10 μm	56
4.8	Kraft-Eindrucktiefe-Messwerte eines Eindrucks der Probe H3F11. Zusätzlich eingezeichnet ist die maximale Eindrucktiefe h_{max} und die rein plastische Eindrucktiefe nach Entlastung h_c	57
4.9	Vergleich zweier Proben, die mittels chemischer Gasphasenabscheidung (CVD, links) und heißisostatischen Pressens (HIP, rechts) hergestellt wurden.	61
4.10	FIB-Querschnitt einer CVD-Probe mit zugehöriger EDX-Karte der Elementverteilung. Zu sehen sind die Wolfram-Dendriten im Interface, sowie die Fluorverunreinigung desselben.	62

4.11 REM-Aufnahmen von CVD und HIP Push-Out-Proben im nicht gedrückten Zustand.	63
4.12 REM-Aufnahmen der Probenober- und Unterseite nach dem Push-Out-Test mehrerer CVD-Proben.	65
4.13 REM-Aufnahmen der Vorder- (oben) und Rückseiten (unten) von Push-Out-Proben der HIP-Probe H5F01 mit 1 μm dickem Interface.	66
4.14 REM-Aufnahmen der Vorder- (oben) und Rückseiten (unten) von Push-Out-Proben der HIP-Probe H5F11 mit 2 μm dickem Interface.	67
4.15 REM-Aufnahmen der Vorder- (oben) und Rückseiten (unten) von Push-Out-Proben der HIP-Probe H5F21 mit 3 μm dickem Interface.	68
4.16 Querschliffe von Proben, die mittels CVD hergestellt wurden.	69
4.17 Modelldarstellung typischer Effekte, die in Interface und Matrix von HIP-Proben vor Erreichen des Debonding auftreten.	70
4.18 Modell zu einem reibungsverstärkenden Effekt in geHIPten Proben mit dem Extrembeispiel einer Probe mit 1 μm Interface.	71
4.19 REM-Aufnahmen von Querschliffen zweier HIP-Proben mit 1 μm dickem Interface.	72
4.20 REM-Aufnahmen von Querschliffen zweier HIP-Proben mit 2 μm Interface.	73
4.21 REM-Aufnahmen von Querschliffen zweier HIP-Proben mit 3 μm dickem Interface.	75
4.22 Last-Weg-Kurven von komplett gedrückten CVD-Proben.	76
4.23 Push-Out-Kurven diverser HIP-Proben mit unterschiedlicher Proben- und Interfacedicke.	77
5.1 Vergleich von experimentellen Daten und einem Modell von Redouani <i>et al.</i> bezüglich der erreichbaren Dichte beim HIPen (200 MPa, 4 h) von Wolfram [21].	79
5.2 Last der initialen Ablösung der Push-Out-Tests in Abhängigkeit von der Probendicke von CVD- und HIP-Proben. Offene Symbole stehen für Proben mit einer Lücke zwischen Interface und Faser vor dem Push-Out-Test.	82
5.3 Vergleich korrigierter Last-Weg-Kurven der untersuchten Probentypen.	83
5.4 Energie, normiert auf den jeweiligen inelastischen Verfahrweg (30 μm , 70 μm oder 110 μm), über den integriert wurde, in Abhängigkeit der Probendicke für komplett gedrückte Proben (s. Kapitel 4.3.2 und 3.2.3).	85
5.5 Effektiver Reibungskoeffizient in Abhängigkeit von der Probendicke verschiedener Proben.	86
6.1 Schematische Darstellung eines Querschnitts durch eine befüllte HIP-Kapsel. Die Buchstaben bezeichnen die einzelnen Tabletten-Lagen.	I

Tabellenverzeichnis

2.1	Mechanische und physikalische Eigenschaften von W bei 20 °C [19, 20, 18].	9
2.2	Simulation der Transmutationsprodukte von 100 % _{at} W nach Bestrahlung mit 14,1 MeV Neutronen und reaktorrelevanten Flüssen nach verschiedenen Zeiten [14].	10
4.1	Mittelwerte des minimalen und des maximalen Feretschen Durchmessers der Körner, D_F^{min} und D_F^{max} , (s. Abbildung 4.6) deren Fläche und Anzahl n für HIP-W Proben.	55
4.2	Mittelwerte für Härte H_{IT} und Elastizitätsmodul E für Matrix und Faser von vier Proben. Bei HIP-Proben Angabe der HIP-Parameter.	58
6.1	Daten aller für diese Arbeit hergestellten HIP-W-Proben und Dichtewerte der uniaxial gepressten W-Tabletten, wobei A die unterste und D die oberste Tablette bezeichnet, aus deren Mittelwert sich die Ausgangsdichte der Kapsel ergibt.	IV

Lebenslauf

Persönliche Daten

Geburtsdatum, -ort 20.09.1986, Friedrichroda
Familienstand verheiratet
Staatsangehörigkeit deutsch

Studium

04/2013 - 03/2017 **Physik**
Ruhr-Universität Bochum und
Forschungszentrum Jülich
Anfertigung einer Doktorarbeit mit dem Thema:
„Einzelfaserkomposite aus Pulvermetallurgischem
Wolfram-faserverstärktem Wolfram“

04/2010 - 09/2012 **Physik**
Georg-August-Universität, Göttingen
Schwerpunkt: Materialphysik
Thema der Masterarbeit:
„Herstellung eines dotierten $\text{SrTiO}_3\text{-CoFe}_2\text{O}_4$ Nanokomposits“,
Note: 1,8 (gut)
Abschluss: **Master of Science**, Note: 1,6 (gut)

10/2006 - 03/2010 **Physik**
Georg-August-Universität, Göttingen
Schwerpunkt: Materialphysik
Thema der Bachelorarbeit:
„Herstellung multiferroischer Nanokomposite“,
Note: 1,3 (sehr gut)
Abschluss: **Bachelor of Science**, Note: 2,3 (gut)

Praktika

09/2010 Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching
- Summer University for Plasma Physics

08/2005 Institut für Festkörperforschung, Forschungszentrum Jülich
- Schülerpraktikum

Schulbildung

08/1997 - 07/2006 Ernst-Abbe-Gymnasium, Eisenach
Abschluss: **Allgemeine Hochschulreife**,
Gesamtnote: 1,5 (sehr gut)

09/2003 - 05/2004 Emmett High School, Idaho, USA

Sprachkenntnisse

Englisch fließend in Wort und Schrift

Französisch Schulkenntnisse (4 Jahre)

Danksagung

Als erstes möchte ich meiner Frau Andrea danken. Eine genaue Auflistung aller Dinge, die dabei Erwähnung finden müssten, würde jedoch den Rahmen dieser Danksagung sprengen. Außerdem möchte ich meinem Betreuer Dr. Jan W. Coenen für die super Betreuung und die vielen Kleinigkeiten, die zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben, danken. Natürlich möchte ich mich auch bei meinem Doktorvater und Chef Prof. Dr. Christian Linsmeier bedanken, da ich ohne ihn gar nicht nach Jülich gekommen wäre! Jedoch auch für die gute Betreuung, das bei Bedarf offene Ohr und die gut ausgestattete, motivierende Arbeitsumgebung. Ein besonderer Dank gilt Stephan Schönen, der mit den Simulationen der Spannungszustände der Push-Out-Proben interessante und heiß diskutierte Ergebnisse geschaffen hat. Des Weiteren möchte ich bei Beatrix Göths für die zeitschonende und nervenaufreibende Präparation der Querschliffe und den zugehörigen Lichtmikroskopaufnahmen bedanken. Zudem gilt PD Dr. Martin Bram und Ralf Steinert mein Dank für die Unterstützung in der Vorbereitung und Durchführung der HIP-Zyklen. Auch bei Alexis Terra möchte ich mich bedanken, da er immer technischen Support geleistet hat, wenn es wieder darum ging einen neuen Glasprobenhalter oder neue Pressformen zu entwerfen; oder falls einfach Schrauben oder Bonbons für das Gelingen eines Experiments nötig waren. Zudem möchte ich Dr. Marcin Rasinski für die Anfertigung der FIB-Querschliffe und den zugehörigen EDX-mappings danken. Ein besonderer Dank gilt dem verstorbenen Freimut Koch, der die Erbiumoxidinterface-Beschichtungen der Faser durchgeführt hat und mit viel Witz und Know-How viele Fragen zu dem Thema beantwortet hat.

Ein großer Dank geht auch alle Garching-W_f/W-ler und dabei besonders Till Höschen, Dr. Johann Riesch und Hanns Gietl, für die anfängliche Unterstützung bei der Durchführung der Push-Out-Tests und der anschließenden Optimierung des Aufbaus. Aber auch für den mittwöchlichen Ritus des gemeinsamen Team-meetings, welches über Bundesland- und Institutsgrenzen hinweg stattfand.

Nicht zu vergessen sind auch alle Mitarbeiter der Werkstätten (IEK-4, ZEA-1), die für verschiedene Experimente benötigte Adapter, Formen oder Stempel erstellten, nötige Schweißarbeiten durchführten oder komplizierte Analysen der Pulver anfertigten. Ihnen gilt mein Dank. Zusätzlich danken möchte ich auch allen Mitarbeitern des Instituts für Energie und Klimaforschung - Plasmaphysik und besonders den Mitdoktoranden, die für ein tolles Arbeitsklima sorgten. Dabei sind jedoch Michael Hubeny und Mitja Beckers besonders zu erwähnen, da sie für die eine oder andere nötige Ablenkung gesorgt haben und

einen auch bei interessanten Diskussionen über die Welt der Physik abseits des eigenen Themas haben nachdenken lassen.

Abschließend möchte ich noch meiner Familie, besonders meiner Schwester Jenny, und meinen Freunden danken, wobei besonders Die-Leute aka. Die-Crew und Magda und Markus zu erwähnen sind, die die Zeit während der Anfertigung der Doktorarbeit unvergesslich gemacht haben. Fehlen nur noch meine Eltern :-). Dass man ihnen dankt ist jedoch selbstverständlich! Schließlich gäbe es einen ohne sie nicht und sie haben zudem einen extremen Einfluss darauf, wie man sich entwickelt und wer man wird. So gesehen ist es auch ihre Doktorarbeit, Danke!!!

Band / Volume 366

PEM-Elektrolyse-Systeme zur Anwendung in Power-to-Gas Anlagen

G. Tjarks (2017), IV, 135 pp

ISBN: 978-3-95806-217-7

Band / Volume 367

Fundamental Insights into the Radium Uptake into Barite by Atom Probe Tomography and Electron Microscopy

J. Weber (2017), IX, 160 pp

ISBN: 978-3-95806-220-7

Band / Volume 368

Entwicklung von elektronenleitenden Schutzschichten gegen die anodische Auflösung von Stromsammlern in neuartigen „Dual-Ionen“-Energiespeichern

G. Teucher (2017), VIII, 119 pp

ISBN: 978-3-95806-222-1

Band / Volume 369

Herstellung und Charakterisierung oxiddispersionsverstärkter Haftvermittlerschichten

J. Bergholz (2017), V, 133, II pp

ISBN: 978-3-95806-223-8

Band / Volume 370

Performance of Plasma Facing Materials under Thermal and Plasma Exposure

I. Steudel (2017), XVI, 150 pp

ISBN: 978-3-95806-226-9

Band / Volume 371

The Impact of Transient Thermal Loads on Beryllium as Plasma Facing Material

B. Spilker (2017), XII, 134 pp

ISBN: 978-3-95806-227-6

Band / Volume 372

Analysis and Simulation of Macroscopic Defects in Cu(In,Ga)Se₂ Photovoltaic Thin Film Modules

B. Mistic (2017), iv, 147 pp

ISBN: 978-3-95806-228-3

Band / Volume 373

Chemical and physical properties of sodium ionic conductors for solid-state batteries

M. Guin (2017), ix, 126 pp

ISBN: 978-3-95806-229-0

Band / Volume 374

Prediction of Oxidation Induced Life Time for FCC Materials at High Temperature Operation

R. Duan (2017), vi, 180 pp
ISBN: 978-3-95806-230-6

Band / Volume 375

Microstructure Evolution of Laves Phase Strengthened Ferritic Steels for High Temperature Applications

J. K. Lopez Barrilao (2017), XVI, 134 pp
ISBN: 978-3-95806-231-3

Band / Volume 376

**Drying front formation in topmost soil layers as evaporative restraint
Non-invasive monitoring by magnetic resonance and numerical simulation**

S. Merz (2017), xxii, 108 pp
ISBN: 978-3-95806-234-4

Band / Volume 377

Low Temperature Thin-Film Silicon Solar Cells on Flexible Plastic Substrates

K. Wilken (2017), 194 pp
ISBN: 978-3-95806-235-1

Band / Volume 378

Dissolution Behaviour of Innovative Inert Matrix Fuels for Recycling of Minor Actinides

E. L. Mühr-Ebert (2017), xii, 164 pp
ISBN: 978-3-95806-238-2

Band / Volume 379

Charakterisierung und Modifizierung von Kupferoxid- und Kupfersulfid-Nanopartikeln für Dünnschichtsolarzellen

J. Flohre (2017), 141, iii pp
ISBN: 978-3-95806-241-2

Band / Volume 380

Einzelfaserkomposite aus Pulvermetallurgischem Wolfram-faserverstärktem Wolfram

B. Jasper (2017), v, 92, XVIII pp
ISBN: 978-3-95806-248-1

**Energie & Umwelt /
Energy & Environment
Band / Volume 380
ISBN 978-3-95806-248-1**

