



Röntgenographische Eigen- spannungsmessung an Schneidkeramiken

Masterthesis

Isa Wittmann
Matrikelnr.: 11042875

Erstprüfer: Prof. Dr.-Ing. Wolfgang Hintze
Zweitprüfer: Prof. Dr. Gerold Schneider
Betreuerin an der TU Hamburg-Harburg: Dipl.-Ing. Christiane Eichenseer

Institut für Produktionsmanagement und -technik
Technische Universität Hamburg-Harburg

Hamburg, den 30. April 2012

Aufgabenstellung

Ausgangssituation

Die in der Hartbearbeitung eingesetzten Mischkeramik-Schneidstoffe sind hohen thermischen und mechanischen Belastungen ausgesetzt. Um eine Optimierung der Mischkeramiken bezüglich des Verschleißwiderstandes und somit der Standzeiten zu erreichen, ist zunächst eine Charakterisierung der Verschleißmechanismen unumgänglich. Dabei spielen nicht nur Untersuchungen zu äußeren thermischen und mechanischen Belastungen eine große Rolle, es sind auch die inneren Spannungszustände in der Schneidplatte für eine Verschleißanalyse von großer Bedeutung. Daher ist es wichtig, die Eigenspannungszustände im Substrat zu analysieren und deren Wechselwirkung mit äußeren thermischen und mechanischen Belastungen zu untersuchen. Hochenergetische Synchrotronstrahlung ermöglicht es, durch große Brillanz und Kohärenz Eigenspannungen in Materialien in Transmission zu messen. Eine hohe Zeitauflösung durch hochfrequente Detektoren und der große Photonenfluss der Strahlung machen neuerdings auch in-situ Messungen während dynamischer Prozesse möglich.

Aufgabenstellung

Ziel der Arbeit ist die röntgenographische Analyse der sich unter thermischer und mechanischer Belastung ausbildenden Spannungen mittels Synchrotronstrahlung an Mischkeramik-Schneidstoffen.

Im Einzelnen sind folgende Teilaufgaben zu bearbeiten:

- Zusammenstellung des Wissensstandes und der bisherigen Erkenntnisse zur Eigenspannungsmessung an mehrphasigen Keramiken und in-situ Eigenspannungsmessung an Proben während mechanischer und/oder thermischer Belastung,
- Konstruktion und Planung von Versuchsaufbauten zur Belastung der Probe auf Druck, Temperatur und kombinierter Belastung aus Druck und Temperatur während röntgenographischer Messungen,
- Herstellung von Probenmaterial (Pulver mahlen, sieben, pressen, sintern, Proben auf erforderliche Geometrie schleifen),

- Charakterisierung der zu untersuchenden Mischkeramik hinsichtlich mechanischer und thermischer Eigenschaften wie elastischer Konstanten, Biegefestigkeit, Wärmeleitfähigkeit und linearer thermischer Ausdehnung,
- Durchführung und Auswertung röntgenographischer Eigenspannungsmessung mittels Synchrotronstrahlung am DESY:
 - Analyse des Spannungszustandes in der Mischkeramik unter Druck
 - Analyse des Spannungszustandes in der Mischkeramik unter Temperatur
 - Überlagerung der Spannungen bei gleichzeitigem Druck und Temperatur
- Theoretische Berechnung der Temperatursausbreitung in der Probe (Bestimmung des sich ausbildenden Temperaturgradienten)

Hinweise zur Durchführung der Arbeit

Bei der Durchführung der Arbeit ist enger Kontakt mit dem Institut zu halten. Es sind die DIN-Normen und VDI-Richtlinien zu beachten. Die Arbeit ist in kopierfähiger Form anzufertigen und in zweifacher Ausfertigung sowie in einem gängigen Dateiformat beim Betreuer abzugeben. Darüber hinaus sind sämtliche Rohdaten geordnet dem Institut für Produktionsmanagement und -technik zur Verfügung zu stellen. Alle im Rahmen der Arbeit gewonnenen Ergebnisse sowie zugänglich gemachte Informationen sind vertraulich zu behandeln; sie bleiben Eigentum des Instituts für Produktionsmanagement und -technik und dürfen ohne dessen Erlaubnis weder Dritten zugänglich gemacht, noch in irgendeiner Form gewerblich genutzt werden. Dies gilt auch für eventuelle schutzrechtsfähige Erfindungen, an denen der Student beteiligt ist. Der Student willigt ein, dass im Fall schutzrechtsfähiger Erfindungen deren Verwertung ausschließlich der TUHH obliegt, wobei dem Studenten eine Vergütung nach den gesetzlichen Bestimmungen zusteht.

Ausgabedatum: 15.11.11

Abgabedatum: 15.05.12

Hamburg, den



Prüfer
Prof. Dr.-Ing. W. Hintze



Masterarbeiterin
Isa Wittmann

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit versichere ich, Isa Wittmann, geboren am 16.02.1984 in Balingen, die vorliegende Masterthesis, zur Vorlage am 30.04.2012 beim Prüfungsamt der Technischen Universität Hamburg-Harburg, selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate deutlich kenntlich gemacht zu haben.

Name, Vorname

Ort, Datum

Unterschrift

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die mich bei der Realisierung dieser Masterthesis unterstützt haben. Insbesondere gilt der Dank Frau Dipl.-Ing. Christiane Eichenseer und Herrn Prof. Dr.-Ing. Wolfgang Hintze von der Technischen Universität Hamburg-Harburg. Sie hatten über die gesamte Zeit hinweg stets ein offenes Ohr für meine Fragen und standen mir immer mit Rat und Tat zur Seite. Die fachlichen Gespräche und Diskussionen mit meinen Betreuern waren wichtige Bestandteile, welche zur Verwirklichung dieser Arbeit beigetragen haben.

Des Weiteren möchte ich mich bei allen Kolleginnen und Kollegen des Instituts für Produktionsmanagement und – technik und des Instituts für Hochleistungskeramik für die gute Zusammenarbeit und Arbeitsatmosphäre, sowie deren stetige Unterstützung bedanken.

Inhaltsverzeichnis

Aufgabenstellung	II
Eidesstattliche Erklärung	IV
Danksagung	V
Inhaltsverzeichnis	VI
Formelzeichen- und Abkürzungsverzeichnis	VIII
Abbildungsverzeichnis	XI
Tabellenverzeichnis	XIII
Formelverzeichnis	XIV
1 Einleitung	1
1.1 Ausgangssituation	1
1.2 Zielsetzung und Vorgehensweise	2
2 Theoretische Grundlagen	3
2.1 Keramikwerkstoffe	3
2.1.1 Keramik als Schneidwerkstoff	3
2.1.2 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ti(O,C)}$ – Mischkeramik	4
2.2 Eigenspannungen und Lastspannungen	6
2.2.1 Arten von Eigenspannungen und Lastspannungen	6
2.2.2 Spannungsmessung	8
2.3 Röntgenbeugung	8
2.3.1 Grundlagen	8
2.3.2 Beugungsverfahren	10
2.3.3 Synchrotronstrahlung	12
2.4 Lineare Elastizitätstheorie	13
2.4.1 Grundlagen	13
2.4.2 Ebener Dehnungszustand	14
2.4.3 Dreiachsiger Dehnungszustand	15
2.5 Deutsches Elektronen-Synchrotron (DESY)	16
2.5.1 Geschichte und Fakten	16
2.5.2 Forschung	16

3	Experimentelle Durchführung	18
3.1	Probenherstellung und Charakterisierung	18
3.1.1	Material	18
3.1.2	Probenherstellung	19
3.1.3	Methoden zur Probencharakterisierung	23
3.2	Versuchsaufbau und Vorrichtungen	25
3.2.1	Temperaturaufbau	25
3.2.2	Druckaufbau	27
3.2.3	Gekoppelter Druck- /Temperaturaufbau	28
3.3	Durchführung der Eigenspannungsmessung	30
3.3.1	Vorversuche	30
3.3.2	Versuchsablauf erste Messzeit am DESY	32
3.3.3	Versuchsablauf zweite Messzeit am DESY	33
3.4	Auswertung	35
3.4.1	Auswertung Mar-Dateien	36
3.4.2	Auswertung Perkin Elmer-Dateien	36
3.4.3	PeakFit	37
3.4.4	Dehnungs- und Spannungsberechnung	37
4	Ergebnisse	38
4.1	Probencharakterisierung	38
4.2	Vorversuche	43
4.3	Peakverschiebung	44
4.4	Gemessene Dehnung und berechnete Spannung	47
5	Diskussion	62
5.1	Probencharakterisierung	62
5.2	Spannungsmessungen	64
5.3	Ausblick	72
6	Zusammenfassung	73
	Quellenverzeichnis	75
	Anhang	79

Formelzeichen- und Abkürzungsverzeichnis

A	Probenquerschnitt
Å	Angström
Al	Aluminium
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
b	Probenbreite in mm
c	Lichtgeschwindigkeit im Vakuum
cm	Zentimeter
CO ₂	Kohlenstoff
d	Netzebenenabstand
DESY	Deutsches Elektronen-Synchrotron
E	Elastizitätsmodul
E	Photonenenergie
ε	Dehnung
EH	Experimental Hutch
F	Kraft
F _N	Normalkraft
g	Gramm
Gew.-%	Gewichtsprozent
GPa	Gigapascal
h	Stunde
h	Probenhöhe
h	Planksches Wirkungsquantum
HEMS	High Energy Material Science
HRC	Rockwellhärte
I	Gebeugte Intensität
I ₀	Einfallende Intensität
K	Kelvin
keV	Kiloelektronenvolt
kN	Kilonewton
kV	Kilovolt
l	Rundprobendicke
m	Meter

min	Minute
ml	Milliliter
mm	Millimeter
MPa	Megapascal
N	Newton
NaCl	Natriumchlorid
Pa	Pascal
R	Ohmscher Widerstand
REM	Raster-Elektronen-Mikroskop
RT	Raumtemperatur
s	Sekunde
S/m	Siemens /Meter
SE	Sekundärelektronen
Si ₃ N ₄	Siliziumnitrid
SiC	Siliziumkarbid
Ti(O,C)	Titanoxikarbid
TiC	Titankarbid
TiN	Titannitrid
TiO ₂	Titanoxid
T _s	Schmelztemperatur
TUHH	Technische Universität Hamburg-Harburg
U/min	Umdrehungen pro Minute
V	Volt
Vol.-%	Volumenprozent
W	Watt
WC	Wolframkarbid
XRD	X-ray Diffraction
ZrC	Zirkoniumkarbid
ZrO ₂	Zirkonoxid
α	Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient
ε^G	Gitterdehnung
ε^G	Gesamtgitterdehnung
ε_q	Querdehnung
θ	Beugungswinkel
λ	Wellenlänge
μm	Mikrometer

ν	Querkontraktionszahl
ρ	spezifischer Widerstand
σ	Normalspannung
σ	Elektrische Leitfähigkeit
σ_B	Biegespannung
σ^{ES}	Eigenspannung
τ	Schubspannung

Abbildungsverzeichnis

Bild 2-1: Gitterstruktur von α - Al_2O_3 [Eig90].	5
Bild 2-2: Gitterstruktur von TiC [Eig90].	5
Bild 2-3: Beugungsprinzip an einem Kristallgitter nach Bragg [Eig90].	9
Bild 2-4: Beugungsprinzip nach Laue [Amo75, Qui09].	10
Bild 2-5: Beugungsprinzip des Drehkristall-Verfahrens [Bue77, Qui09].	11
Bild 2-6: Beugungsprinzip nach Debye-Scherrer [Qui09].	12
Bild 2-7: Normal- und Schubspannungen [Sch11].	13
Bild 2-8: Deutsches Elektronen-Synchrotron [DES00].	17
Bild 3-1: Prinzip des Attritoraufbaus.	20
Bild 3-2: Prinzip zum Vorpressen des Pulvers.	21
Bild 3-3: Vierpunkt-Biegeversuch.	24
Bild 3-4: Prinzip Temperaturentwicklung.	26
Bild 3-5: Links: Temperaturentwicklung mit C15A5-Probe. Rechts: Sichtbare Stelle der linearen Wärmeübertragung.	27
Bild 3-6: Druckaufbau.	27
Bild 3-7: Druckaufbau mit Biegezone.	28
Bild 3-8: Glühzylinder der Firma Bach RC [Bac12].	29
Bild 3-9: Konstruktionsmodell der Biegezone (links) und Foto der fertigen Zone (rechts).	29
Bild 3-10: Gekoppelter Aufbau.	30
Bild 3-11: Temperaturmessungen an fünf Positionen der Rundprobe.	31
Bild 3-12: DESY I: Messpositionen beim Biegeversuch.	33
Bild 3-13: DESY II: Messpositionen beim Biegeversuch.	35
Bild 3-14: Beugungsbild mit Integrationsrichtungen und -winkeln.	36
Bild 4-1: Ohmscher Widerstand der gemessenen Proben.	39
Bild 4-2: Ergebnisse der Biegeversuche mit C15A5-Proben.	41
Bild 4-3: Mikrostruktur der Proben in REM-Aufnahmen.	42
Bild 4-4: Vergleich der TiC-Schicht bei verschiedenen Sintertemperaturen.	42

Bild 4-5: Temperaturverlauf bei Erwärmung mit dem SiC-Stab.....	44
Bild 4-6: Phasendiagramm einer Referenzprobe.	45
Bild 4-7: Peakverschiebung unter thermischer Belastung.....	46
Bild 4-8: Peakverschiebung unter mechanischer Belastung.	46
Bild 4-9: DESY I: Dehnungsverteilung bei 400 °C und 450 °C.....	48
Bild 4-10: DESY I: Dehnungsverteilung bei 400 °C und 450 °C in 0°-Richtung.....	48
Bild 4-11: DESY I: Dehnungsverteilung bei 400 °C und 450 °C in 45°-Richtung.....	49
Bild 4-12: DESY I: Dehnungsverteilung bei 400 °C und 450 °C in 90°-Richtung.....	49
Bild 4-13: DESY II: Dehnungsverteilung bei 500 °C und 667 °C.....	50
Bild 4-14: DESY I: Dehnungsverteilung über der Temperatur.....	50
Bild 4-15: DESY I: Spannung σ_{22} über der Temperatur.	51
Bild 4-16: DESY II: Dehnungsverteilung über der Temperatur.....	51
Bild 4-17: DESY II: Spannung σ_{22} über der Temperatur.	52
Bild 4-18: DESY I: Dehnungsverteilung bei 195 MPa in 0°-Richtung.	53
Bild 4-19: DESY I: Spannung σ_{22} bei 195 MPa.....	53
Bild 4-20: DESY I: Dehnungsverteilung bei 195 MPa in 90°-Richtung.	54
Bild 4-21: DESY II: Dehnungsverteilung bei 400 MPa.	55
Bild 4-22: DESY II: Spannung σ_{22} bei 400 MPa.....	55
Bild 4-23: DESY I: Dehnungsverteilung über der Biegespannung σ_B	56
Bild 4-24: DESY I: Spannung σ_{22} über der Biegespannung σ_B	56
Bild 4-25: DESY II: Dehnungsverteilung über der Biegespannung σ_B	57
Bild 4-26: DESY II: Spannung σ_{22} über der Biegespannung σ_B	58
Bild 4-27: Dehnungsverteilung über der Biegespannung σ_B bei 500 °C.....	59
Bild 4-28: Spannung σ_{22} über der Biegespannung σ_B bei 500 °C.	59
Bild 4-29: Dehnungsverteilung über der Biegespannung σ_B bei 500 °C und bei RT.....	60
Bild 4-30: Spannung σ_{22} über der Biegespannung σ_B bei 500 °C und bei RT.	61

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Eigenschaften von Al_2O_3 und TiC [Bar94, Fri97, Czi04].	6
Tabelle 3-1: Verwendete Rohstoffe [Zim10].	18
Tabelle 3-2: Zusammensetzung C15 für 50 g Pulvermischung.	19
Tabelle 3-3: Sinterzyklus zur Herstellung von C15-Proben.	22
Tabelle 3-4: Ablauf zum Schleifen und Polieren der Proben.	22
Tabelle 4-1: Pulverpartikelgröße.	38
Tabelle 4-2: Elektrische Leitfähigkeit der gemessenen Proben.	39
Tabelle 4-3: Biegeversuch mit 2 g Proben.	40
Tabelle 4-4: Biegeversuch mit 1,5 g Proben.	40
Tabelle 4-5: Elastizitätskonstanten [Eig90, Zim10].	43
Tabelle 4-6: Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient α von C15A5-Proben.	43

Formelverzeichnis

Formel 2-1: Eigenspannungen.	7
Formel 2-2: Bragg-Gleichung.	9
Formel 2-3: Gitterdehnungen ε^G	10
Formel 2-4: Beziehung: θ - ε^G	10
Formel 2-5: Hooke'sches Gesetz.....	14
Formel 2-6: Querdehnung.	14
Formel 2-7: Ebene Dehnung.	15
Formel 2-8: Verschiebungen.	15
Formel 2-9: Dreiachsige Dehnung.....	16
Formel 3-1: Spezifischer elektrischer Widerstand ρ [Lin04].	23
Formel 3-2: Elektrische Leitfähigkeit σ [Lin04].	24
Formel 3-3: Biegefestigkeit [Rös08].....	24
Formel 3-4: Wellenlänge.	32

1 Einleitung

Ständige Bemühungen der Werkzeugindustrie, die Standzeiten von Zerspanwerkzeugen zu erhöhen, erfordern mitunter eine Reduktion des Werkzeugverschleißes. Um dem Wettbewerb und den immer höheren Anforderungen an die Werkzeuge standhalten zu können, ist es zwingend notwendig die heutigen Schneidwerkzeuge für die Metallbearbeitung ständig weiter zu entwickeln.

1.1 Ausgangssituation

Für das Hartdrehen von Stahl werden derzeit hauptsächlich nichtmetallische Schneidwerkstoffe wie Mischkeramiken eingesetzt, welche, um eine hohe Verschleißbeständigkeit aufzuweisen, enormen mechanischen und thermischen Belastungen standhalten müssen. Zu den mechanischen Belastungen gehören Schnitt- und Radialkräfte im Bereich von 50-200 N, die auf sehr kleine Kontaktflächen der Schneidkeramik wirken und so zu Druckspannungen führen, welche wiederum die Verschleißbeständigkeit beeinflussen [Püs05, Uhl11]. Außerdem beruht das Funktionsprinzip beim Hartdrehen auf der Nutzung hoher Temperaturen im Bereich von 500-1500 °C, welche durch plastische Verformung im Werkstück an der Schneidzone entstehen [Oph98]. Als Folge der Überlagerung dieser beiden Belastungsarten tritt hoher Werkzeugverschleiß auf. Bisher wurden Verschleißmechanismen wie Adhäsion, Abrasion oder Tribooxidation, hauptsächlich mit empirischen Methoden bei verschiedenen Schnittparametern und anschließender optischer Charakterisierung des fortschreitenden Verschleißes untersucht [Cak11, Dur10]. Bis heute gibt es keine Untersuchungen, die einen möglichen Zusammenhang zwischen inneren Spannungen, Verschleißmechanismen und Materialversagen in keramischen Schneidwerkzeugen betrachten, obwohl jüngere Literatur beispielsweise auf Tribologieuntersuchungen verweist, bei denen innere Spannungen in derselben Größenordnung wie äußere Belastungen durch Druck oder Reibung entstehen. Dies zeigt eine Kopplung zwischen inneren Spannungen und der Verschleißrate in einem tribologischen System [Wai07].

1.2 Zielsetzung und Vorgehensweise

Ziel der Arbeit ist es, die aufgrund von externer thermischer und mechanischer Belastung entstehenden inneren Spannungen in Mischkeramik-Schneidwerkstoffen beim Hartdrehen röntgenografisch zu untersuchen, um die Verschleißmechanismen in keramischen Schneidwerkzeugen vollständig verstehen zu können. Die röntgenografischen Messungen werden mittels hochenergetischer Synchrotronstrahlung am Deutschen Elektronen-Synchrotron in Hamburg durchgeführt.

Die Vorgehensweise gliedert sich in die Probenherstellung, die Versuchsaufbauten, die röntgenographischen Messungen und deren Auswertung.

Die Mischkeramikproben in Form von Tabletten und Biegestäbchen werden am Institut für Hochleistungskeramik an der Technischen Universität Hamburg-Harburg hergestellt und hinsichtlich mechanischer und thermischer Eigenschaften wie Biegefestigkeit, elektrischer Leitfähigkeit und linearer thermischer Ausdehnung charakterisiert.

Überdies beinhaltet diese Arbeit die Konstruktion, Planung und Herstellung dreier Versuchsaufbauten zur Belastung der Proben auf Druck, Temperatur und gekoppelter Belastung aus Druck und Temperatur, welche am Deutschen Elektronen-Synchrotron zu statischen Eigenspannungsmessungen eingesetzt werden können.

Die röntgenografischen Untersuchungen liefern Beugungsbilder, welche mit speziellen Programmen ausgewertet werden, um Aussagen über die Spannungs- und Dehnungsverteilung in der Mischkeramik unter Druck, Temperatur und einer Koppelung dieser beiden Lasten treffen zu können. Aus den Beugungsbildern lassen sich die Gitterdehnungen unter mechanischer und thermischer Last über die Bragg-Gleichung ermitteln. Die dazugehörigen Spannungen werden über das Hooke'sche Gesetz mit Voigt'scher Notation und Spannungs-Verzerrungsmatrizen berechnet.

2 Theoretische Grundlagen

Im folgenden Kapitel werden Begriffe, Grundlagen und Zusammenhänge der Werkstoffstruktur, der Eigenspannungen und der Röntgenbeugung, insbesondere im Hinblick auf röntgenografische Eigenspannungsmessung an Mischkeramiken erläutert. Die Kenntnisse dieser theoretischen Grundlagen sollen das Verständnis der nachfolgenden Kapitel erleichtern.

2.1 Keramikwerkstoffe

Keramiken bestehen aus chemischen Verbindungen metallischer und nichtmetallischer Elemente. Ihre technischen Einsatzgebiete erstrecken sich aufgrund der vielfältigen mechanischen und physikalischen Eigenschaften auf magnetische Komponenten, Elektrobauteile und Isolatoren bis hin zu Schleifmitteln [Ask96]. Überdies werden keramische Werkstoffe immer häufiger als Schneidkeramiken zur Metallbearbeitung verwendet.

2.1.1 Keramik als Schneidwerkstoff

Keramische Schneidwerkstoffe dringen aufgrund ihrer Materialeigenschaften, wie hohe Warmfestigkeit und gute chemische Beständigkeit, immer weiter in die Anwendungsbereiche der herkömmlichen Schneidwerkstoffe, wie Hartmetalle oder Cermets, ein. Dabei werden sehr hohe Anforderungen wie

- hohe Verschleißfestigkeit,
- hohe Temperaturbeständigkeit,
- große Härte und Druckfestigkeit,
- hohe Zähigkeit und Biegefestigkeit

an die Schneidkeramik gestellt [Tön93]. Ferner ist bei der Bearbeitung mit Schneidkeramiken kein Kühl- oder Schmiermittel erforderlich und es werden wesentlich höhere Schnittgeschwindigkeiten und kürzere Bearbeitungszeiten erreicht. Somit ist eine höhere Wirtschaftlichkeit erzielbar. Zum Hartdrehen von Stahl wird im Allgemeinen auch kubisches Bornitrid verwendet, welches aber wesentlich teurer ist als keramische Schneidwerkstoffe. Nachteilig können sich das spröde Materialverhalten der Mischke-

ramik, die niedrige Bruchfestigkeit sowie die Empfindlichkeit gegenüber thermischer und mechanischer Wechselbeanspruchung auswirken [Zim10, Sch96, Tön93].

Schneidkeramiken werden unterteilt in Oxidkeramiken, Siliziumnitridkeramiken, whiskerverstärkte Keramiken und Mischkeramiken.

Oxidkeramiken, wie Aluminiumoxid, werden aufgrund ihrer Warmhärte erfolgreich bei sehr hohen Schnittgeschwindigkeiten eingesetzt. Allerdings ist die Sprödigkeit der Keramik ein großer Nachteil. Haupteinsatzgebiet der Oxidkeramiken ist das Schrupp- und Schlichtdrehen von Gusseisen- und Stahlwerkstoffen [Sch96, Kol91].

Aufgrund ihrer hohen Bruchzähigkeit eignen sich **Siliziumnitridkeramiken** zur Hochgeschwindigkeitsbearbeitung von Gusseisenwerkstoffen. Jedoch ist angesichts der Affinität von Si_3N_4 zu Eisen die Stahlbearbeitung nicht möglich [Sch96].

Die stäbchenförmigen SiC-Whisker in einer Aluminiumoxidmatrix verbessern die Festigkeit und die Zähigkeit der **whiskerverstärkten Schneidkeramik**. Somit kann der Schneidwerkstoff auch für schwer zerspanbare Werkstoffe, wie beispielsweise Nickelbasislegierungen, eingesetzt werden [Sch96, Tön93, Kol91].

Als **Mischkeramik** werden Keramiken bezeichnet, bei denen Al_2O_3 als Matrix zusätzliche Hartstoffe wie TiC, TiN oder WC enthält. So können Eigenschaften wie Härte und Wärmeleitfähigkeit verbessert werden.

Da in der vorliegenden Arbeit eine Al_2O_3 -Ti(O,C)-Mischkeramik charakterisiert werden soll, wird darauf im folgenden Abschnitt noch genauer eingegangen.

2.1.2 Al_2O_3 -Ti(O,C) – Mischkeramik

Durch Zusatz von TiC und TiO_2 in einer Al_2O_3 -Matrix werden die Bruchzähigkeit, die Wärmeleitfähigkeit und die elektrische Leitfähigkeit gegenüber dem reinen Aluminiumoxid verbessert. So kann die Mischkeramik aufgrund ihrer Härte und Korrosionsbeständigkeit zum Hartdrehen von Stählen mit Härten bis zu 62 HRC sogar bei hohen Temperaturen eingesetzt werden. Allerdings verringern sich durch den metallischen Zusatz die Oxidationsbeständigkeit und die Warmhärte des Materials [Sch96, Tön93].

Aufbau der Phasen

Die charakteristischen Gefügebestandteile der Mischkeramik sollen zunächst einzeln dargestellt werden. Bild 2-1 zeigt die rhomboedrische Gitterstruktur von $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, auch als Saphir bekannt, wobei die Sauerstoffatome hexagonal dichtest gepackt sind und die Aluminiumatome die Oktaederlücken der Struktur einnehmen [Eig90, Püs05]. Al_2O_3

in der rhomboedrischen Struktur ist für technische Anwendungen die wichtigste Modifikation. Dabei ist es durch stetige Verbesserungen des Herstellungsprozesses bereits möglich, Al_2O_3 mit Korngrößen unter einem Mikrometer herzustellen [God02].

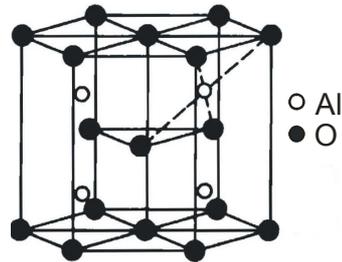


Bild 2-1: Gitterstruktur von α - Al_2O_3 [Eig90].

Bild 2-2 zeigt die kubische Gitterstruktur von Titankarbid vom NaCl-Typ. Titan- und Kohlenstoffatome bilden jeweils ein kubisch flächenzentriertes Gitter, wobei beide Gitter jeweils um die Hälfte des Gitterparameters gegeneinander in Richtung der Elementarzellenkante verschoben sind [Eig90, Püs05].

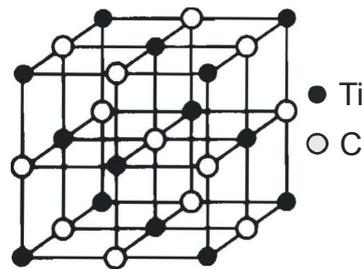


Bild 2-2: Gitterstruktur von TiC [Eig90].

Eigenschaften der Phasen

Aluminiumoxid zeichnet sich durch eine hohe chemische und thermische Stabilität ($T_s = 2000 \text{ }^\circ\text{C}$) und eine hohe Druckfestigkeit von etwa 2,6 GPa aus [Sei00, Bar94]. Der große Nachteil von Al_2O_3 liegt in den sich schnell bildenden Rissen, welche sich geradlinig ausbreiten und zu einer geringen Bruchzähigkeit führen. Dieser Nachteil kann durch Zugabe von rissumleitenden Hartstoffen, wie Titankarbid, ausgeglichen werden. Aber auch Zirkonoxid kann das Zähigkeitsverhalten positiv beeinflussen [Cla76, Pet91].

Zu den bemerkenswertesten Eigenschaften von Titankarbid gehören die hohe Mikrohärtigkeit und die hohe Schmelztemperatur ($T_s = 3100 \text{ }^\circ\text{C}$), was Titankarbid zu einer sehr stabilen Verbindung macht [Püs05]. Weitere wichtige Eigenschaften beider Phasen zeigt Tabelle 2-1.

Tabelle 2-1: Eigenschaften von Al_2O_3 und TiC [Bar94, Fri97, Czi04].

Eigenschaften	Einheit	Al_2O_3	TiC
Dichte	g/cm^3	3,9	4,93
Biegefestigkeit	MPa	400	k. A.
E-Modul	GPa	390	460
Härte (Vickers)	GPa	23	28-32
Wärmeleitfähigkeit	$\text{W/(m}\cdot\text{K)}$	30	21
Ausdehnungskoeffizient	$10^{-6}/\text{K}$	8	7,4
Elektrische Leitfähigkeit	$10^{-6} \cdot \Omega\text{cm}$	-	45

Gesamtbild der Mischkeramik

Die Mischkeramik aus Al_2O_3 und TiC kann generell mit einem sehr feinkörnigen Gefüge mit Korngrößen um ein Mikrometer hergestellt werden. Die Eigenschaften der Mischkeramik zeigen eine starke Abhängigkeit von den Volumenanteilen der einzelnen Phasen. Beispielsweise steigen mit dem Anteil von TiC die Härte, der Elastizitätsmodul und die Wärmeleitfähigkeit des Gesamtmaterials. Allerdings entstehen aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Al_2O_3 und TiC innere Spannungen, die mit steigendem TiC-Gehalt größer werden. Gong et. al. begründen damit eine maximale Bruchzähigkeit der Mischkeramik bei 30 Gew.-% TiC [Zha02, Gon01]. Somit begünstigt eine Zugabe von TiC zwar die mechanischen Eigenschaften der Mischkeramik, jedoch ist die einsetzende Oxidation an Luft bei 800 °C von entscheidendem Nachteil [Tam92].

2.2 Eigenspannungen und Lastspannungen

Alle technisch relevanten Herstellungs- oder Bearbeitungsprozesse erzeugen in den Werkstoffen charakteristische Spannungszustände. Eigenspannungen sind Spannungen, die in Abwesenheit von äußeren Einwirkungen, wie mechanischen oder thermischen Belastungen, in Werkstoffen bzw. Bauteilen vorliegen [Eig90]. Lastspannungen entstehen aufgrund mechanischer und thermischer Belastungen von außen und können sich mit den Eigenspannungen überlagern [Gib04].

2.2.1 Arten von Eigenspannungen und Lastspannungen

Um das innere Gleichgewicht im Bauteil zu erhalten, müssen sich die aus den Eigenspannungen resultierenden Kräfte und Momente jeweils über Werkstoff- bzw. Bauteil-

volumen hinweg aufheben [Eig90]. Es hat sich als sinnvoll erwiesen, Eigenspannungen in I., II. und III. Art zu unterteilen und die lokal vorliegenden Gesamteigenspannungen σ^{ES} als Summe dieser Eigenspannungen $\sigma^{ES,I}$, $\sigma^{ES,II}$ und $\sigma^{ES,III}$ gemäß Formel 2-1 zu beschreiben [Mac73].

Formel 2-1: Eigenspannungen.

$$\sigma^{ES} = \sigma^{ES,I} + \sigma^{ES,II} + \sigma^{ES,III}$$

Eigenspannungen I. Art sind makroskopische Eigenspannungen und über viele Körner und damit größere Bauteilbereiche hinweg hinreichend konstant. Sie entstehen beispielsweise durch Schleifen in den Bauteiloberflächen. Wird ein Bereich des Bauteils entfernt, ist dies ein Eingriff in das Gleichgewicht der Eigenspannungen I. Art und hat somit immer makroskopische Maßänderungen zur Folge.

Eigenspannungen II. Art sind mikroskopische Eigenspannungen, die innerhalb einzelner Körner eines Werkstoffs hinreichend homogen sind. Sie können eine Folge der elastischen und/oder plastischen Anisotropie der Kristallite sein oder entstehen, wenn sich einzelne Körner relativ zueinander, irreversibel verformen. In nichtkubisch kristallisierenden Vielkristallen entstehen Eigenspannungen II. Art aufgrund der Anisotropie der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der verschiedenen Phasen der Kristallite. Eingriffe in das Gleichgewicht der Eigenspannungen II. Art können auch hier zu makroskopischen Maßänderungen führen.

Eigenspannungen III. Art sind mikroskopische Eigenspannungen, die über kleinste Bereiche eines Korns hinweg inhomogen sind und durch Gitterfehler, wie Fremdatome, Leerstellen (Schottky-Defekt), Zwischengitteratome (Frenkel-Defekt) und Versetzungen entstehen. Eingriffe in das Gleichgewicht der Eigenspannungen III. Art führen nicht zu makroskopischen Maßänderungen [Eig90].

Lastspannungen I. Art entstehen, wenn äußere thermische oder mechanische Kräfte auf einen eigenspannungsbehafteten homogenen Werkstoff wirken. Sie sind über viele Körner hinweg homogen und überlagern sich additiv mit den im Werkstoff existierenden Eigenspannungen I. Art. Totalspannungen I. Art erhält man aus der Summe der Eigenspannungen und der Lastspannungen I. Art. Aufgrund der Anisotropie der Körner bilden sich in homogenen Werkstoffen Lastspannungen II. Art aus, welche aber nur innerhalb einzelner Körner homogen sind [Gib04].

2.2.2 Spannungsmessung

Zur Analyse von Last- und Eigenspannungen existieren mehrere Verfahren, die ihre Dehnungsinformationen aus unterschiedlichen Messgrößen beziehen. In dieser Arbeit wird jedoch nur auf die zerstörungsfreien Methoden eingegangen. Die Wahl eines geeigneten Verfahrens hängt vom Werkstoff, der gewünschten Messtiefe und den zu ermittelnden Makro- und Mikrospannungen ab.

Die bekanntesten Methoden zur Spannungsmessung sind das Ultraschallverfahren, das Magnetverfahren und die Beugungsverfahren, wobei jedes Verfahren unterschiedliche Arten von Spannungen erfasst.

So lassen sich mit dem **Ultraschallverfahren** über Geschwindigkeit, Laufzeit oder Absorption der Ultraschallwellen die Eigenspannungen I., II. und III. Art messen. Allerdings ist dies nicht in den einzelnen Phasen mehrphasiger Materialien möglich.

Mit dem **Magnetverfahren** kann man magnetinduktiv, magnetoelastisch oder ferromagnetisch die Eigenspannungen I. und III. Art innerhalb der ferromagnetischen Phase erfassen.

Last- und Eigenspannungen I. Art lassen sich phasenselektiv über die **Beugungsverfahren** mittels Röntgen-, Neutronen- oder Synchrotronstrahlung bestimmen. Dazu ist allerdings die Kenntnis der röntgenographischen Elastizitätskonstanten erforderlich [Mac83, Hau82]. Da die inneren Spannungen in der vorliegenden Arbeit durch Beugungsverfahren ermittelt wurden, wird dieses Thema in einem gesonderten Abschnitt ausführlicher behandelt.

2.3 Röntgenbeugung

In der Materialphysik wird Röntgenbeugung unter anderem eingesetzt, um die kristallographischen Strukturen der Werkstoffe bzw. einzelner Werkstoffphasen zu ermitteln. Im nachfolgenden Abschnitt werden die Grundprinzipien der Beugungstheorie, insbesondere der Beugung mit Synchrotronstrahlung, beschrieben.

2.3.1 Grundlagen

Die röntgenografische Spannungsanalyse beruht auf der Ermittlung von Gitterdehnungen, denen über elastizitätstheoretische Beziehungen entsprechende Spannungen zugeordnet werden. Gitterdehnungen sind stets gewichtete Mittelwerte innerhalb des vom Röntgenstrahl erfassten Probenvolumens. Bedingung zur Anwendung des Verfahrens

sind regellos orientierte Kristallite einer Werkstoffphase, die in der Lage sind einen Beitrag zur Interferenz zu liefern. Aus den Verschiebungen der Röntgeninterferenzlinien werden die mittleren Eigen- und Lastspannungen I. und II. Art ermittelt. Dabei führen die Mikroeigenstressungen II. und III. Art nicht zu einer Verschiebung der Interferenzlinien, sondern tragen nur zu einer Verbreiterung dieser Linien bei [Gib04].

Fällt auf einen Werkstoff mit regelloser Orientierungsverteilung der Kristallite monochromatische Röntgenstrahlung, so treten Interferenzerscheinungen auf. Diese können nach Bragg als Reflexionen an den Gitterebenen vom Typ $\{hkl\}$ interpretiert werden (Bild 2-3). Aufgrund der periodisch angeordneten Struktureinheiten der Kristalle treten die Beugungserscheinungen nur für ganz bestimmte Winkel auf. Die unter dem Beugungswinkel θ (Bragg-Winkel) einfallende Intensität I_0 liefert nur dann eine um 2θ gebeugte Intensität I gegenüber der Einfallsrichtung des Röntgenstrahls, wenn die Bragg'sche Bedingung erfüllt ist (Formel 2-2):

Formel 2-2: Bragg-Gleichung.

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

Dabei ist d der Netzebenenabstand, λ die monochromatische Wellenlänge und n die Ordnung der Beugungserscheinung. Die Intensität I des gebeugten Strahls wird als Interferenzlinie registriert [Eig90, Cul78]. Aufgrund der Abhängigkeit der Bragg-Reflexion vom Sinus des Winkels können nur Reflexe beobachtet werden, wenn für die Wellenlänge $\lambda < 2d$ gilt.

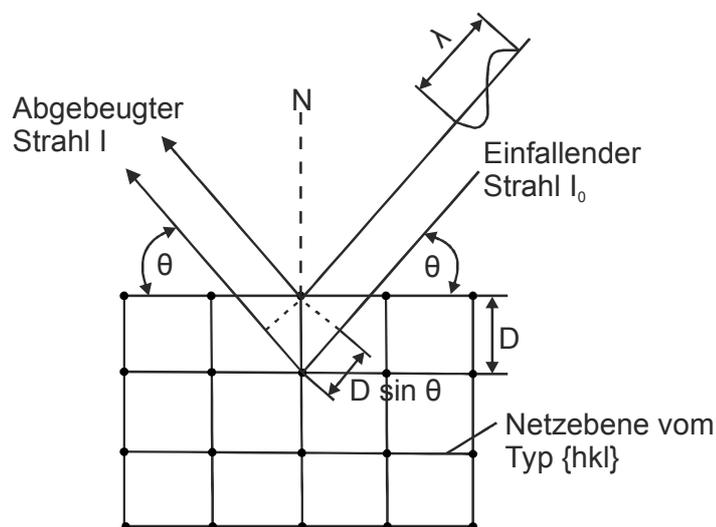


Bild 2-3: Beugungsprinzip an einem Kristallgitter nach Bragg [Eig90].

Wird ein Kristallgitter durch äußere mechanische oder thermische Einwirkung so belastet, dass der Netzebenenabstand durch elastische Verformungen von d_0 in d übergeht, entstehen Gitterdehnungen ε^G (Formel 2-3).

Formel 2-3: Gitterdehnungen ε^G .

$$\varepsilon^G = \frac{d - d_0}{d_0}$$

Dabei beschreibt der Index „0“ den Eigenspannungszustand des Gitters ohne äußere Belastungen [Eig90].

Nach Differenzierung der Gleichung 2-2 nach dem Bragg-Winkel θ erhält man eine Beziehung zwischen dem Beugungswinkel θ und der Gitterdehnung ε^G in Messrichtung. Somit führen Gitterdehnungen, wie Formel 2-4 zeigt, zu Verschiebungen der Beugungswinkel [Man10].

Formel 2-4: Beziehung: θ - ε^G .

$$d\theta = (\theta - \theta_0) = -\tan\theta_0 \frac{d - d_0}{d_0} = -\tan\theta_0 \varepsilon^G$$

2.3.2 Beugungsverfahren

Es gibt mehrere Verfahren, um die Kristallstruktur mit Hilfe der Bragg-Reflexion zu bestimmen. Davon werden die drei wichtigsten im folgenden Unterkapitel erläutert.

Zur Beugung der Röntgenstrahlen wird beim **Laue-Verfahren** ein feststehender Einkristall verwendet. Bild 2-4 zeigt die hinter der Probe platzierte Fotoplatte, welche die gebeugten Röntgenstrahlen in Form von punktförmigen Beugungsreflexen aufnimmt, die das reziproke Gitter darstellen.

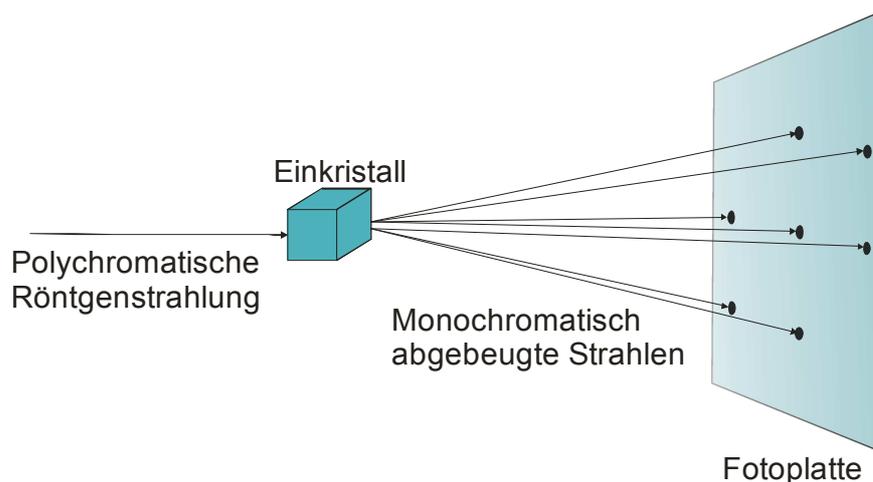


Bild 2-4: Beugungsprinzip nach Laue [Amo75, Qui09].

Bei diesem Verfahren wird weiße polychromatische Röntgenstrahlung mit einem breiten Wellenspektrum verwendet. Dadurch erfüllen mehrere Gitterebenen gleichzeitig die

Beugungsbedingung (Formel 2-2). Allerdings ergibt sich hier ein Indizierungsproblem, da man nicht erkennen kann, welcher Reflex von welcher Wellenlänge stammt. Somit ist das Verfahren zur Ermittlung von Gitterkonstanten nicht geeignet, dafür aber zur Bestimmung der Kristallorientierung und der Kristallsymmetrie [Amo75].

Beim **Drehkristallverfahren** wird ebenfalls ein Einkristall verwendet, dieser ist allerdings drehbar gelagert (Bild 2-5). Ein weiterer Unterschied zum Laue-Verfahren ist die monochromatische Röntgenstrahlung mit nur einer Wellenlänge, die zur Beugung genutzt wird.

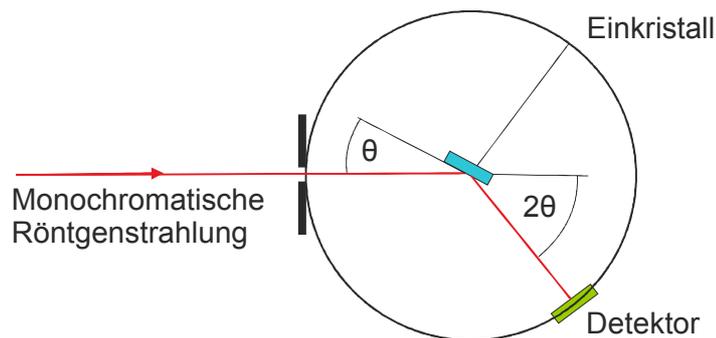


Bild 2-5: Beugungsprinzip des Drehkristall-Verfahrens [Bue77, Qui09].

Liegt die Probenorientierung relativ zum einfallenden Strahl, ist die Bragg-Gleichung erfüllt und Beugungsmaxima treten auf [Qui09]. Mit der Drehkristallmethode können die Gitterkonstanten eines Einkristalls bestimmt werden, somit ist dies eine Methode zur Strukturbestimmung. Ein Nachteil der Methode ist, dass man keine Rückschlüsse auf die Symmetrie des Kristalls ziehen kann.

In der vorliegenden Arbeit wird mit dem **Debye-Scherrer-Verfahren** gearbeitet. Es unterscheidet sich von den anderen beiden Methoden dadurch, dass auch Vielkristalle untersucht werden können. Das heißt, die monochromatischen Röntgenstrahlen werden an vielen kleinen Kristallen gebeugt und erzeugen durchgehende Beugungsringe (Debye-Scherrer-Ringe), wie Bild 2-6 zeigt [Qui09, Bue77].

Aufgrund der zufälligen Anordnung der Kristalle im Mischkristallgitter erfüllen einige Kristallebenen immer die Bragg'sche Beugungsbedingung und erzeugen Beugungskegel mit einem für jede Netzebene charakteristischen doppelten Beugungswinkel 2θ . Mit den Beugungswinkeln lassen sich die Netzebenenabstände d_{hkl} über die Bragg-Gleichung (Formel 2-2) berechnen. Somit lässt sich auch die Änderung der Netzebenenabstände unter mechanischer oder thermischer Belastung bestimmen [Bue77].

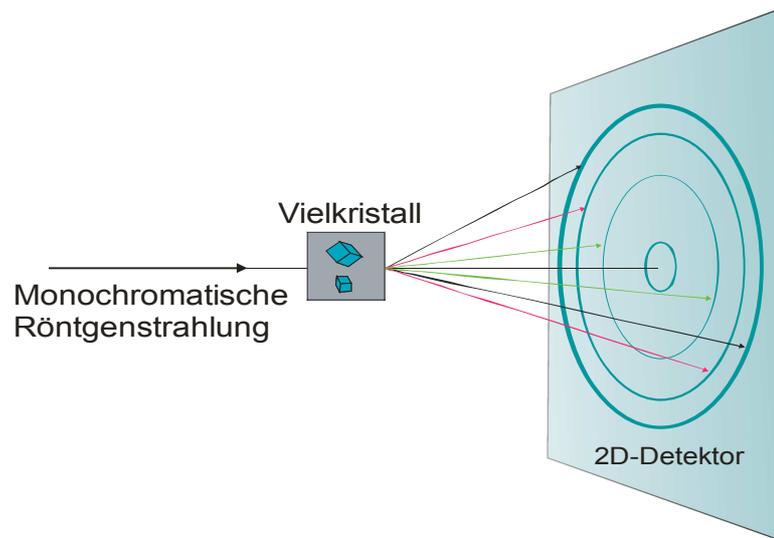


Bild 2-6: Beugungsprinzip nach Debye-Scherrer [Qui09].

2.3.3 Synchrotronstrahlung

Wenn ein geladenes Teilchen, wie ein Elektron oder Positron, gebremst oder beschleunigt wird, sendet es elektromagnetische Strahlung aus, welche auch Bremsstrahlung genannt wird. Ändert das Teilchen seine Flugbahn, wenn es sich beispielsweise langsam auf einer Kreisbahn bewegt, strahlt es ebenfalls elektromagnetische Wellen nach vorne und hinten ab. Wird das Teilchen, welches auf eine Kreisbahn gezwungen wird, auf sehr hohe Geschwindigkeiten beschleunigt, sendet es die elektromagnetische Strahlung nicht mehr in beide Richtungen aus, sondern nur noch nach vorne. Diese Vorwärtsstrahlung wird Synchrotronstrahlung genannt.

Synchrotronstrahlung hat ein sehr breites Frequenzspektrum von Infrarot bis in den Röntgenbereich. Die zweite herausragende Eigenschaft ist die hohe Intensität des Lichtes. Besonders im Röntgenbereich ist keine Strahlung heller als Synchrotronstrahlung.

Typische Quellen für diese Art von Strahlung auf der Erde sind Teilchenbeschleuniger, wie das Deutsche Elektronen-Synchrotron (DESY) in Hamburg. Nur dort können die Teilchen ausreichende Geschwindigkeiten erreichen. Um eine etwa tausendmal höhere Strahlungsintensität zu erhalten, können in die Teilchenbeschleuniger zusätzlich Spezialmagnete eingebaut werden [DES00]. Diese sogenannten Wiggler und Undulatoren bestehen aus einer Folge von sich abwechselnden Nord- und Südpolen [WEL12]. Somit erhalten die Teilchen einen Slalomkurs und wechseln noch häufiger die Richtung, wodurch sich eine höhere Strahlungsintensität ergibt.

Im Weltall sind auch natürliche Synchrotronstrahlenquellen zu finden, wie beispielsweise in den Magnetfeldern des Krabbennebels, den Überresten einer Supernova, wo die Elektronen noch im sichtbaren und ultravioletten Bereich strahlen [DES00].

2.4 Lineare Elastizitätstheorie

Im folgenden Abschnitt wird die lineare Elastizitätstheorie mit Blick auf den ebenen und den dreiachsigen Dehnungszustand erklärt, mit der ein Großteil der Ingenieuraufgaben abgedeckt werden kann.

2.4.1 Grundlagen

Spannungen und Verformungen, hervorgerufen durch äußere Lasten, werden im Gebiet der linearen Elastizitätstheorie untersucht. Dabei werden die Spannungen aus den gemessenen Gitterdeformationen berechnet, wobei die Berechnung auf der Theorie der Linearelastizität basiert und eine Kenntnis spezieller Elastizitätskonstanten voraussetzt. Diese können experimentell oder rechnerisch ermittelt werden [Gib04].

Bei linearen Verhältnissen wird der Zusammenhang zwischen den Formänderungen und den daraus resultierenden Spannungen durch das Hooke'sche Gesetz geliefert. Die Art der Beanspruchung wird nach Zug-, Druck-, Biege-, Schub- und Torsionsbeanspruchung unterschieden. Dabei wird die elastische Spannung, welche auf ein Flächenelement dA wirkt, unterteilt in die Normalspannung σ in Richtung der Flächennormalen und in die Schubspannungskomponenten τ , welche tangential auf das Flächenelement wirken (Bild 2-7).

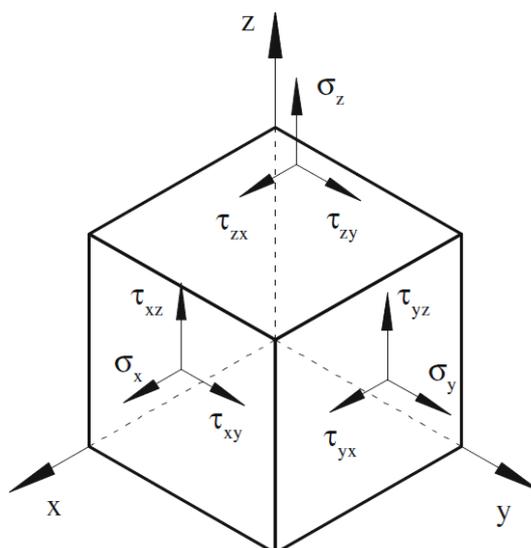


Bild 2-7: Normal- und Schubspannungen [Sch11].

Durch einen Spannungsvektor, wie er in Bild 2-7 zu sehen ist, ist der Spannungszustand in einem Punkt eines Körpers vollständig beschrieben. Sollen alle Spannungszustände in einem quaderförmigen Körper beschrieben werden, sind neun Spannungskomponenten notwendig.

Nachfolgende Aussagen werden unter der Annahme getroffen, dass es sich um isotropes Material handelt, welches sich linear-elastisch verhält. Der einachsige Spannungszustand kann dann mit dem Hooke'schen Gesetz beschrieben werden (Formel 2-5).

Formel 2-5: Hooke'sches Gesetz.

$$\sigma = E \cdot \varepsilon$$

Dabei ist E der Elastizitätsmodul des gesamten Materials und ε die lineare Dehnung. Neben der Längendehnung ε gibt es auch noch eine Querdehnung im Material, die durch die Querkontraktionszahl ν beschrieben wird. Für die Querdehnung ε_q gilt Formel 2-6 [Sch11].

Formel 2-6: Querdehnung.

$$\varepsilon_q = -\nu \cdot \varepsilon = -\nu \cdot \frac{\sigma}{E}$$

Beschreibt man die Elastizitätstheorie mit dem isotropen Hooke'schen Gesetz, so geht man von der Isotropie des Werkstoffes aus. Der Elastizitätsmodul E und die Querkontraktionszahl ν beschreiben als unabhängige Elastizitätskonstanten das Gesetz. Dabei gibt es für verschiedene Verzerrungszustände jeweils eine zugehörige Verzerrungsmatrix. Die Formeln zur Spannungsberechnung bei ebener Dehnung und einem dreiachsigen Dehnungszustand werden in den folgenden Unterkapiteln gegeben.

2.4.2 Ebener Dehnungszustand

Bei einem ebenen Dehnungszustand in der x, y -Ebene, wie er beispielsweise beim Biegeversuch vorliegt, treten Spannungen in x, y und z -Richtung auf. Allerdings ist die resultierende Dehnung ε_z in z -Richtung gleich null [Sch11].

Somit lassen sich nach Formel 2-7 aus den Dehnungen über die Verzerrungsmatrix C die Spannungen berechnen, in welche die Elastizitätskonstanten E und ν einfließen [Bat86].

Formel 2-7: Ebene Dehnung.

$$\begin{pmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \end{pmatrix} = \frac{E(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \begin{pmatrix} 1 & \frac{\nu}{1-\nu} & 0 \\ \frac{\nu}{1-\nu} & 1 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ 2\varepsilon_z \end{pmatrix}$$

Die hier dargestellten Spannungs- und Dehnungsvektoren sind symmetrische dreidimensionale Tensoren, welche nach der Voigt'schen Notation umgeformt und zu einer kompakten Form reduziert wurden. Außerdem gehen die Schubkomponenten mit dem Faktor 2 ein, was den im Ingenieurwesen häufiger anzutreffenden Gleichungen entspricht [Frü05].

2.4.3 Dreiachsiger Dehnungszustand

Für den dreiachsigen Dehnungszustand müssen sechs Spannungskomponenten σ_x , σ_y , σ_z , τ_{xy} , τ_{yz} , τ_{zx} berücksichtigt werden. Dabei wird die Dehnung durch die Verschiebungskomponenten ε_x , ε_y , ε_z und die Verzerrung durch die Komponenten γ_{xy} , γ_{yz} , γ_{zx} wiedergegeben. Da in dieser Arbeit nur die Verschiebungen der Netzebenen berechnet werden, sollen auch nur die Gesetzmäßigkeiten zwischen Spannungen und Verschiebungen dargestellt werden [Sch11]:

Formel 2-8: Verschiebungen.

$$\begin{aligned} \varepsilon_x &= \frac{1}{E} (\sigma_x - \nu\sigma_y - \nu\sigma_z), \\ \varepsilon_y &= \frac{1}{E} (\sigma_y - \nu\sigma_x - \nu\sigma_z), \\ \varepsilon_z &= \frac{1}{E} (\sigma_z - \nu\sigma_y - \nu\sigma_x). \end{aligned}$$

Um die Spannungen beim dreiachsigen Dehnungszustand zu berechnen, ist eine 6 x 6 Spannungs-Verzerrungsmatrix notwendig. Formel 2-9 ist ebenfalls als Hooke'sches Gesetz in der Voigt'schen Notation dargestellt [Bat86].

Formel 2-9: Dreiachsige Dehnung.

$$\begin{pmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \frac{E}{1+\nu} \begin{pmatrix} \frac{1-\nu}{1-2\nu} & \frac{\nu}{1-2\nu} & \frac{\nu}{1-2\nu} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1-\nu}{1-2\nu} & \frac{\nu}{1-2\nu} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1-\nu}{1-2\nu} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0,5 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0,5 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0,5 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix}$$

2.5 Deutsches Elektronen-Synchrotron (DESY)

Das Deutsche Elektronen-Synchrotron (DESY) gehört zur Helmholtz-Gesellschaft und ist eines der weltweit führenden Beschleunigerzentren. Um die Struktur der Materie zu erforschen, werden am DESY große Teilchenbeschleuniger entwickelt, gebaut und betrieben. Der Beschleuniger PETRA III (Bild 2-8) am DESY ist eine der besten Röntgenstrahlungsquellen der Welt, er ist die leistungsstärkste Lichtquelle ihrer Art [DES00].

2.5.1 Geschichte und Fakten

DESY wurde als Zentrum für Grundlagenforschung im Jahr 1959 gegründet und ist ein mit öffentlichen Mitteln finanziertes nationales Forschungszentrum. Mittlerweile reichen die Anwendungsgebiete weit über die Grundlagenforschung hinaus und DESY kooperiert mit Industrie und Wirtschaft, um Innovationen zu fördern. Finanziert wird DESY zu 90% vom Bund und zu 10% von der Stadt Hamburg. Zusätzlich zu den 2000 Mitarbeitern am DESY kommen noch über 3000 Gastforscher aus über 40 Nationen, um ihre Versuche am DESY durchzuführen [DES00].

2.5.2 Forschung

Die Forschungen am DESY beruhen auf drei Schwerpunkten:

1. der Entwicklung, dem Bau und dem Betrieb von Beschleunigern,
2. der Forschung mit Photonen und
3. der Teilchen- und Astroteilchenphysik.

Zusätzlich zu dem Forschungsprogramm an den Standorten Hamburg und Zeuthen arbeitet DESY an internationalen Großprojekten, wie dem Röntgenlaser European XFEL in Hamburg und Schleswig-Holstein, dem Protonenbeschleuniger LHC in Genf, dem Neutrinooteleskop IceCube am Südpol oder dem internationalen Linearbeschleuniger ILC mit [DES00].



Bild 2-8: Deutsches Elektronen-Synchrotron [DES00].

3 Experimentelle Durchführung

Im nachfolgenden Kapitel werden die in dieser Arbeit verwendeten Materialien, Versuchsaufbauten, die Durchführung röntgenographischer Messungen sowie die Methoden der Datenauswertung erläutert.

3.1 Probenherstellung und Charakterisierung

Die untersuchte Mischkeramik und deren Herstellungsprozess waren durch vorangegangene Arbeiten von Frau Dipl.-Ing. C. Eichenseer und Frau Dr.-Ing. K. Zimmermann vorgegeben.

3.1.1 Material

Die reaktionsgesinterte C15-Mischkeramik setzt sich aus 21,5 Vol.-% Aluminium, 28,5 Vol.-% Titanoxid, 35 Vol.-% Aluminiumoxid und 15 Vol.-% Titankarbid zusammen. Tabelle 3-1 zeigt die Spezifikationen der verwendeten Rohstoffe.

Tabelle 3-1: Verwendete Rohstoffe [Zim10].

Bez.	Partikelgröße [μm]	Dichte [g/cm^3]	Reinheit [%]	Hersteller	Typ
Al	5,4	2,69	99,78	Toyol America	Alcan 105
Al_2O_3	0,45	3,97	$\geq 99,95$	Sasol	Ceralox HPA-0,5
TiO_2	0,032	3,9	99,9	Alfa Aesar	39953
TiC	5-10	4,93	99,5	Alfa Aesar	40178

In vorangegangenen Untersuchungen wurde mittels XRD-Analysen festgestellt, dass es sich bei den Phasen nach dem Sinterprozess der C15-Mischkeramik um $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ und kubisches $\text{Ti}(\text{O},\text{C})$ handelt [Zim10].

Im Zuge dieser Arbeit wurden zwei Arten der Mischkeramik untersucht und zwei verschiedene Probenformen hergestellt. Folgende Probenbezeichnung wird in der nachfolgenden Arbeit verwendet: „C15“ bezeichnet die Keramik nach dem Sinterprozess. Wird diese bei 1600°C ausgelagert, so bildet sich eine TiC-Schicht auf der Oberfläche

und die Mischkeramik wird „C15A5“ genannt. Das gesamte Herstellungsverfahren wird in den nachfolgenden Abschnitten genauer beschrieben.

3.1.2 Probenherstellung

Die Mischkeramikproben wurden am Institut für Hochleistungskeramik der Technischen Universität Hamburg-Harburg (TUHH) in einem reaktiven Sinterprozess hergestellt. Dies bedeutet, dass eine aluminothermische Reaktion stattfindet, wobei metallisches Aluminium zu Aluminiumoxid wird, welches das ebenfalls entstehende edlere Metalloxid TiO_2 umschließt, womit dieses nicht weiter reagieren kann. Diese Reaktion begünstigt die TiC-Bildung an der Oberfläche bei der Auslagerung, da das TiO_2 an die Oberfläche diffundiert und dort mit der Kohlenmonoxidatmosphäre des Astrofens reagiert [Cla96, Püs05]. Die Herstellung der Mischkeramikproben beinhaltete folgende Teilschritte:

- die Pulveraufbereitung,
- die Pulverkonditionierung,
- die Grünkörperherstellung,
- das Sintern,
- die Probenpräparation und
- die Auslagerung.

Pulveraufbereitung

Insgesamt wurden drei Chargen des Pulvers hergestellt und zu zylindrischen Proben und Biegestäbchen verarbeitet. Zur Herstellung einer Charge von 50 g Pulvermischung wurden die eingesetzten Rohstoffe in folgender Zusammensetzung und Menge (Tabelle 3-2) abgewogen.

Tabelle 3-2: Zusammensetzung C15 für 50 g Pulvermischung.

Rohstoff	Volumenanteil	Gewichtsanteil
Al	21,5 Vol.-%	7,6 g
TiO_2	28,5 Vol.-%	14,6 g
Al_2O_3	35 Vol.-%	18,15 g
TiC	15 Vol.-%	9,75 g

Das angesetzte Pulvergemisch wurde mit einem Attritor vom Typ PE075 der Firma Netsch-Feinmahltechnik GmbH gemahlen und homogenisiert. Der Attritortopf hatte ein Fassungsvermögen von 500 ml und bestand aus Aluminiumoxid. Das Pulvergemisch wurde zusammen mit 1500 g ZrO_2 -Mahlkugeln (3 mm Durchmesser) und ca. 250 ml Aceton als Mahlmedium im Attritor gemahlen. Die Mahlscheiben des Rührwerks bestanden ebenfalls aus ZrO_2 . Das Pulvergemisch wurde bei 700 U/min für 7 h gemahlen. Während der gesamten Dauer wurde der Attritortopf von außen mit Wasser auf 12 °C gekühlt, außerdem musste stündlich das schnell verdampfende Aceton zur Reduktion der Reibung nachgefüllt werden. Bild 3-1 zeigt das Prinzip des Attritoraufbaus.

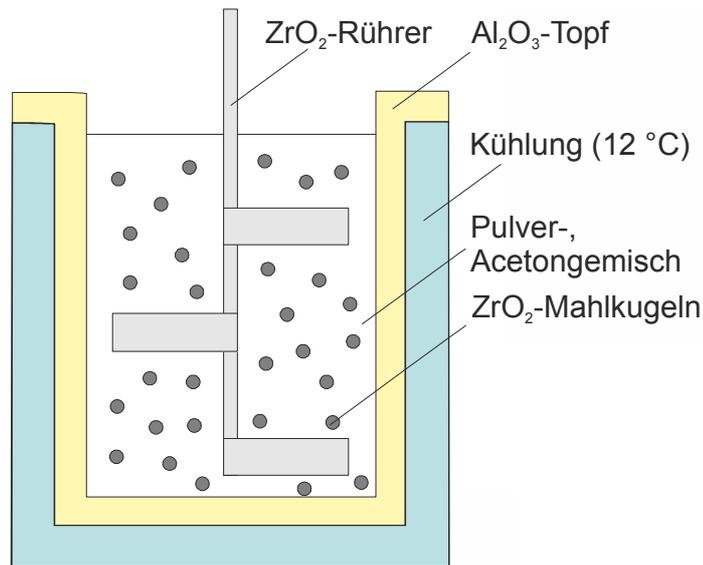


Bild 3-1: Prinzip des Attritoraufbaus.

Pulverkonditionierung

Nach dem Attritieren wurden die Mahl­kugeln mit Aceton über einer Aluminiumwanne und einem grobmaschigen Sieb mehrfach gespült. Das Pulver-Aceton-Gemisch wurde anschließend in einer Aluminiumwanne für 48 h getrocknet. Das Sieben des getrockneten Pulvergemischs geschah mit Hilfe eines Rüttlers vom Typ Vibro der Firma Retsch GmbH in Kombination mit einem feinmaschigen Sieb der Maschenweite 200 μm .

Grünkörperherstellung

Aus dem Pulver wurden zwei verschiedene Probenformen hergestellt. Zum einen wurden Tabletten mit 9 mm Durchmesser und einer Dicke von 3 mm aus 1,5 g Pulver und zum anderen wurden Biegestäbchen unterschiedlicher Dicke und einer Länge von 35 mm hergestellt. Um unterschiedlich dicke Biegestäbchen herzustellen, wurden Pul-

verportionen von 1 g, 1,5 g und 2 g verwendet. Die Vorgehensweise zum Pressen der Grünkörper ist für beide Probenformen gleich, es unterscheiden sich nur die Matrizen.

Das Pressen wurde in einem zweistufigen Prozess durchgeführt, wobei das Pulver zunächst in einer mechanischen Uniaxialpresse der Firma Paul-Otto Weber GmbH unter Verwendung von Presswerkzeugen mit fliegender Matrize vorgepresst wurde (Bild 3-2). Dabei wurde das Pulver bei einer Vorlast von 5 kN über 5 s in der Matrize vorverdichtet, anschließend wurde die fliegende Matrize entfernt und eine Hauptlast von 15 kN über 30 s aufgebracht.

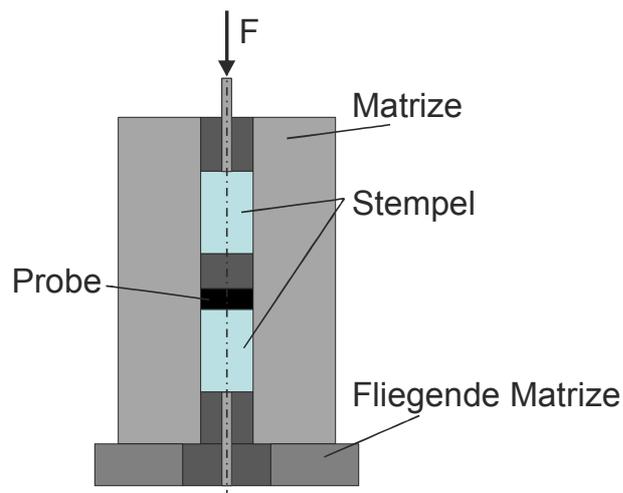


Bild 3-2: Prinzip zum Vorpressen des Pulvers.

Die vorgepressten, öldicht verpackten Proben wurden in der zweiten Stufe in einer kal-tisostatischen Presse vom Typ KIP 200 ES der Firma Paul-Otto Weber GmbH iso-statisch unter Öl nachverdichtet. Der erste Presszyklus dauerte 2 min bei 450 MPa, gefolgt von dem zweiten zweiminütigen Durchgang bei 900 MPa.

Sintern

Der Reaktionssinterprozess fand in einem graphitbeheizten Gasdrucksinterofen der Firma ibv Vakuumtechnik GmbH unter Vakuum (10^{-2} Pa) statt. Dazu wurden die Proben in einem mit Graphitfilz ausgekleideten Graphittiegel platziert. Tabelle 3-3 zeigt den verwendeten Sinterzyklus.

Tabelle 3-3: Sinterzyklus zur Herstellung von C15-Proben.

Starttemperatur [°C]	Endtemperatur [°C]	Heizrate [K/min]
Vakuum (3 x Spülen mit Argon)		
20	300	6
300	550	3
550	700	1
700	1500	30
1625 °C konstant für 60 min halten		
1500	575	-10
Natürliche Abkühlung		

Probenpräparation

Die verschiedenen Proben wurden zum einen als Querschliffe zur elektronenmikroskopischen Untersuchung präpariert, zum anderen wurden die Biegestäbchen auf allen vier Seiten geschliffen, so dass keine von der Reaktionssinterung herrührenden Randzonenmodifikationen vorhanden waren. Zusätzlich wurden die Proben auf der Zugseite für die Biegeversuche poliert. Die Probenpräparation wurde mit einer Saphir 350 Poliermaschine der Firma ATM GmbH durchgeführt und war für alle Proben identisch. Die Schleif- und Polierfolge wird in Tabelle 3-4 dargestellt.

Tabelle 3-4: Ablauf zum Schleifen und Polieren der Proben.

Schleif-/Polierscheibe	Körnung [µm]	Suspension	Druck [bar]	Zeit [min]
Piano 220	Ca. 50-60	Wasser	2	Bis Einebnung
Allegro 15 µm	15	Diamant 15 µm	2	5
Allegro 9 µm	9	Diamant 9 µm	2	5
Allegro 6 µm	6	Diamant 6 µm	2	4
MDac 3 µm	3	Diamant 3 µm	2	3
MDac 1 µm	1	Diamant 1 µm	2	2

Auslagerung

Die thermische Auslagerung bei 1600°C erfolgte für eine Stunde in einem Ofen der Firma Thermal Technology GmbH bei Normaldruck und in CO₂-Atmosphäre. Die Proben wurden in einem mit Graphitfilz ausgelegten Graphittiegel platziert. Vor Beginn der Auslagerung wurde der Ofen evakuiert und mehrfach mit Argon gespült, um eventuelle Restgase zu entfernen. Durch diesen Auslagerungsprozess der gesinterten C15-Proben wurde die Randzone modifiziert, wobei sich eine ca. 1 µm dünne TiC-Schicht ausbildet, welche nach Püschel zu einer Steigerung der Gebrauchseigenschaften führt [Püs05].

3.1.3 Methoden zur Probencharakterisierung

Im nachfolgenden Abschnitt werden die Methoden zur Charakterisierung der mechanischen und thermischen Eigenschaften der hergestellten Proben beschrieben.

Die **Partikelgröße** des Pulvergemischs nach dem Sieben wurde mit einem Partikelmessgerät (Mastersizer) der Firma Malvern Instruments bestimmt, um die Qualität des Pulvers zu charakterisieren. Dazu wurde eine geringe Menge Pulver (ca. 0,5 - 1 g) mittels Ultraschall in Ethanol dispergiert und anschließend in den vorgesehenen Behälter des Pulvermessgeräts gefüllt. Die Instrumentenoptik ermittelte die Partikelgröße über einen integrierten Laser. Dieser Vorgang wurde pro Charge dreimal durchgeführt, um einen Mittelwert zu erhalten.

Die **elektrische Leitfähigkeit** wurde am Institut für Kunst- und Verbundwerkstoffe der TUHH durch eine Zweipunktmessung an den planen Flächen der zylindrischen Proben bei einem Messstrom von 5 V bestimmt. Die Messdauer wurde auf drei Minuten festgelegt. Vor jeder Messung wurde der Kabelwiderstand gemessen, welcher vom Messergebnis der Proben abgezogen wurde. Untersucht wurden drei verschiedene Proben: eine nur gesinterte C15-Probe, eine ausgelagerte C15A5-Probe und eine kommerzielle Schneidkeramik SH4. Alle Proben hatten dieselben Abmessungen und wurden dreimal gemessen, um daraus einen Mittelwert bilden zu können. Formel 3-1 zeigt die Berechnung des spezifischen Widerstands ρ aus dem gemessenen ohmschen Widerstand R .

Formel 3-1: Spezifischer elektrischer Widerstand ρ [Lin04].

$$\rho = \frac{R \cdot A}{l}$$

Dabei ist A der Probenquerschnitt und l die Probendicke. Die elektrische Leitfähigkeit σ ergibt sich aus dem Kehrwert des spezifischen Widerstandes ρ (Formel 3-2).

Formel 3-2: Elektrische Leitfähigkeit σ [Lin04].

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

Mechanische Eigenschaften

Um die **Biegefestigkeit** der ausgelagerten Schneidkeramik C15A5 zu bestimmen, wurden Vierpunkt-Biegeversuche mit einer Universalprüfmaschine der Firma ATS durchgeführt. Dabei betrug die Vorschubgeschwindigkeit des Querhauptes 1 mm/min und der Durchmesser der Auflagerrollen 4 mm. Über eine Kraftmessdose wurde dann die ansteigende Kraft bis zum Bruch der Biegeprobe aufgezeichnet. Die Biegespannung σ_B konnte aus der Probengeometrie und der maximalen Kraft F_{max} zum Zeitpunkt des Bruchs berechnet werden (Formel 3-3).

Formel 3-3: Biegefestigkeit [Rös08].

$$\sigma_B = \frac{3F_{max} \cdot (L_1 - L_2)}{2 \cdot b \cdot h^2}$$

Dabei beschreibt L_1 den Abstand zwischen den unteren und L_2 den Abstand zwischen den oberen Auflagern. Die Probengeometrie wird durch die Höhe h und Breite b der Probe beschrieben (Bild 3-3).

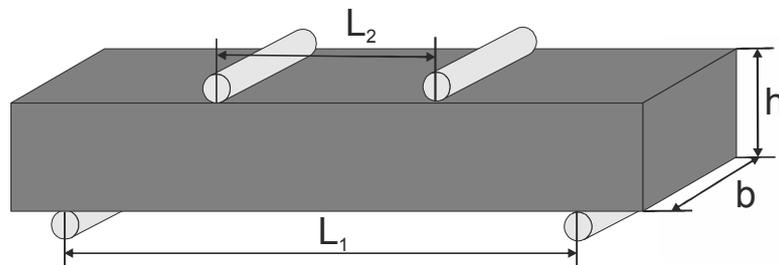


Bild 3-3: Vierpunkt-Biegeversuch.

Es wurden insgesamt zehn Biegeproben getestet: fünf Proben aus 2 g Pulver und fünf Proben, die aus 1,5 g Pulver hergestellt wurden. Der aus den gemessenen Werten berechnete Mittelwert ergab die Biegefestigkeit.

Für die **Untersuchungen der Mikrostruktur** mit dem Leo 1530 Gemini Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) der Firma Carl Zeiss SMT AG wurden Querschliffe der Rundproben aus jeder Charge angefertigt. Dazu wurden die Rundproben mit einer Präzisionssäge der Firma Exakt-Apparatebau GmbH gesägt und so ein Querschnitt der Proben angefertigt. Wie in Kapitel 3.1.2 beschrieben, wurden diese auf 1 μm geschliffen und poliert. Die Proben wurden mit Leitsilber präpariert und mit einem ebenfalls

leitenden Kohlenstoffplättchen auf die Probenhalter geklebt. Die Mikrostrukturaufnahmen wurden bei einer Beschleunigungsspannung von 5 kV gemacht und mit einem SE-Detektor (Sekundärelektronen) aufgenommen.

Die **Elastizitätskonstanten** der Hauptphasen Al_2O_3 und TiC der Mischkeramik wurden von Eigenmann rechnerisch bestimmt und entsprechen den experimentell ermittelten Werten von Frau Dr.-Ing. K. Zimmermann. Zur weiteren Berechnung der Eigenspannungen in dieser Arbeit wurden die von Eigenmann berechneten Werte aus der Literatur entnommen [Eig90].

Thermische Eigenschaften

Der **lineare thermische Ausdehnungskoeffizient** α wurde am Institut für Hochleistungskeramik mit einem Dilatometer vom Typ DIL 402 PC/4 der Firma Netzsch-Gerätebau bestimmt. Dazu wurden zwei Biegestäbchen an den Enden planparallel geschliffen und die exakte Ausgangslänge gemessen. Als Umgebungsmedium während der Messung wurde Luft gewählt und die Referenzmessung wurde an C-Saphir durchgeführt. Die Proben wurden von 25 °C auf 1000 °C mit einer Aufheizrate von 3 K/min erhitzt und danach mit einer Abkühlrate von 10 K/min wieder auf Raumtemperatur abgekühlt.

Die **Wärmeleitfähigkeit** λ sollte am Institut für Mehrphasenströmungen bei Herrn Dr.-Ing. M. Hoffmann bestimmt werden. Das Messgerät „TCi Thermal Property Analyzer“ der Firma Setaram Instrumentation hatte jedoch eine Fehlfunktion und konnte bis zum jetzigen Zeitpunkt nicht repariert werden, weshalb die Wärmeleitfähigkeitsmessungen nicht durchgeführt werden konnten.

3.2 Versuchsaufbau und Vorrichtungen

In diesem Unterkapitel werden die Versuchsaufbauten für die Durchführung der röntgenografischen Eigenspannungsmessungen unter Temperatur, Druck und gekoppelter Belastung beschrieben. Dabei wurden der Temperatur- und der Druckaufbau während der ersten Messzeit am DESY im November 2011 benutzt und der gekoppelte Aufbau in der zweiten Messzeit im März 2012.

3.2.1 Temperatureaufbau

Der Versuchsaufbau, um die zylindrischen C15A5-Keramikproben auf erhöhte Temperatur zu bringen, sollte im ersten Schritt durch Umbau eines Thermoschockversuchs-

aufbaus realisiert werden. Die Wolframhalogenlampe mit dem Lampenhalter und der Rundprobenhalter waren auf einer Schiene beweglich angebracht.

Zur Erwärmung der zylindrischen Proben wurde eine Infrarot-Wolframhalogenlampe mit Reflektor vom Typ 64635 HLX der Firma Osram verwendet. Der Reflektor des Infrarotstrahlers war mit Gold beschichtet, was dazu beitrug, dass der Strahler im Brennpunkt laut Herstellerangaben Temperaturen von bis zu 1300°C erreichen konnte. Die Lampe hatte eine Leistung von 150 W und wurde mit einer Spannung von 15 V betrieben. Bild 3-4 zeigt eine Skizze des Strahlers mit dem dazugehörigen Versuchsaufbau.

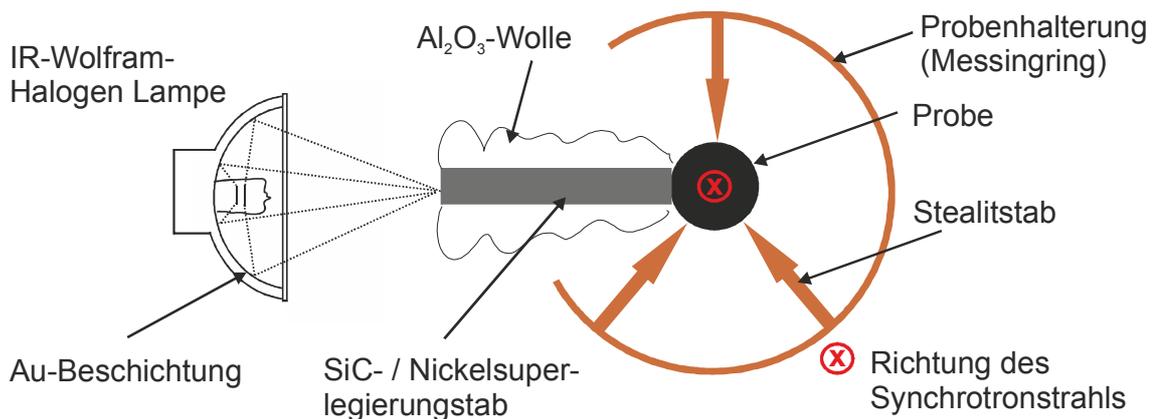


Bild 3-4: Prinzip Temperaturaufbau.

Der Probenhalter, bestehend aus einem Messingring und drei Stealitstäben, musste aufgeschnitten werden, um eine Probe darin erhitzen zu können und gleichzeitig den Strahlweg des Synchrotronstrahls freizuhalten. Die Stealitstäbe, welche die Rundproben direkt berühren, sind schlechte Wärmeleiter und somit thermisch isolierend. Da der Brennpunkt der Lampe nur 19 mm vor der Glühbirne liegt und es aufgrund der Größe des Messinghalters nicht möglich war, die Probe im Brennpunkt zu platzieren, musste ein Zwischenelement zur taktilen Wärmeübertragung eingebaut werden. Als Zwischenelement wurde ein Siliziumkarbidstab (SiC) eingesetzt, der am einen Ende im Brennpunkt der Lampe lag und am anderen Ende einen linienförmigen Kontakt zur Probe hatte (Bild 3-5). Somit konnte ein Temperaturgradient über die Dicke der Probe generell ausgeschlossen werden. Über eine Regelung der Lampe konnten keine exakten Temperaturen eingestellt werden, daher wurde außer Siliziumkarbid mit einer hohen thermischen Leitfähigkeit von 350 W/mK noch ein zweiter Stab als Wärmeüberträger aus einer Nickelsuperlegierung mit geringerer thermischer Leitfähigkeit von 23 W/mK benutzt, um eine tiefere Temperatur zu erreichen. Die Zwischenelemente wurden zusätzlich mit Aluminiumoxidwolle zur Wärmeisolierung eingewickelt, um keine Wärme über die gesamte Oberfläche der Stäbe zu verlieren.

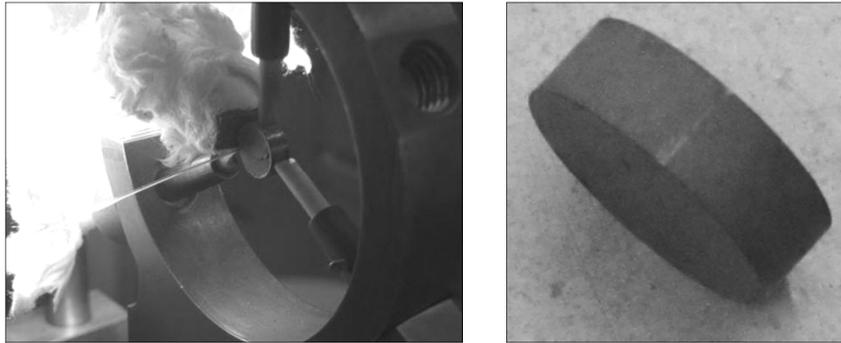


Bild 3-5: Links: Temperatureaufbau mit C15A5-Probe. Rechts: Sichtbare Stelle der linearen Wärmeübertragung.

Die Temperaturen in der Probe und in den Leiterstäben wurden mit einem faseroptischen Zweifarbenpyrometer vom Typ FIRE-3, der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen bestimmt. Mit dem Verhältnisstrahlpyrometer können berührungslose Temperaturmessungen an Oberflächen mit unbekanntem Emissionsgraden durchgeführt werden. Die Temperatur wurde dabei aus dem Verhältnis zweier Infrarot-Strahlungsintensitäten verschiedener Wellenlängen bestimmt.

3.2.2 Druckaufbau

Im ersten Schritt wurde ein Aufbau konstruiert, mit dem Druck auf zylindrische Proben ausgeübt werden sollte. Dabei sollte die Kraft auf die Proben durch eine Schraube in einer Traverse über den Proben aufgebracht werden (Bild 3-6).

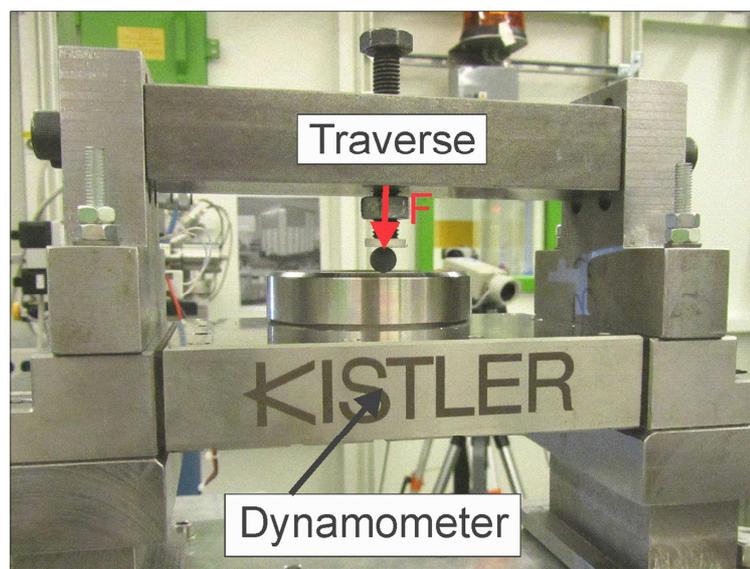


Bild 3-6: Druckaufbau.

Die Säulen der Vorrichtung bestehen aus Aluminium und die Traverse selbst aus Stahl, um eine möglichst geringe Durchbiegung zu garantieren. Alle Bauteile, bis auf die Kraftmessplattform, wurden mit dem CAD-Programm „Pro Engineer“ konstruiert.

Die Traverse ist über die zwei Säulen mit einer Kraftmessplattform der Firma Kistler, auch Dynamometer genannt, verschraubt, welche die aufgebrachte Druckkraft misst und über einen Ladungsverstärker und die Messsoftware DIADEM der Firma National Instruments anzeigt. Die Plattform besteht aus vier Dreikomponenten-Kraftsensoren, welche die Kräfte in x-, y- und z-Richtung messen. In z-Richtung kann die Plattform ± 1000 N aufnehmen.

Mittels einer Biegezeile konnten mit diesem Druckaufbau zudem auch Biegeversuche durchgeführt werden. Dabei wurde die Kraft über die Schraube und die Kugel der Biegezeile in eine Biegeprobe eingebracht (Bild 3-7). Auch hier wurde die Kraft mit dem Dynamometer bestimmt. Die Biegebelastung der Proben ermöglichte die gleichzeitige Messung von Zug- und Druckeigenstress an einer Probe.

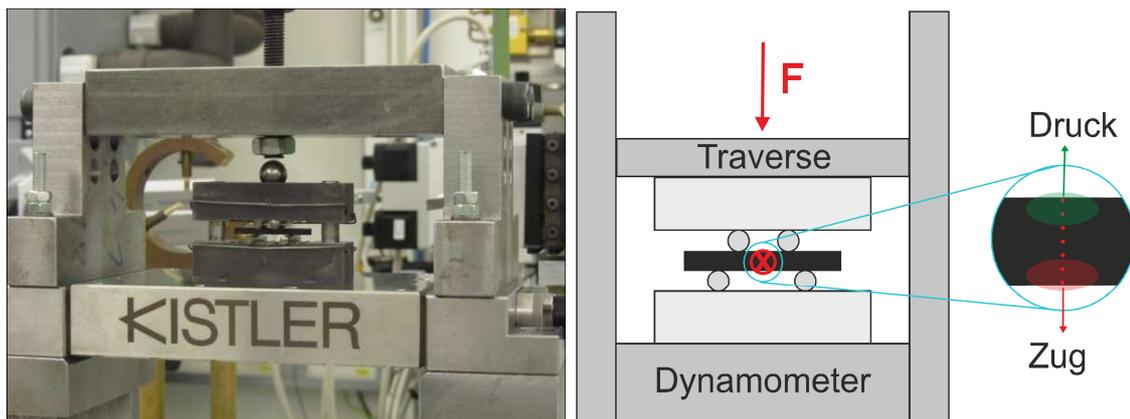


Bild 3-7: Druckaufbau mit Biegezeile.

3.2.3 Gekoppelter Druck- /Temperaturaufbau

Um bei der zweiten Messzeit am DESY gleichzeitig mechanische und thermische Last auf die Proben aufbringen zu können, wurde der Druckaufbau, wie er in Abschnitt 3.2.2 beschrieben wurde, beibehalten. Allerdings musste eine neue Art der Wärmequelle gefunden werden, da der Infrarotstrahler mit dem Druckaufbau nur schwer kombinierbar war. Es stellte sich nach den Auswertungen der ersten Messzeit heraus, dass die Messungen an den Biegeproben wesentlich genauer waren, da hier die Biegeprobe, anders als die Rundprobe, bei einer Veränderung der Kraft nicht verschoben werden konnte. Dementsprechend wurde das Konzept der Biegezeile beibehalten.

Um die Biegestäbchen schnell und homogen erhitzen zu können, wurden zwei sogenannte Glühzünder aus Siliziumnitrid vom Typ IPB der Firma Bach Resistor Ceramics GmbH verwendet (Bild 3-8). Diese haben die Abmaße $60 \times 8 \times 2,4 \text{ mm}^3$ mit einer beheizten Zone von 30 mm, einer Leistung von 130 W an 230 V und einer Maximaltemperatur von $1000 \text{ }^\circ\text{C}$. Ein großer Vorteil war, dass ein Glühzünder in wenigen Sekunden sehr hohe Temperaturen von bis zu $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ erreichen konnte.



Bild 3-8: Glühzünder der Firma Bach RC [Bac12].

Die Einstellung verschiedener Temperaturen in den Proben wurde mit Hilfe einer Phasenanschnittsteuerung gelöst, welche als Leistungsregler der Heizelemente eingesetzt wurde. Dies war möglich, da die Heizelemente als ohmsche Widerstände fungierten. Die Temperatur der Probe wurde mit dem Zweifarbenpyrometer in-situ während der Eigenspannungsmessung bestimmt.

Um die Heizelemente mit dem Biegeversuchsaufbau zu koppeln, musste eine neue Biegezelle mit Aussparungen für die Heizelemente aus einem Material konstruiert werden, das Temperaturen bis $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ standhält (Bild 3-9).

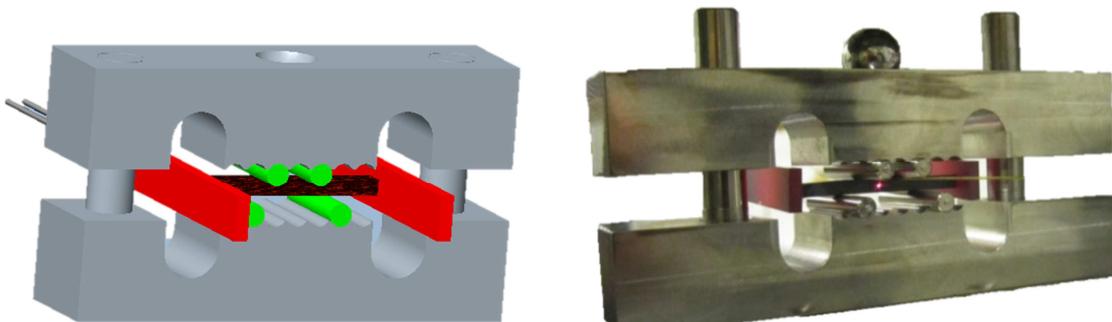


Bild 3-9: Konstruktionsmodell der Biegezelle (links) und Foto der fertigen Zelle (rechts).

Als Werkstoff für die Biegezelle wurde Inconel (bereitgestellt von Gühning oHG) gewählt, eine Nickelsuperlegierung mit guter Hitze- und Oxidationsbeständigkeit an Luft bis $1200 \text{ }^\circ\text{C}$. Außerdem hat Inconel eine geringe Wärmeleitfähigkeit bei $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ von nur etwa 23 W/mK .

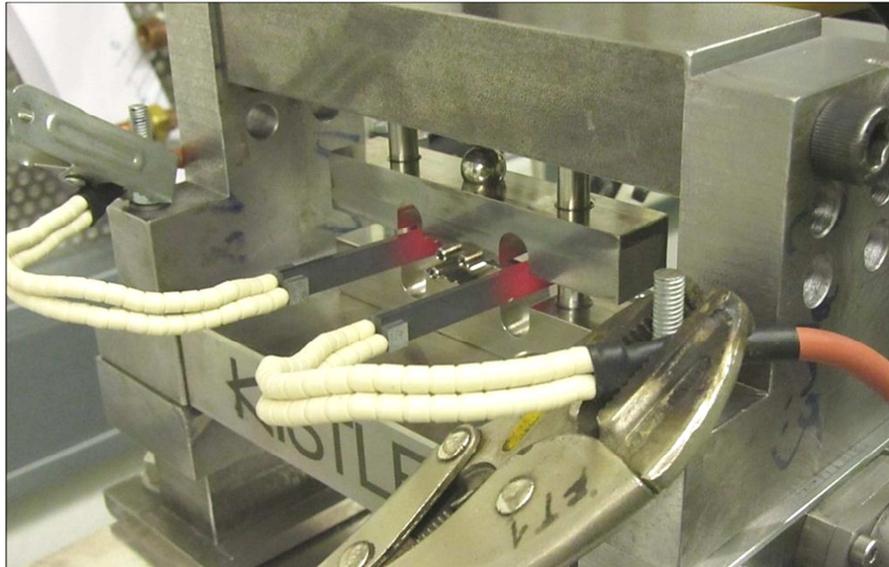


Bild 3-10: Gekoppelter Aufbau.

Die Heizelemente wurden an beiden Enden der Biegeprobe angelegt, um eine gleichmäßige Temperaturverteilung zu erreichen (Bild 3-10). Während der Eigenspannungsmessungen wurde die Temperatur der Probe mit einem Zweifarbenpyrometer gemessen und die aufgebrauchte Kraft über die Kraftmessplattform aufgenommen.

3.3 Durchführung der Eigenspannungsmessung

Im nachfolgenden Teil der Arbeit wird der experimentelle Ablauf der röntgenografischen Eigenspannungsmessungen beschrieben. Dazu werden zum einen die Vorversuche an der TUHH, zum anderen die Versuche zur Eigenspannungsmessung, welche im November 2011 im Experimental Hutsch 3 (EH3) und im März 2012 in der Testanlage EH1 am DESY durchgeführt wurden, erläutert.

3.3.1 Vorversuche

In den Vorversuchen wurden die drei Versuchsaufbauten auf ihre Funktionsfähigkeit getestet bzw. bestimmte Parameter ermittelt, die für die nachfolgenden Eigenspannungsmessungen am DESY relevant waren.

Temperaturaufbau

Die durch Wärmeübertragung mit verschiedenen Materialien, unterschiedlichen, sich in der Probe einstellenden Temperaturen, mussten vorab gemessen werden, da es nicht möglich war, die Temperatur während der Eigenspannungsmessungen im Hauptversuch parallel mit zu messen. Die Quarzfaser des Zweifarbenpyrometers wurde für die

Temperaturmessung orthogonal zur Rundprobenfläche angesetzt. Der SiC- und der Nickelsuperlegierungsstab wurden nacheinander eingesetzt, um die erreichbaren Temperaturen zu bestimmen. Die einzelnen Temperaturmessungen wurden nach dem Einschalten der Lampe mit einer Messdauer von fünf Minuten durchgeführt, um zu sehen, nach welcher Zeit das Zwischenelement und die Probe vollständig erhitzt waren und die Temperatur im Messpunkt konstant blieb. Um sicher zu gehen, dass die Probe vollständig aufgeheizt war, wurde die Aufheizdauer auf 30 min festgelegt. Die Messungen wurden bis zu viermal an der gleichen Position wiederholt, um daraus einen Mittelwert über die Messungen zu erhalten. Die Temperatur der Probe wurde an fünf verschiedenen Positionen gemessen, um die Temperaturverteilung in der Probe zu bestimmen (Bild 3-11).

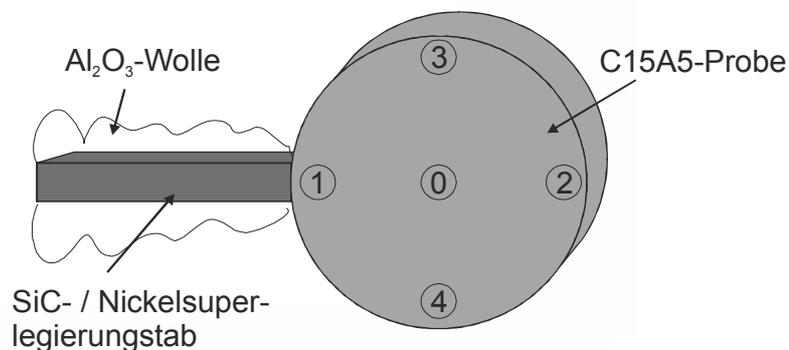


Bild 3-11: Temperaturmessungen an fünf Positionen der Rundprobe.

Druckaufbau

Der Druckaufbau wurde nur auf seine Funktionsfähigkeit getestet, das heißt, es wurde untersucht, ob es möglich ist, eine statische Kraft auf eine Rundprobe aufzubringen und über längere Zeit konstant zu halten.

Gekoppelter Aufbau

Beim gekoppelten Aufbau wurde die Kraftmessplattform mit der Traverse vom Druckaufbau übernommen. Die Leistung der Heizelemente wurde über eine Phasenanschnittsteuerung geregelt und musste vorab auf vier Temperaturen kalibriert werden. Es wurden vier Positionen auf dem Drehschalter eingestellt und jeweils mehrere Temperaturmessungen über 30 min an einer Position durchgeführt. Auch bei diesem Aufbau musste zunächst die Aufheizzeit ermittelt werden. Die Temperatur wurde während der Eigenspannungsmessung mit dem Pyrometer orthogonal zur Probenoberfläche und leicht versetzt zur Mitte gemessen.

3.3.2 Versuchsablauf erste Messzeit am DESY

Bei der ersten Messzeit am DESY im November ging es vorrangig darum, sich mit den Örtlichkeiten, den Instrumenten und den Programmen vertraut zu machen und die exakten Messparameter für die zweite Messzeit im März zu bestimmen. Des Weiteren sollten die ersten Messungen ausgewertet und vor allem die Methoden der Auswertung festgelegt werden. Nachfolgend werden die benutzten Gerätschaften, der Ablauf vor Ort und die getesteten Parameter während der viertägigen Messzeit im November 2011 beschrieben.

Aufbau

Der Temperatur- und der Druckaufbau wurden auf einem Schwerlasthexapod der Firma PI Physik Instrumente aufgebaut. Die Aufbauten konnten so mit den darin fixierten Proben in x-, y- und z-Richtung verfahren werden. Der Abstand vom Detektor zur Probe wurde auf 2,05 m festgelegt und über die Bragg-Gleichung (Formel 2-2) so berechnet, dass alle Phasenpeaks des Spektrums detektiert wurden. Der Hexapod hatte eine Verfahrgenauigkeit von $\pm 1 \mu\text{m}$. Die Beugungsbilder wurden mit einem „Mar345 Image Plate Detector“ der Firma Marresearch GmbH aufgenommen, welcher einen Durchmesser von 345 mm und eine Auslesezeit der aufgenommenen Daten von etwa 26 s pro Bild mit einer Pixelgröße von $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ hatte.

Weitere Spezifikationen des Detektors und des Hexapods können der beiliegenden CD im Anhang A und B entnommen werden.

Einstellungen

Die Kalibrierung des Strahlsystems, der Monochromatoren und die Grundeinstellungen wurden zu Beginn der Messungen vom Leiter der Beamline, Herrn Dr. Schell, übernommen. Die Messungen wurden mit monochromatischer Synchrotronstrahlung mit einer Energie von 100 keV durchgeführt. Über Formel 3-4 konnte so die Wellenlänge λ zu $0,1237 \text{ \AA}$ berechnet werden [Zin11].

Formel 3-4: Wellenlänge.

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E}$$

Dabei ist h die Plank-Konstante, c die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum und E die Photonenenergie.

Messungen

Die Messungen mit dem Temperaturaufbau wurden an je fünf Messpunkten pro zylindrische C15A5-Probe, wie in Bild 3-11 dargestellt, durchgeführt. Dabei wurde jeweils pro Probenposition eine Referenzmessung bei Raumtemperatur gemacht. Die Positionen wurden über das Hexapod-Koordinatensystem festgelegt und konnten so bei jeder Temperaturmessung wieder exakt angefahren werden.

Die beiden Zwischenelemente wurden nacheinander eingesetzt, um zusätzlich zur Raumtemperatur noch zwei weitere Temperaturen in der Probe einstellen zu können. Außerdem wurde der Strahldurchmesser mit $0,2 \times 0,2 \text{ mm}^2$ und $0,4 \times 0,4 \text{ mm}^2$ variiert. Auch die Messdauer wurde mit 10 s, 20 s und 30 s verändert, um eine bestmögliche Intensität zu erhalten. Allerdings verlängert sich die Mess- und Auslesezeit des Detektors bei kleinerem Strahldurchmesser.

Bei den Druckversuchen wurde eine Rundprobe mit 450 N und 900 N belastet. Da für den Vierpunkt-Biegeversuch im Druckaufbau keine ausgelagerten Biegeproben zur Verfügung standen, wurden aus 2 g Pulver hergestellte C15-Proben mit den Abmaßen $3 \times 2,5 \times 35 \text{ mm}^3$ für die Biegeversuche verwendet. Für alle Biegeversuche wurde der kleinere Strahldurchmesser von $0,2 \times 0,2 \text{ mm}^2$ bei Raumtemperatur gewählt. Auch hier wurden an allen Positionen Referenzmessungen ohne Last durchgeführt. Dabei waren die sieben Messpunkte in vertikaler Richtung auf der Biegeprobe verteilt, um bei der Auswertung Zug- und Druckbelastungen unterscheiden zu können (Bild 3-12). Nach den Referenzmessungen wurden die Biegeproben auf 300, 400, und 550 N belastet. Bei einer Belastung von 750 N sind die Proben gebrochen.

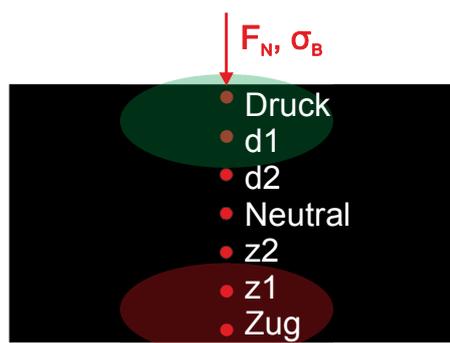


Bild 3-12: DESY I: Messpositionen beim Biegeversuch.

3.3.3 Versuchsablauf zweite Messzeit am DESY

Während der zweiten Messzeit am DESY im März 2012 konnte aufgrund der Erfahrungen und den Ergebnissen der ersten Messreihen spezifischer und genauer hinsichtlich

der Messparameter vorgegangen werden. Nachfolgend werden die benutzten Gerätschaften und der Ablauf vor Ort während der zweitägigen Messzeit im März 2012 beschrieben.

Aufbau

Aufgrund dessen, dass die Testanlage EH1 des DESY wesentlich kleiner ist als der große Messraum EH3, stand nur ein in x- und z-Richtung verfahrbarer Tisch zur Verfügung, welcher ebenfalls über den Kontrollraum gesteuert werden konnte. Die Beugungsbilder wurden mit einem „Digital X-ray Flat Panel“-Detektor vom Typ XRD 1622 der Firma Perkin Elmer aufgenommen. Der Detektor hatte einen Durchmesser von 400 mm und eine Auslesezeit der Beugungsbilder von 1-2 s mit einer Pixelgröße von $200 \times 200 \mu\text{m}^2$. Mit dem Perkin Elmer Detektor war es möglich, über ein bereits vorhandenes Makro, die gewünschten Messpunkte nacheinander automatisiert messen zu lassen. Weitere Spezifikationen des Detektors können der beiliegenden CD im Anhang C entnommen werden.

Einstellung

Die Kalibrierung des Strahlsystems, der Monochromatoren und die Grundeinstellungen hat wiederum der Leiter der Beamline, Herr Dr. Schell, übernommen. In der Testanlage EH1 konnte nur eine Photonenenergie von 87 keV eingestellt werden, womit sich über Formel 3-4 eine Wellenlänge λ zu $0,142135 \text{ \AA}$ ergab. Der Abstand vom Detektor zur Probe wurde auf 2 m festgelegt. Des Weiteren wurden alle Proben mit einem Strahldurchmesser von $0,15 \times 0,15 \text{ mm}^2$ gemessen, da die Ergebnisse der ersten Messzeit ergaben, dass mit einem kleineren Strahldurchmesser eine bessere Trennung der Beugungsringe vom Untergrundrauschen erreicht werden kann.

Messungen

Während der zweiten Messzeit wurden ausschließlich C15A5-Biegeproben verwendet. Diese wurden aus 1,5 g Pulver mit den Abmaßen $2,3 \times 2,8 \times 35 \text{ mm}^3$ hergestellt. Es wurden dünnere Proben verwendet, um eine bessere Auflösung und somit eine höhere Genauigkeit der Messungen zu erreichen.

Die reinen Biegeversuche wurden wiederholt, um die Versuche vom November zu bekräftigen. Dazu wurden wiederum erst Referenzmessungen über die gesamte Probenstärke im Abstand von 0,1 mm gemacht. Ausgewertet wurden die in Bild 3-13 aufgetragenen Positionen. Anhand der gewählten Biegespannungen von 100, 200, 300, 400,

500 und 600 MPa, welche unabhängig von der Probengeometrie waren, wurden über Formel 3-3 die aufzubringenden Kräfte berechnet.

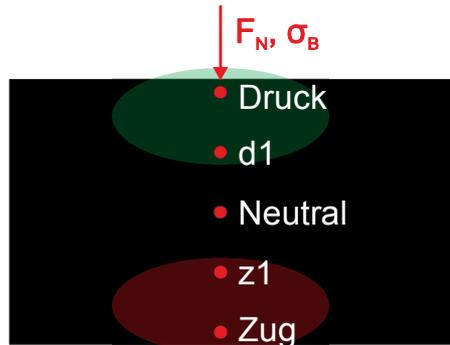


Bild 3-13: DESY II: Messpositionen beim Biegeversuch.

Auch die Messungen unter thermischer Belastung wurden wiederholt, wobei die Temperatur mit den Heizelementen aufgebracht wurde. Nach den Referenzmessungen bei Raumtemperatur wurden die Proben auf 500, 540, 600 und 670 °C erhitzt.

Für die gekoppelten Versuche wurden zunächst die Referenzmessungen bei Raumtemperatur ohne Biegelast durchgeführt. Danach wurde die Probe auf 500 °C erhitzt und ohne aufgebrauchte Biegespannung gemessen. Die nächsten drei Messungen fanden bei einer Temperatur von 500 °C und verschiedenen Biegespannungen von 100, 200 und 300 MPa statt.

3.4 Auswertung

Die Auswertungen der Messergebnisse werden im folgenden Unterkapitel erläutert. Sie sind in Auswertungen der Mar-Dateien der ersten Messzeit und in Auswertungen der Perkin Elmer-Dateien, der zweiten Messzeit unterteilt, da aufgrund der unterschiedlichen Detektoren unterschiedliche Programme zur Auswertung verwendet werden mussten, um die benötigten ASCII-Dateien zu erzeugen.

Durch Auftragung der Intensität I über dem doppelten Beugungswinkel 2θ erhielt man die Phasendiagramme. Anhand vorangegangener XRD-Untersuchungen von Frau Zimmermann konnten die jeweiligen Phasen und deren Gitterebenen den Peaks zugeordnet werden. Dies geschah durch Umrechnung der Reflexe von der Wellenlänge von Kupfer-K- α -Strahlung auf die Wellenlänge $\lambda = 0,1237 \text{ \AA}$ bzw. $\lambda = 0,14235 \text{ \AA}$.

3.4.1 Auswertung Mar-Dateien

Um die Phasendiagramme darstellen zu können, mussten die Mar-Dateien in ASCII-Dateien umgewandelt werden. Dies geschah mit einer Freeware namens „Fit2d“. Da dieses Programm aber wichtige Unterprogramme, wie die Mittelpunktberechnung und die Untergrundbereinigung vermissen ließ, wurde von Herrn Dr. Hartig ein Fortran-Programm zur Auswertung geschrieben, welches auf das Fit2d-Programm zugreifen konnte. Die Ringbilder wurden, wie Bild 3-14 zeigt, in 0° , 45° und 90° -Richtung über einen Winkel von $\pm 10^\circ$ integriert. Die Integration in drei Richtungen war notwendig, da jede Integrationsrichtung eine Dehnung in einer Ebene widerspiegelt. Der Quellcode des Fortran-Programms ist auf der beiliegenden CD im Anhang D zu finden.

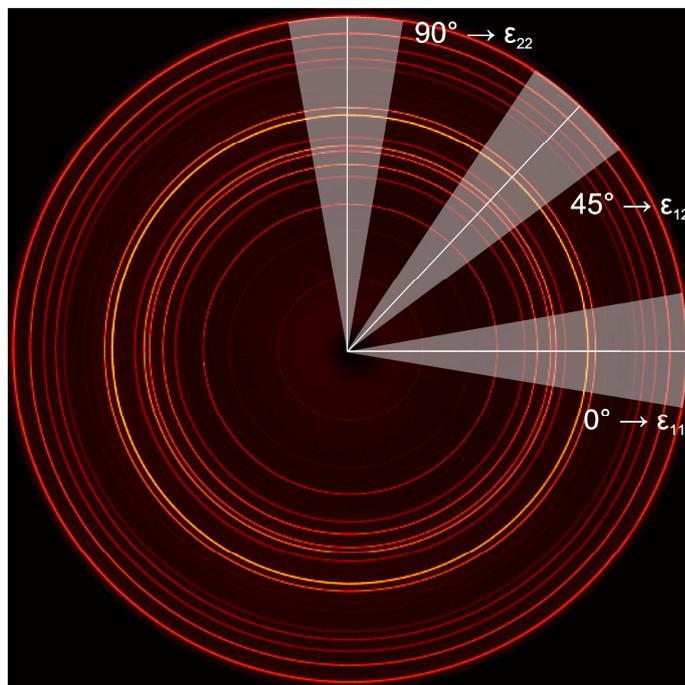


Bild 3-14: Beugungsbild mit Integrationsrichtungen und -winkeln.

3.4.2 Auswertung Perkin Elmer-Dateien

Für die Auswertung der Daten des Perkin Elmer Detektors wurde die Freeware „A2tool“ verwendet. Eine Untergrundkorrektur wurde bereits beim Auslesen der Daten vom Detektor durchgeführt. Dabei wurde vor jeder Messung zunächst der Dunkelstrom gemessen, um ihn bei der eigentlichen Messung direkt abziehen zu können. Alle Dateien wurden ebenfalls in 0° , 45° und 90° -Richtung integriert, um die entsprechenden Dehnungen berechnen zu können.

3.4.3 PeakFit

Um die Peakverschiebungen $\Delta\theta$ aus den Beugungsspektren berechnen zu können, mussten zunächst die Positionen der Peakmitten ermittelt werden. Dafür wurde das Programm PeakFit v4.12 der Firma Sigmaplot verwendet. Mit diesem Programm konnten die einzelnen Peaks separiert und die Peakmitten über einen Gaussalgorithmus berechnet werden. Aus den Peakverschiebungen $\Delta\theta$ konnten anschließend die Dehnungen und die Spannungen berechnet werden

3.4.4 Dehnungs- und Spannungsberechnung

Die Dehnungs- und Spannungsberechnung wurde nach dem Prinzip der Elastizitätstheorie, wie in Kapitel 2.4 beschrieben, durchgeführt. Dabei wurde bei den Biegeproben vom Zustand der ebenen Dehnung in x-y-Richtung und bei den Temperaturproben vom dreiachsigen Dehnungszustand ausgegangen. In beiden Fällen herrscht jedoch ein dreiachsiger Spannungszustand.

Die Gitterdehnungen ε_{11} , ε_{22} und ε_{12} wurden über den Bragg-Winkel θ und Formel 2-4 berechnet. Dafür wurde der Bragg-Winkel θ_0 der Referenzmessung vom Bragg-Winkel θ der belasteten Probe abgezogen. Die dazugehörigen Spannungen wurden über Formel 2-7 berechnet. Aufgrund der ebenen Dehnung in der x-y-Ebene war ε_z , also ε_{33} , gleich Null zu setzen. Somit wurden die Spannungen in z-Richtung über Formel 2-8 berechnet.

Im Falle des dreiachsigen Spannungszustandes wurden die Spannungen über Formel 2-9 berechnet. Allerdings konnten durch die Integration in drei Richtungen aus den Eigenspannungsmessungen nur die Dehnungen ε_{11} , ε_{22} und ε_{12} berechnet werden. Da allerdings die Integration in 0° , 45° und 90° bei erhöhter Temperatur zeigte, dass alle Peakverschiebungen identisch waren, wurde davon ausgegangen, dass eine gleichmäßige Dehnung in allen Phasen herrscht. Somit konnte ε_{33} als Mittelwert aus ε_{11} und ε_{22} gebildet und $\varepsilon_{12} = \varepsilon_{23} = \varepsilon_{13}$ gesetzt werden.

4 Ergebnisse

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Probencharakterisierung, der Vorversuche und der Eigenspannungsmessung dargestellt. Die Diskussion der Ergebnisse wird nachfolgend in einem gesonderten Kapitel abgehandelt.

4.1 Probencharakterisierung

In diesem Unterkapitel werden die Resultate der Probencharakterisierung beschrieben. Dabei wird zunächst auf die Pulverpartikelgröße eingegangen. Anschließend werden die Untersuchungsergebnisse der elektrischen Leitfähigkeit und der mechanischen und thermischen Eigenschaften erläutert sowie die Mikrostruktur der hergestellten Mischkeramiken dargestellt.

Partikelgröße

Die Messungen der Partikelgröße des C15-Pulvers ergeben, dass die Partikel der drei hergestellten Chargen alle im Bereich von $0,96 \mu\text{m} \pm 0,06 \mu\text{m}$ liegen (Tabelle 4-1). Dabei enthält Charge 1 mit einer mittleren Partikelgröße von $0,90 \mu\text{m} \pm 0,06 \mu\text{m}$ die kleinsten und Charge 2 mit $1,01 \pm 0,06 \mu\text{m}$ die größten Partikel.

Tabelle 4-1: Pulverpartikelgröße.

	Charge 1	Charge 2	Charge 3
Messung 1 [μm]	0,85	1,06	0,98
Messung 2 [μm]	0,87	1,02	0,96
Messung 3 [μm]	0,97	0,95	0,94
Mittelwert [μm]	0,90	1,01	0,96
Standardabweichung [μm]	0,06	0,06	0,02

Elektrische Leitfähigkeit

Die elektrische Leitfähigkeit σ wird aus dem Mittelwert dreier Messungen des ohmschen Widerstandes bestimmt. Das Diagramm in Bild 4-1 zeigt die gemessenen ohmschen Widerstände der C15A5-, der C15- und der kommerziellen SH4-Probe.

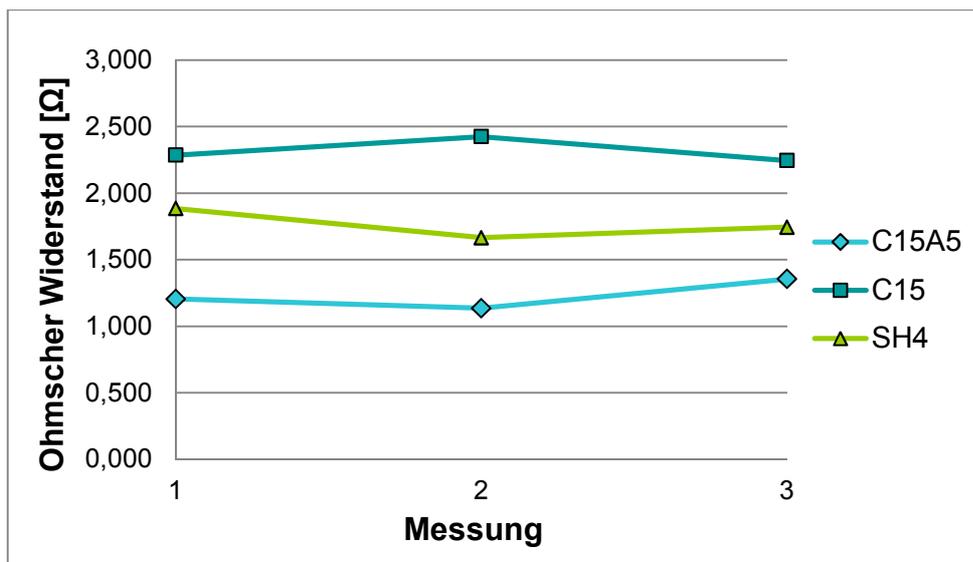


Bild 4-1: Ohmscher Widerstand der gemessenen Proben.

Die nur gesinterte C15-Probe weist den höchsten ohmschen Widerstand mit 2,318 Ω auf. Den geringsten Widerstand zeigt die ausgelagerte C15A5-Probe mit 1,232 Ω . Die kommerzielle SH4-Keramik liegt mit einem Widerstand von 1,765 Ω zwischen den beiden anderen Proben. Die Standardabweichung aller Messungen liegt bei 0,095 bis 0,112 Ω .

Tabelle 4-2 zeigt alle Messergebnisse der ohmschen Widerstandsmessung und die daraus berechnete elektrische Leitfähigkeit σ der Mischkeramikproben. Dabei zeigt die ausgelagerte C15A5-Probe die höchste elektrische Leitfähigkeit. Sie liegt mit 36,234 S/m bei fast dem doppelten Wert der nicht ausgelagerten C15-Probe mit 19,250 S/m. Dennoch befinden sich alle Werte der elektrischen Leitfähigkeit im Bereich eines Halbleiters zwischen 10^6 und 10^{-6} Ω .

Tabelle 4-2: Elektrische Leitfähigkeit der gemessenen Proben.

Probe	C15A5	C15	SH4
Messung 1 [Ω]	1,205	2,285	1,885
Messung 2 [Ω]	1,135	2,425	1,665
Messung 3 [Ω]	1,355	2,245	1,745
Mittlerer Widerstand R [Ω]	1,232	2,318	1,765
Standardabweichung [Ω]	0,112	0,095	0,111
Spez. Widerstand ρ [Ωm]	0,028	0,052	0,040
Ei. Leitfähigkeit σ [S/m]	36,234	19,250	25,285

Biegeversuch

Die Biegeversuche wurden mit jeweils fünf C15A5-Proben aus 2 g Pulver und fünf Proben aus 1,5 g Pulver durchgeführt. Die Resultate der Vierpunkt-Biegeversuche sind in den Tabellen 4-3 und 4-4 zahlenmäßig erfasst, wobei die Breite b und Höhe h die Probengeometrie beschreiben. Die Kraft F ist die gemessene Kraft beim Bruch der Probe, aus der die Biegespannung σ_B berechnet wird. Tabelle 4-3 zeigt die Ergebnisse der 2 g-Proben. Der Mittelwert der berechneten Biegespannungen beträgt 648,8 MPa und die Standardabweichung liegt bei $\pm 69,6$ MPa.

Tabelle 4-3: Biegeversuch mit 2 g Proben.

Proben 2 g	b [mm]	h [mm]	F [N]	σ_B [MPa]
1	3,05	3,4	1946	662,32
2	3,1	3,4	2155	721,62
3	3,05	3,4	1623	552,39
4	3,05	3,4	1781	606,16
5	3,1	3,4	2095	701,53

Tabelle 4-4 zeigt die Ergebnisse der Biegeversuche mit den 1,5 g-Proben. Der Mittelwert der berechneten Biegespannungen liegt bei 680,2 MPa und die Standardabweichung beträgt $\pm 95,48$ MPa. Dabei wurde Probe 6 nicht mit einberechnet, da dieser Wert nach dem Dixon-Test als Ausreisser bezeichnet werden kann.

Tabelle 4-4: Biegeversuch mit 1,5 g Proben.

Proben 1,5 g	b [mm]	h [mm]	F [N]	σ_B [MPa]
(6	2,35	2,8	589	383,63)
7	2,35	2,65	1104	802,77
8	2,3	2,85	1034	664,18
9	2,3	2,7	955	683,49
10	2,3	2,85	888	570,40

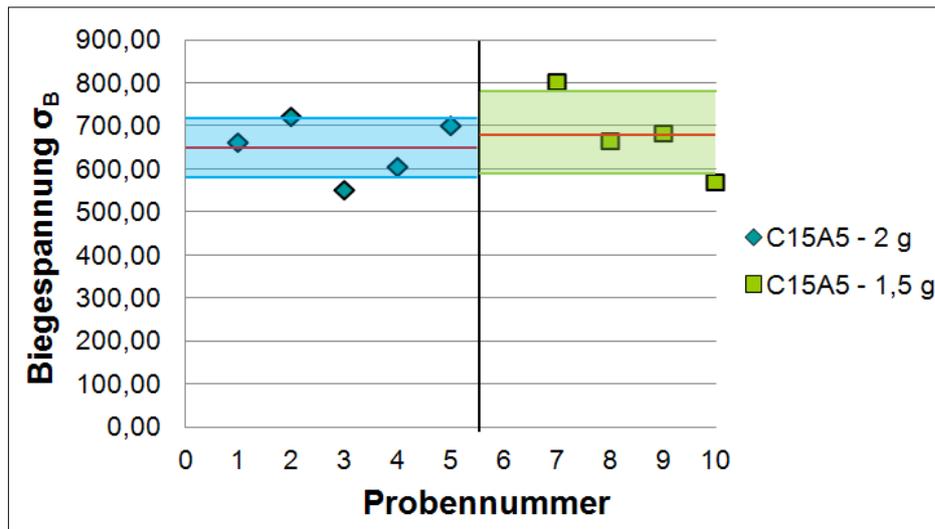


Bild 4-2: Ergebnisse der Biegeversuche mit C15A5-Proben.

Im Vergleich der Biegespannungen aller Proben liegen, abgesehen von Probe 6, alle Biegespannungen im Bereich von 550-800 MPa (Bild 4-2). Dabei zeigen die roten Linien jeweils den Mittelwert der Messungen und die blauen Linien die zugehörigen Standardabweichungen an. Insgesamt ergibt sich ein Mittelwert aller Biegespannungen von 662,76 MPa mit einer Gesamtstandardabweichung von $\pm 78,2$ MPa.

REM – Untersuchung der Mikrostruktur

Die Aufnahmen der Mikrostruktur mit dem Raster-Elektronen-Mikroskop wurden alle bei zehnfacher Vergrößerung aufgenommen und können somit miteinander verglichen werden.

Bild 4-3 zeigt die Phasen der C15-Mischkeramik, wobei die dunkelgrauen Bereiche Aluminiumoxid und die hellgrauen Bereiche Titanoxikarbid darstellen. Die weißen Bereiche zeigen Zirkonoxidkörner, welche aber nur in sehr geringen Mengen durch den Abrieb während des Mahlvorganges in der Keramik vorhanden sind. Die drei hergestellten Chargen unterscheiden sich weder in der Korngröße von etwa $0,5 \mu\text{m}$ noch in der Phasenverteilung voneinander. Im Vergleich zu einer Referenzprobe von Frau Eichenseer mit demselben Herstellungsverfahren erkennt man jedoch deutliche Unterschiede in der Korngröße und der Porosität. Die Körnung der im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Chargen ist etwa um die Hälfte kleiner, außerdem zeigen die schwarzen Bereiche die in der Mischkeramik vorhandene Poren, welche in der Keramik von Frau Eichenseer in geringerer Zahl zu finden sind.

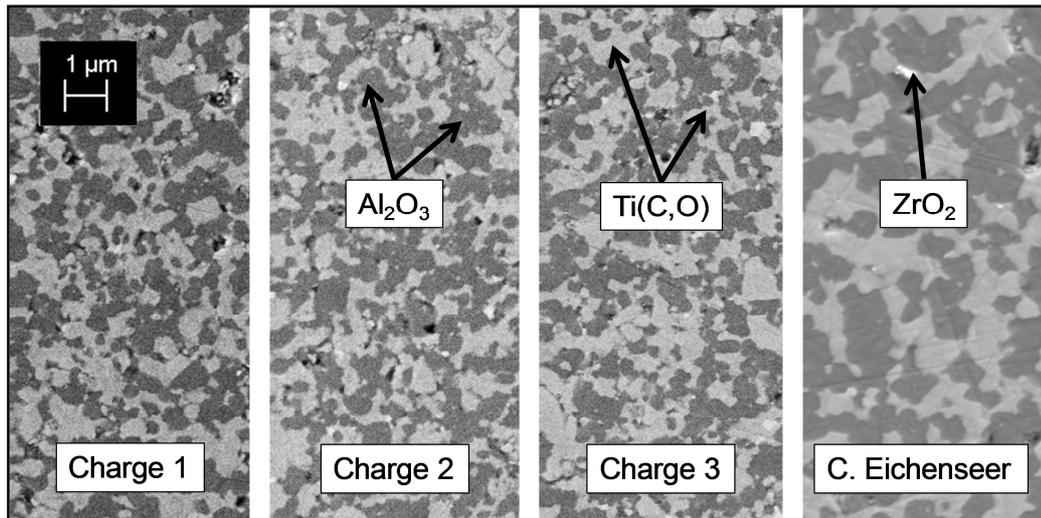


Bild 4-3: Mikrostruktur der Proben in REM-Aufnahmen.

Bild 4-4 zeigt einen Vergleich der TiC-Schicht zwischen den in dieser Arbeit hergestellten C15A5-Proben, die bei 1500 °C gesintert wurden und den C15A5-Proben von Frau Eichenseer, die bei 1625 °C gesintert wurden. Bei einer Sinter Temperatur von 1500 °C erkennt man eine geringere Dicke von maximal 0,5 µm der TiC-Schicht. Dagegen lässt sich eine Schichtdicke von bis zu einem Mikrometer bei einer Sinter Temperatur von 1625 °C erkennen.

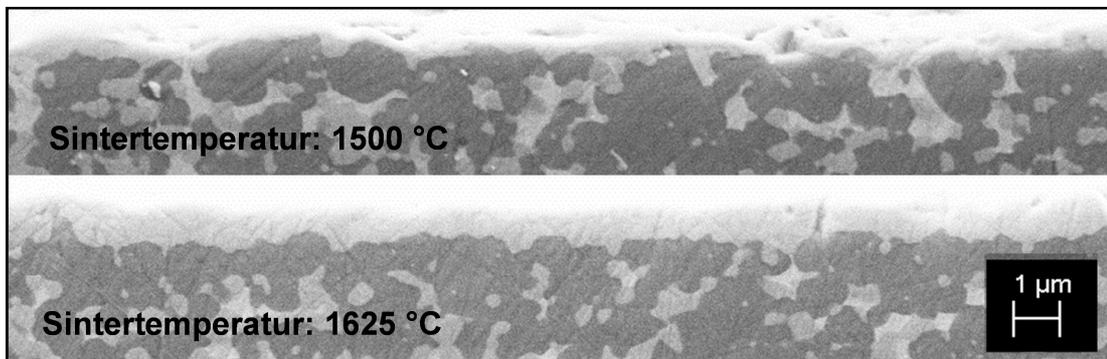


Bild 4-4: Vergleich der TiC-Schicht bei verschiedenen Sinter Temperaturen.

Elastizitätskonstanten

Tabelle 4-5 zeigt den Vergleich der von Zimmermann experimentell ermittelten und den von Eigenmann berechneten Elastizitätskonstanten für die beiden Hauptphasen Al_2O_3 und TiC der C15-Mischkeramik [Zim10, Eig90]. Trotz vergleichbarer Werte wurden zur Berechnung der Spannungen die berechneten Größen von Eigenmann aus der Literatur entnommen [Eig90].

Tabelle 4-5: Elastizitätskonstanten [Eig90, Zim10].

Phase	Werte Eigenmann		Werte Zimmermann	
	E-Modul E [GPa]	Querkontraktions- zahl ν	E-Modul E [GPa]	Querkontraktions- zahl ν
Al ₂ O ₃	387	0,25	360 ± 25	-
TiC	435	0,2	430 ± 20	-

Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient

Tabelle 4-6 zeigt die Ergebnisse der Dilatometermessungen. Es wurden zwei C15-Proben gemessen und daraus der Mittelwert gebildet.

Tabelle 4-6: Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient α von C15A5-Proben.

α_1 [10^{-6} 1/K]	2,98
α_2 [10^{-6} 1/K]	2,44
MW [10^{-6} 1/K]	2,71

4.2 Vorversuche

Die Vorversuche dienten zur Bestimmung einiger Parameter, wie beispielsweise der Temperatur, welche zur Verwendung der anschließenden Eigenspannungsmessungen am DESY relevant waren und werden deshalb nur kurz ausgeführt.

Temperaturaufbau

Die Pyrometermessungen an den fünf Probenpositionen mit einer Lampenbestrahlung und Wärmeübertragung durch den SiC-Stab ergaben, dass die Positionen 0, 2, 3 und 4 die gleichen Temperaturen aufweisen (Bild 3-11). Nur Position 1, welche den Kontaktstab direkt berührte, ist geringfügig wärmer. Somit ist ein gravierender Temperaturgradient in der Probe auszuschließen. Mit dem Siliziumkarbidstab ergibt sich eine mittlere Proben temperatur der Rundproben von $450\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ und mit dem Stab aus der Nickelsuperlegierung eine mittlere Temperatur von $400\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$.

Außerdem ist den Messergebnissen zu entnehmen, dass sich nach sieben bis acht Minuten Aufheizzeit eine konstante Temperatur in der Probe einstellt (Bild 4-5). Somit

ist eine gewählte Aufheizzeit von 30 min vor den Eigenspannungsmessungen am DE-SY ausreichend.

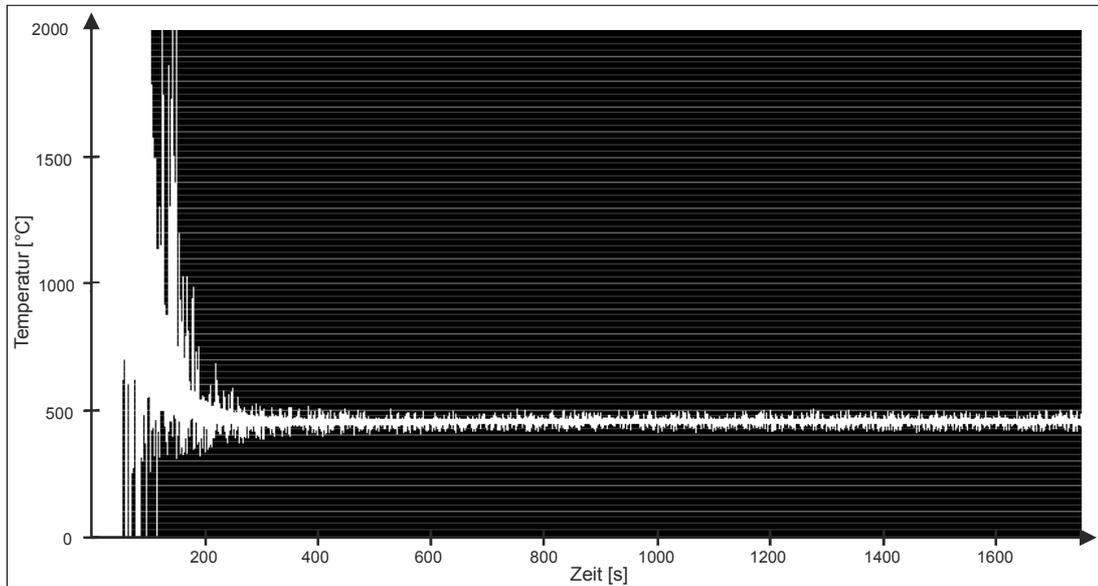


Bild 4-5: Temperaturverlauf bei Erwärmung mit dem SiC-Stab.

Druckaufbau

Die Vorversuche am Druckaufbau ergaben, dass es möglich ist eine konstante Kraft im Bereich von 50-1000 N über eine Zeit von mindestens 30 min mit einer Abweichung von ± 5 N durch die Schraube in der Traverse einzustellen.

Gekoppelter Aufbau

Über den Drehschalter der Phasenanschnittsteuerung können vier Temperaturen mit 500, 540, 600 und 670 °C eingestellt werden. Die Temperaturen wurden während der zweiten Messreihe am DESY mit den Eigenspannungsmessungen in-situ gemessen, da die Messungen in geschlossenen Räumen reproduzierbar sind. Des Weiteren ergaben die Messungen, dass eine Aufheizzeit von 40 min bei den gekoppelten Versuchen angemessen ist.

4.3 Peakverschiebung

Wird die Intensität I nach der Auswertung über dem doppelten Beugungswinkel 2θ aufgetragen, erhält man die Phasendiagramme. Bild 4-6 zeigt ein Phasendiagramm ohne Belastung, aufgenommen bei einer Photonenenergie von 100 keV.

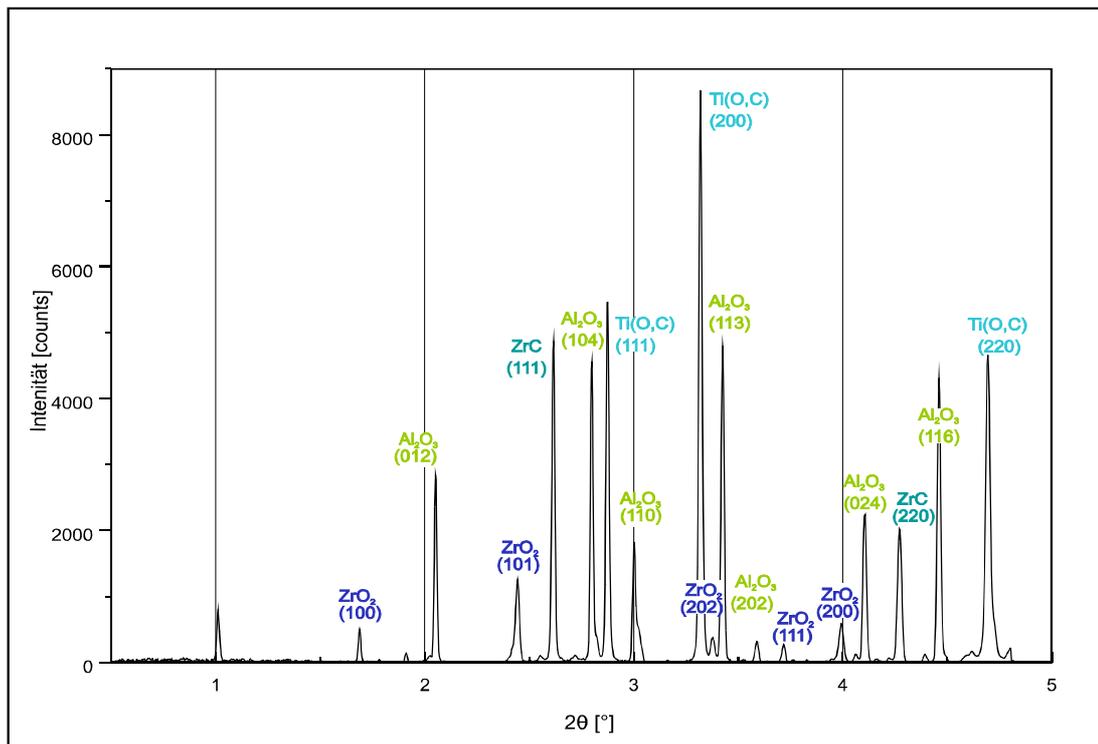


Bild 4-6: Phasendiagramm einer Referenzprobe.

Werden Peakdiagramme aus Referenzmessungen und unter Last übereinandergelegt, erkennt man eine Verschiebung der Peakmittelpunkte, welche sich nach Belastungsart unterscheiden lässt. Dabei müssen die Auswertebedingungen, wie Messposition, Integrationsrichtung und ω -winkel, übereinstimmen.

In Bild 4-7 wird eine Verschiebung unter einer thermischer Belastung gezeigt. Es werden jeweils die höchsten Peaks der beiden Hauptphasen Ti(O,C) und Al_2O_3 des Spektrums dargestellt. Die blaue Kurve beschreibt die Referenzmessung bei Raumtemperatur und die rote Kurve veranschaulicht die nach links in Richtung kleinerer Bragg-Winkel verschobene Kurve bei einer thermischen Last von 450 °C.

In Bild 4-8 ist eine Verschiebung der Peaks unter mechanischer Belastung zu sehen. Die blaue Kurve stellt zwei identische Referenzmessungen dar, eine unter Zug- und eine unter Druckbelastung. Die grüne Kurve zeigt die Messung der Druckposition unter einer Biegespannung von 195 MPa, was einer Normalkraft von 550 N entspricht. Der Peak verschiebt sich nach rechts in Richtung größerer Beugungswinkel. Die rote Kurve zeigt die Messung der Zugposition bei der gleichen Biegespannung von 195 MPa. Diese verschiebt sich entgegengesetzt des Spektrums unter Druckbelastung nach links in Richtung kleinerer Bragg-Winkel.

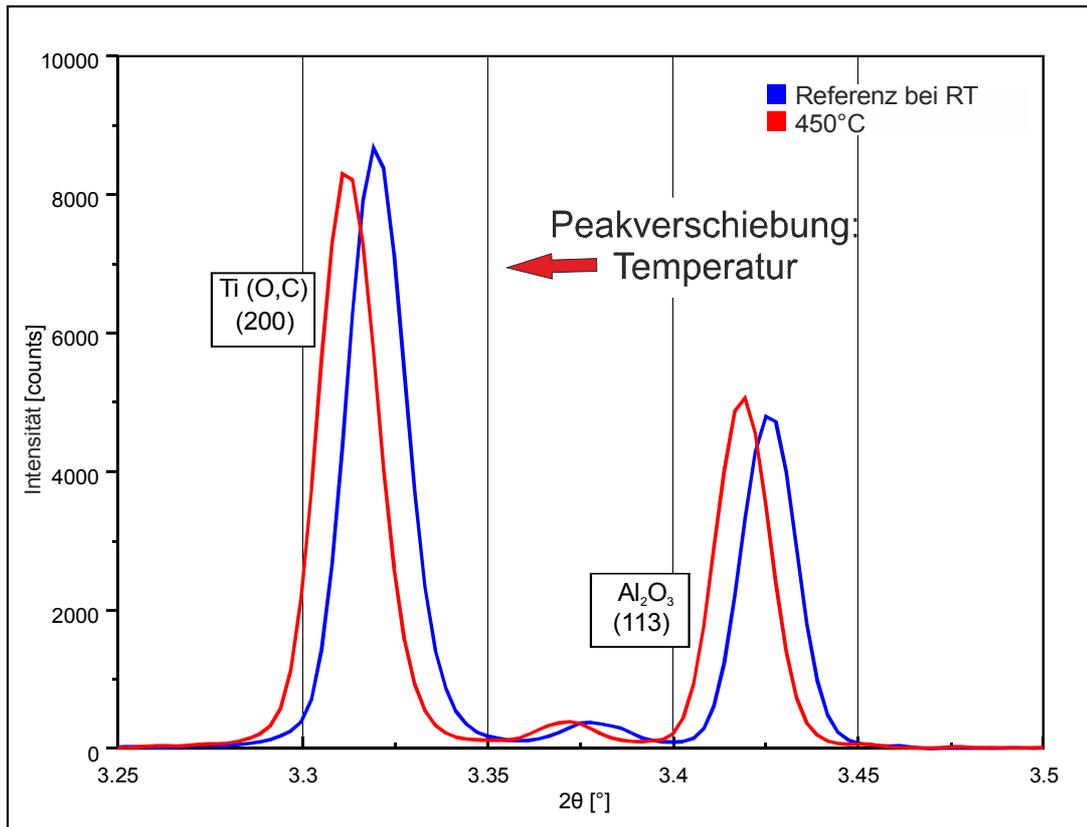


Bild 4-7: Peakverschiebung unter thermischer Belastung.

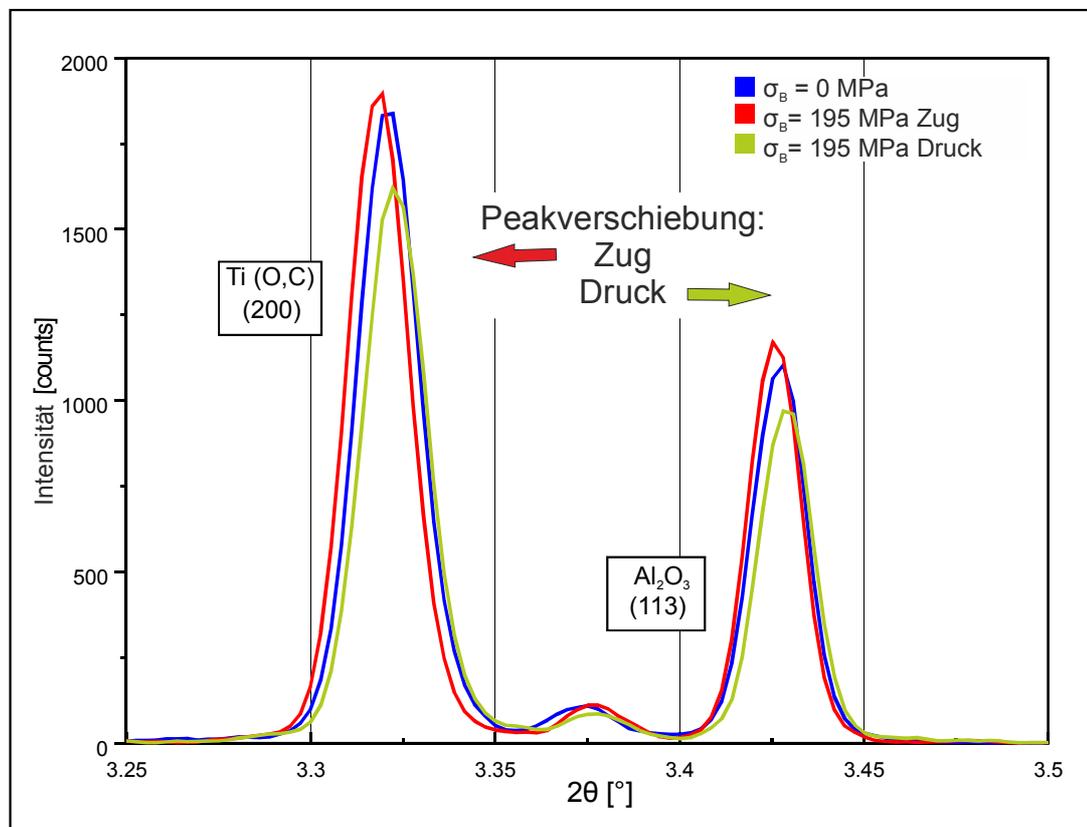


Bild 4-8: Peakverschiebung unter mechanischer Belastung.

4.4 Gemessene Dehnung und berechnete Spannung

Aufbauend auf den Erkenntnissen der Peakverschiebungen unter mechanischen und thermischen Belastungen, wird im nachfolgenden Unterkapitel das Spannungs-Dehnungsverhalten der Mischkeramik dargestellt. Die Dehnungen der Netzebenenabstände werden aus den Verschiebungen der Phasenpeaks berechnet, woraus sich die Spannungen über das Hooke'sche Gesetz ableiten lassen. Die Ergebnisse sind unterteilt in Temperatur-, Druck- und gekoppelte Versuche, wobei bei dem Temperatur- und dem Druckversuch noch zwischen den Ergebnissen der ersten und der zweiten Messreihe am DESY unterschieden wird. In den Diagrammen werden die gemessenen Dehnungen und die berechneten Spannungen zum einen über die Messpositionen und zum anderen über die jeweilige Belastung dargestellt. Dabei werden immer die zwei höchsten Peaks der Phasen Al_2O_3 und $\text{Ti}(\text{O,C})$ betrachtet.

Versuche unter Temperaturbelastung

Mit den Temperaturversuchen wurde das Spannungs-Dehnungsverhalten der Mischkeramik bei erhöhter thermischer Belastung untersucht. Um den Dehnungsverlauf innerhalb einer Probe besser verstehen zu können, wird in den Bildern 4-9, 4-10, 4-11 und 4-12 die Dehnung über der Messposition der Rundprobe aufgetragen. Dabei wurden alle Beugungsbilder in 0° , 45° und 90° -Richtung integriert.

Bild 4-9 zeigt die Dehnungsverteilung über die fünf Messpositionen der zylindrischen C15A5-Probe bei zwei unterschiedlichen Temperaturen, wobei hier in 0° -Richtung integriert wurde. Dabei lässt sich eine höhere Dehnung über alle Phasen bei einer Temperatur von 450°C im Vergleich zu einer Temperatur von 400°C erkennen. Die Dehnungsverteilung über alle Messpositionen der Probe verläuft größtenteils gleichmäßig. Allerdings zeigt Position 1 bei beiden Temperaturen eine erhöhte Dehnung.

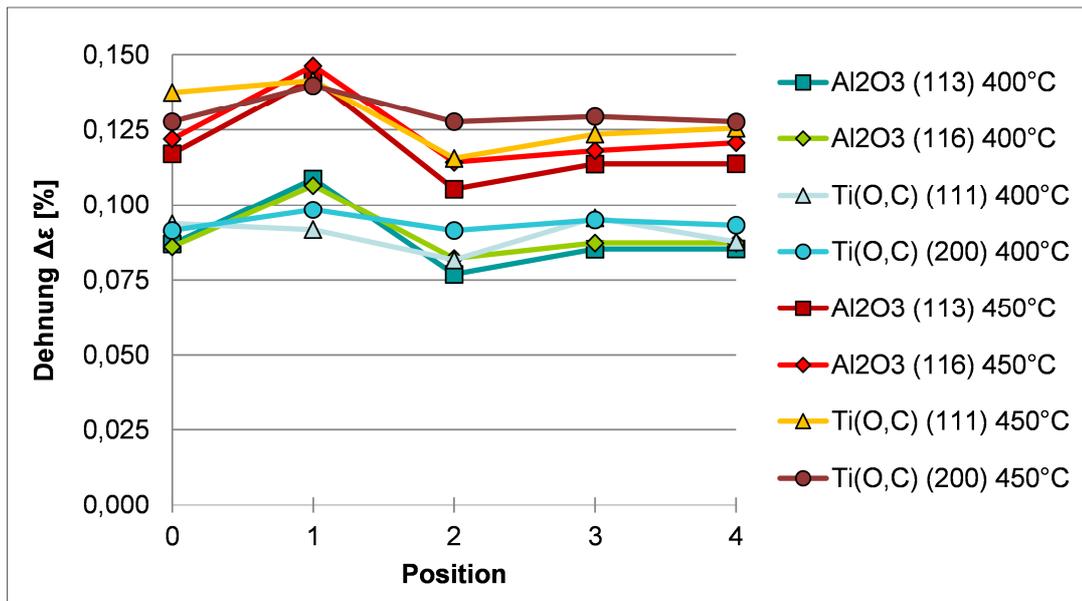


Bild 4-9: DESY I: Dehnungsverteilung bei 400 °C und 450 °C.

Bild 4-10 zeigt die gleiche Dehnungsverteilung wie Bild 4-9 in einem Netzdiagramm, wodurch die Positionen auf der zylindrischen Probe dargestellt werden. Der Vergleich der beiden Temperaturen zeigt deutlich eine höhere Dehnung bei einer Temperatur von 450 °C und in beiden Diagrammen eine höhere Dehnung an Position 1. Betrachtet man die einzelnen Phasen, so sieht man einen geringen Unterschied zwischen der Ti(O,C)-Phase (rot) und der Al₂O₃-Phase (blau): Die Titanoxikarbidphase dehnt sich etwas mehr als die Aluminiumoxidphase.

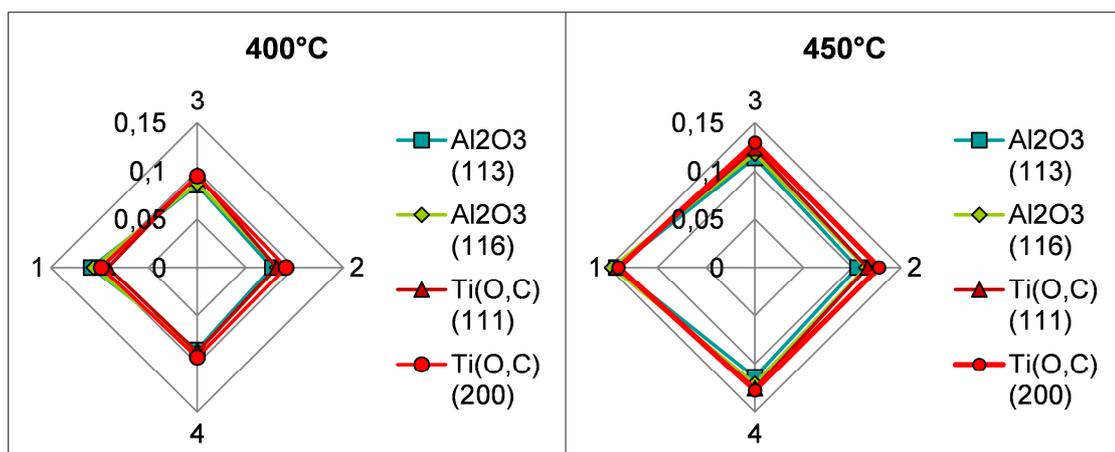


Bild 4-10: DESY I: Dehnungsverteilung bei 400 °C und 450 °C in 0°-Richtung.

Bild 4-11 und Bild 4-12 zeigen die Dehnungsverteilung in 45° und in 90°-Richtung, dabei lassen sich keine gravierenden Dehnungsunterschiede in Abhängigkeit von der Integrationsrichtung erkennen. Die Dehnungen sind in allen Integrationsrichtungen an

Position 1 geringfügig höher im Vergleich zu den anderen Positionen. Auch die Ti(O,C)-Phasen dehnen sich in 45° und 90° etwas mehr als die Al₂O₃-Phasen.

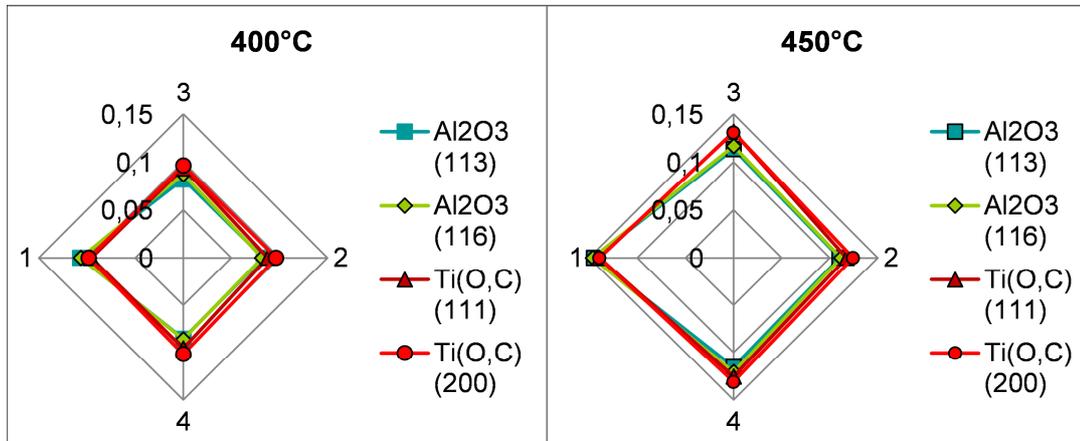


Bild 4-11: DESY I: Dehnungsverteilung bei 400 °C und 450 °C in 45°-Richtung.

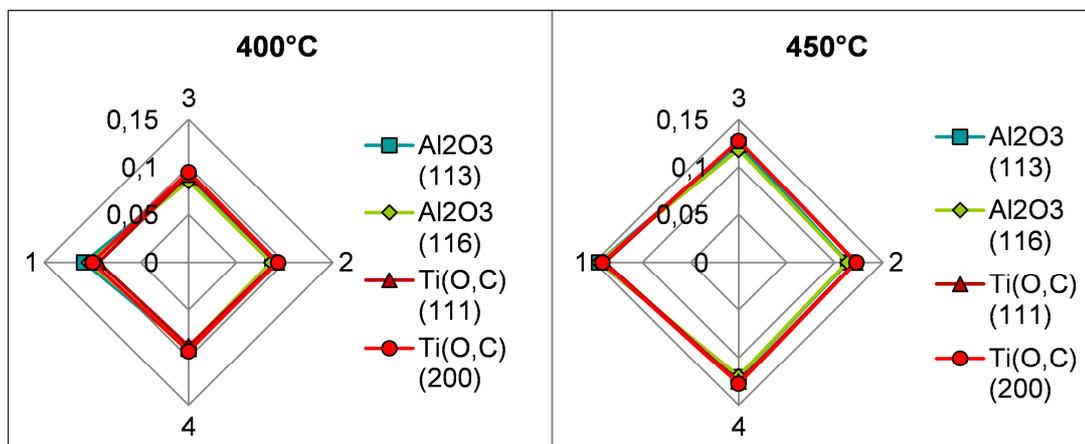


Bild 4-12: DESY I: Dehnungsverteilung bei 400 °C und 450 °C in 90°-Richtung.

Bild 4-13 zeigt die Dehnungsverteilung der Temperaturversuche der zweiten Messreihe am DESY, wobei die Temperatur über die Heizelemente aufgebracht wurde. Es werden als Beispiel die höchste und die niedrigste Temperatur über den Messpositionen dargestellt. Da in diesem Versuch Biege- statt Rundproben verwendet wurden, sind hier nur drei Positionen abgebildet. Dabei beschreibt Position 1 die Druckposition am Biegestab und Position 3 die Zugposition.

Man erkennt eine größere Dehnung bei höherer Temperatur. In der Biegeprobe verteilt sich die Temperatur dennoch nicht gleichmäßig wie in der Rundprobe. Wie schon bei Bild 4-9 ist eine leicht höhere Dehnung bei den Ti(O,C)-Phasen gegenüber den Al₂O₃-Phasen zu beobachten.

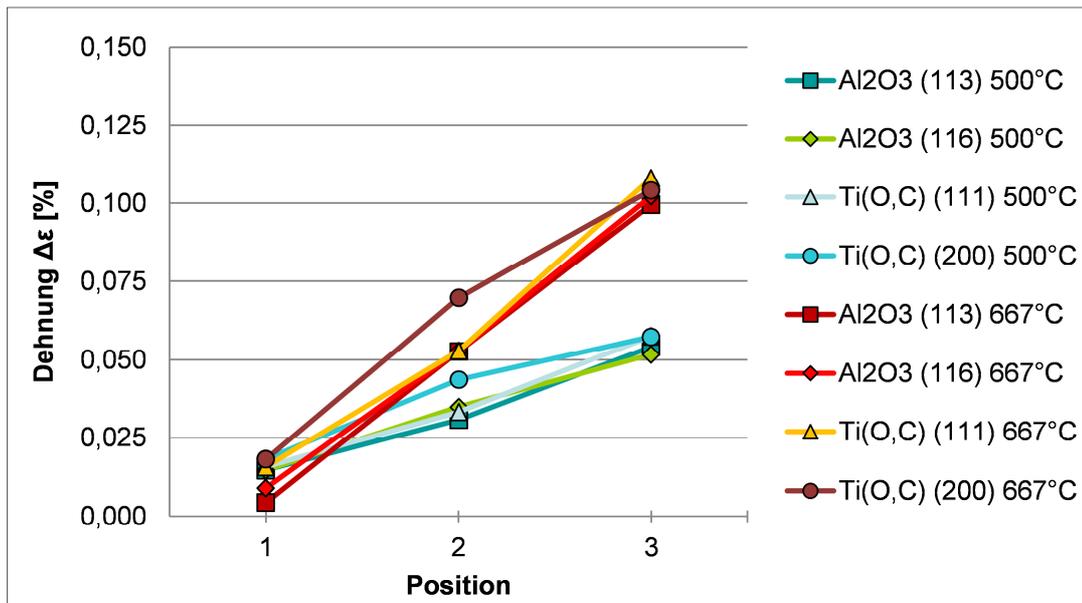


Bild 4-13: DESY II: Dehnungsverteilung bei 500 °C und 667 °C.

Nachfolgend werden die gemessenen Dehnungen über den aufgetragenen Temperaturen aufgetragen. Bei der ersten Messreihe konnten nur zwei Temperaturen mit 400 °C und 450 °C eingestellt werden. Die Messungen in Bild 4-14 wurden an der Position 0 der Rundprobe, also im Mittelpunkt der Probe, durchgeführt. Integriert wurde in 0°-Richtung für alle Messwerte. Diese Darstellung zeigt einen Anstieg der Dehnung bei zunehmender Temperatur.

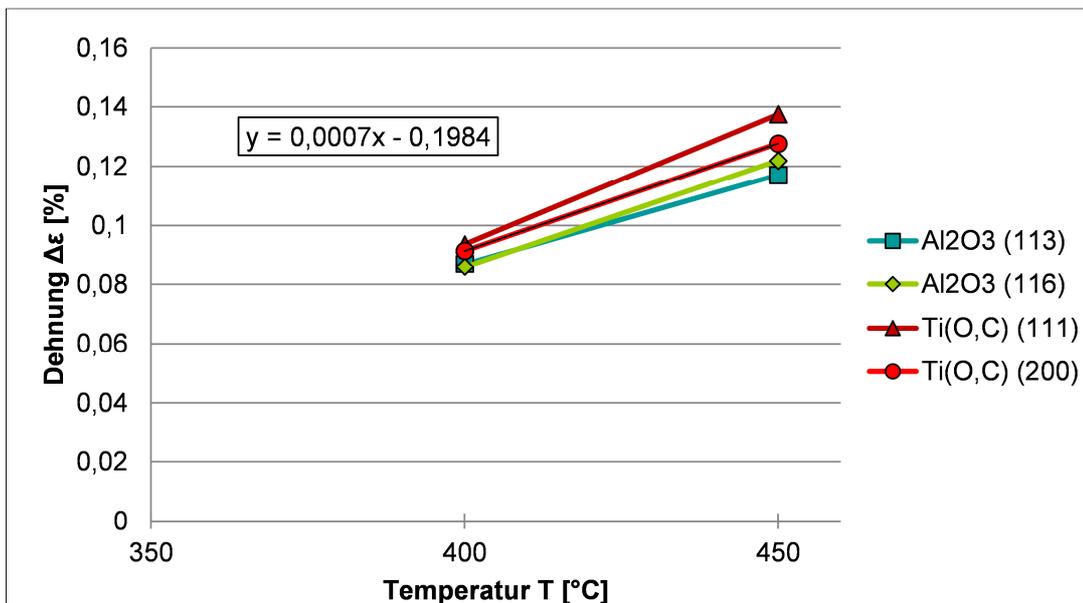


Bild 4-14: DESY I: Dehnungsverteilung über der Temperatur.

Bild 4-15 zeigt die dazugehörigen Spannungen, die über der Temperatur aufgetragen sind. Bei 450 °C erfahren die Mischkeramikphasen innere Spannungen von bis zu 800 MPa.

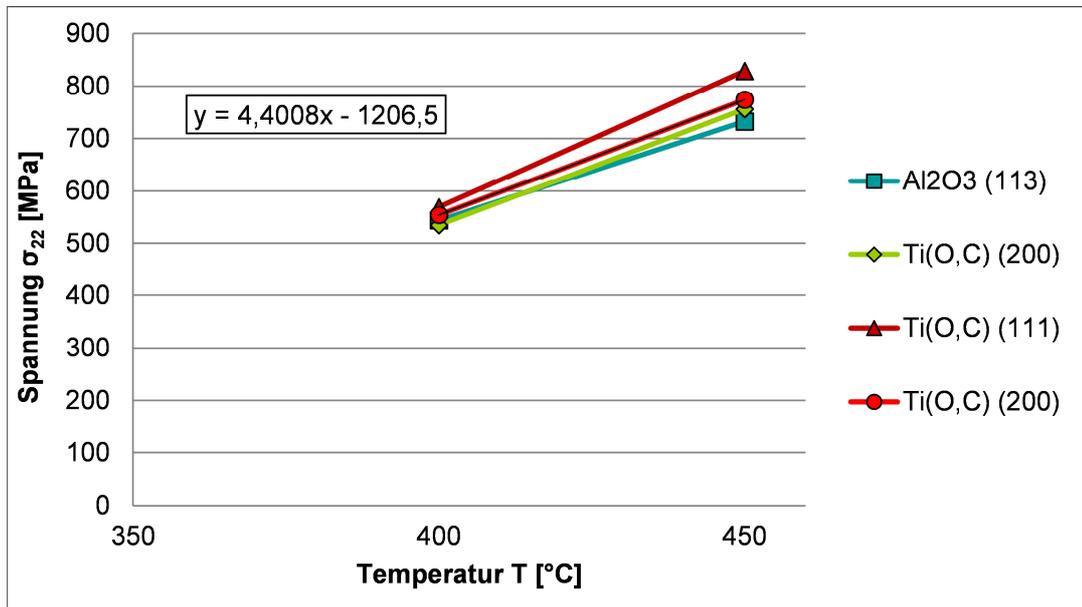


Bild 4-15: DESY I: Spannung σ_{22} über der Temperatur.

Während der zweiten Temperaturmessreihe wurden die Proben auf vier verschiedene Temperaturen erhitzt: 500, 540, 600 und 670 °C. Die Messungen wurden an der Probenmitte durchgeführt und anschließend in 0°-Richtung integriert. Dabei zeigt sich auch in Bild 4-16 ein linearer Anstieg der Dehnung mit zunehmender Temperatur. Auffällig ist, dass die Ti(O,C)-Phase der Ebene (200) eine erhöhte Dehnung gegenüber den anderen Phasen aufweist, welche alle auf einer Geraden liegen.

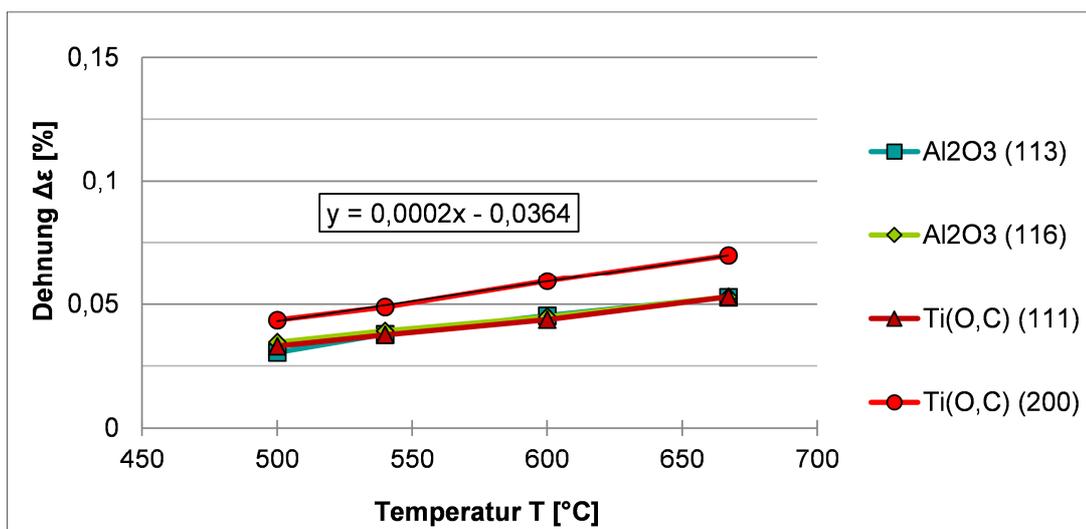


Bild 4-16: DESY II: Dehnungsverteilung über der Temperatur.

Auch die Spannungen in Bild 4-17 zeigen einen linearen Anstieg mit Zunahme der Temperatur, allerdings erfährt die C15A5-Mischkeramik nur Spannungen von maximal 400 MPa bei einer Temperatur von 670 °C.

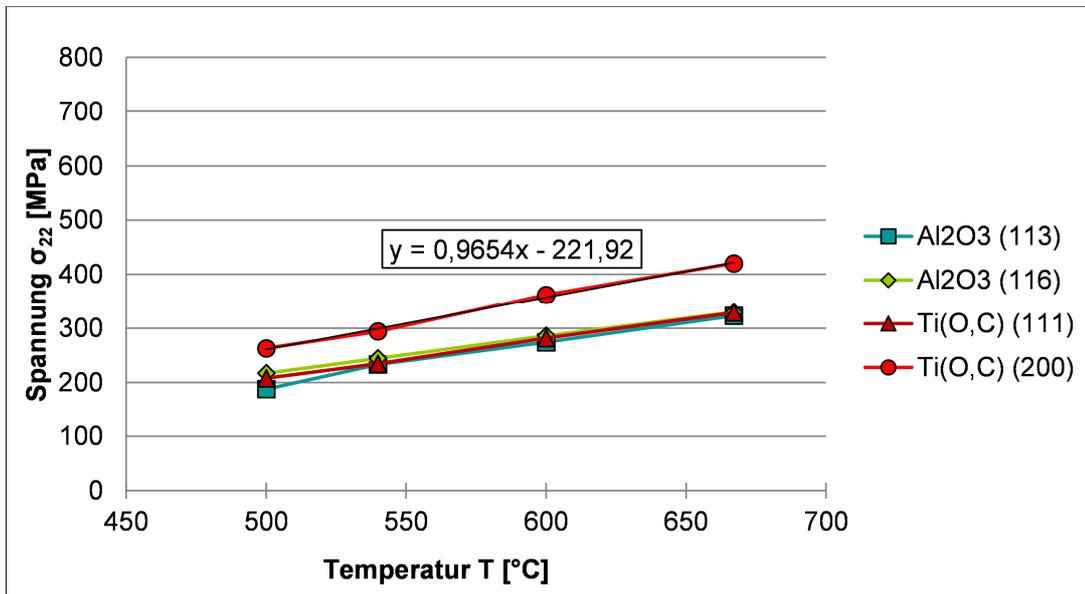


Bild 4-17: DESY II: Spannung σ_{22} über der Temperatur.

Versuche unter mechanischer Belastung

Im Biegeversuch wurde das Spannungs-Dehnungsverhalten der Mischkeramik bei mechanischer Belastung untersucht. Diese Versuche wurden während der ersten Messreihe am DESY mit nur gesinterten C15-Biegeproben und während der zweiten Messreihe mit ausgelagerten C15A5-Biegeproben durchgeführt. Es werden auch hier jeweils die zwei höchsten Peaks der Phasen Al_2O_3 und Ti(O,C) dargestellt, wobei die Beugungsbilder generell in 0° -Richtung integriert wurden.

Das Diagramm in Bild 4-18 zeigt die Dehnungsverteilung in einer C15-Biegeprobe über sieben Messpositionen. Alle Positionen wurden bei einer Biegespannung von 195 MPa gemessen. Es zeigt sich, dass die Zugbelastung eine positive und die Druckbelastung eine negative Dehnung bewirkt. Der Dehnungsverlauf über alle Positionen ist linear, wobei in der Probenmitte keine Dehnungen vorhanden sind.

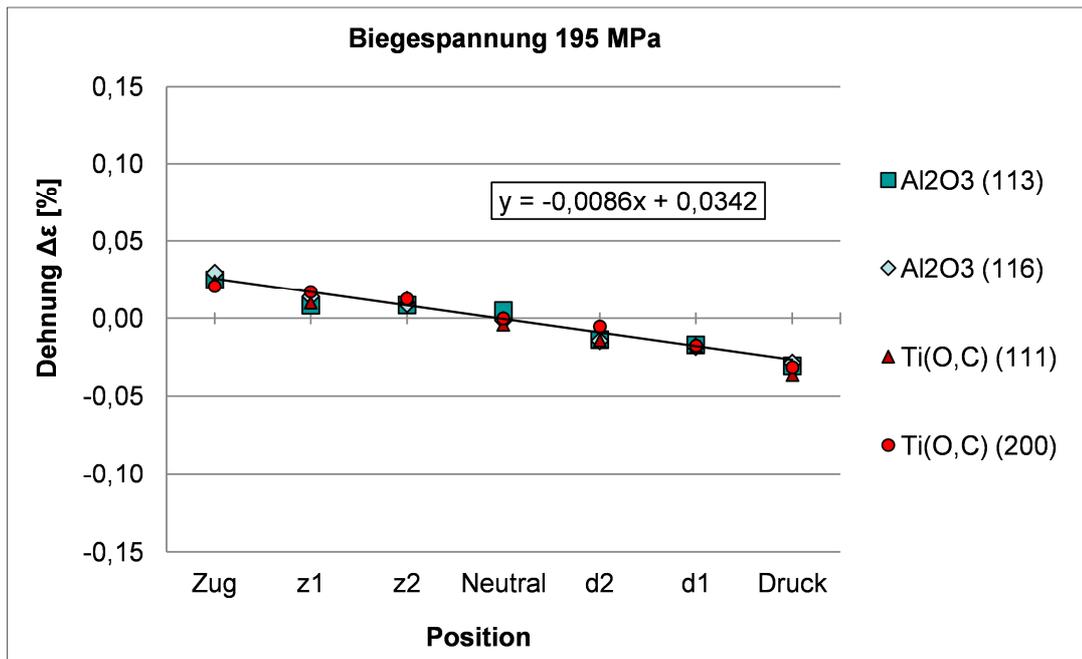
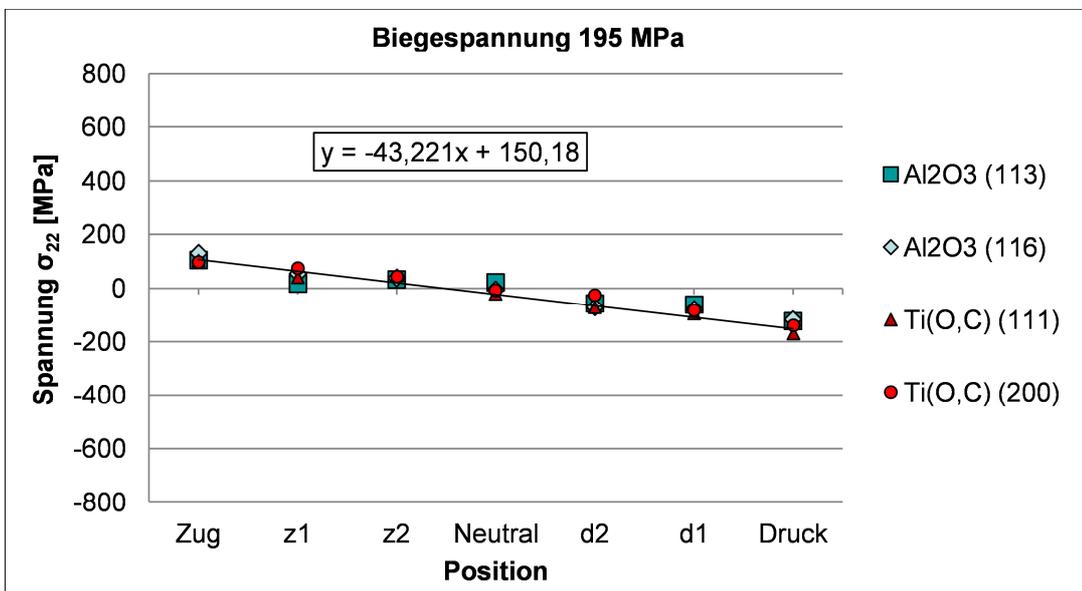


Bild 4-18: DESY I: Dehnungsverteilung bei 195 MPa in 0°-Richtung.

Bild 4-19 zeigt den dazugehörigen Spannungsverlauf, der ebenso wie die Dehnungsverteilung linear verläuft. Bei einer Biegespannung von 195 MPa entstehen in der Keramik innere Spannungen von bis zu ± 150 MPa.

Bild 4-19: DESY I: Spannung σ_{22} bei 195 MPa

Das Diagramm in Bild 4-20 zeigt die gleichen Messungen wie in Bild 4-18. Dieses Mal allerdings in 90°- und nicht in 0°-Richtung integriert. Es ist zu erkennen, dass sich die Dehnungen in 90°-Richtung genau entgegengesetzt der Dehnungen verhalten, welche aus einer Integration in 0°-Richtung resultieren. Die Zugbelastung bewirkt eine negati-

ve und die Druckbelastung eine positive Dehnung. Dieser Dehnungsverlauf ist ebenfalls über alle Positionen linear, wobei in der Probenmitte keine Dehnungen vorhanden sind und die Trendlinie in Bild 4-20 flacher verläuft als die Trendlinie in Bild 4-18.

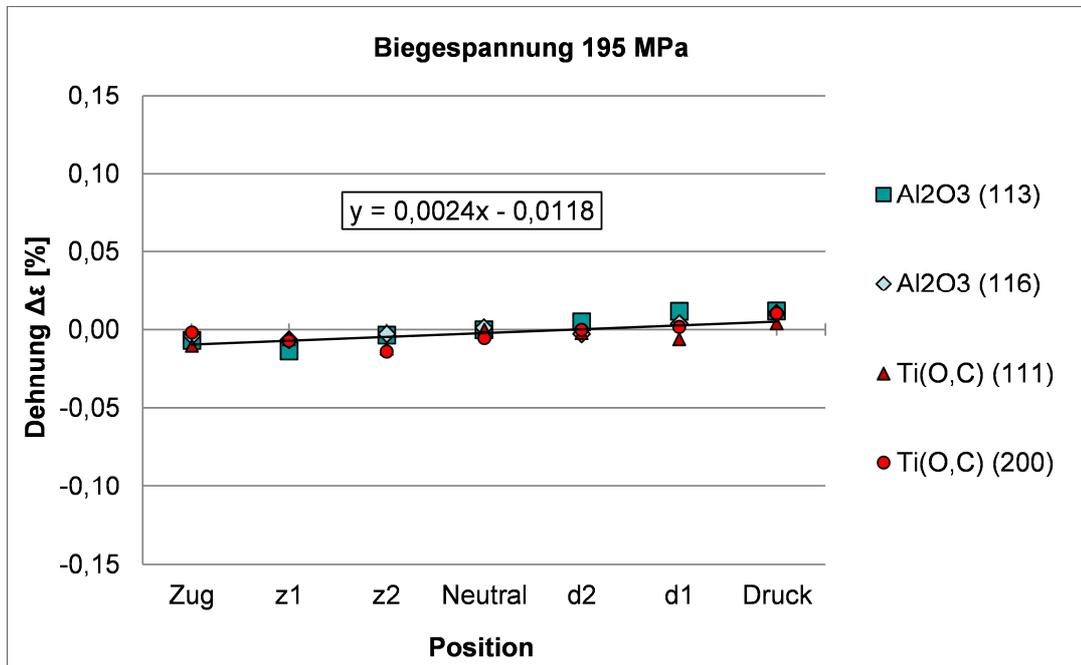


Bild 4-20: DESY I: Dehnungsverteilung bei 195 MPa in 90°-Richtung.

Während der zweiten Messreihe am DESY wurden sechs verschiedene Biegespannungen von 100, 200, 300, 400, 500 und 600 MPa auf C15A5-Proben aufgebracht, wobei zunächst nur eine Biegespannung von 400 MPa über fünf Probenpositionen dargestellt wird. Alle Messungen wurden in 0°-Richtung integriert.

Bild 4-21 zeigt die Dehnungsverteilung über fünf Positionen in einer C15A5-Biegeprobe. Alle Positionen wurden bei einer Biegespannung von 400 MPa gemessen. Dabei bewirkt Zugbelastung eine positive und Druckbelastung eine negative Dehnung. Der Dehnungsverlauf über alle Positionen ist nicht exakt linear und steiler als bei den ersten Druckversuchen. Ein Dehnungsunterschied in den verschiedenen Phasen ist hier nur in den äußersten Zug- und Druckpositionen zu erkennen. Dabei verhalten sich die Ti(O,C)-Gitterebene (111) und die Al₂O₃-Gitterebene (116) genau gegenläufig.

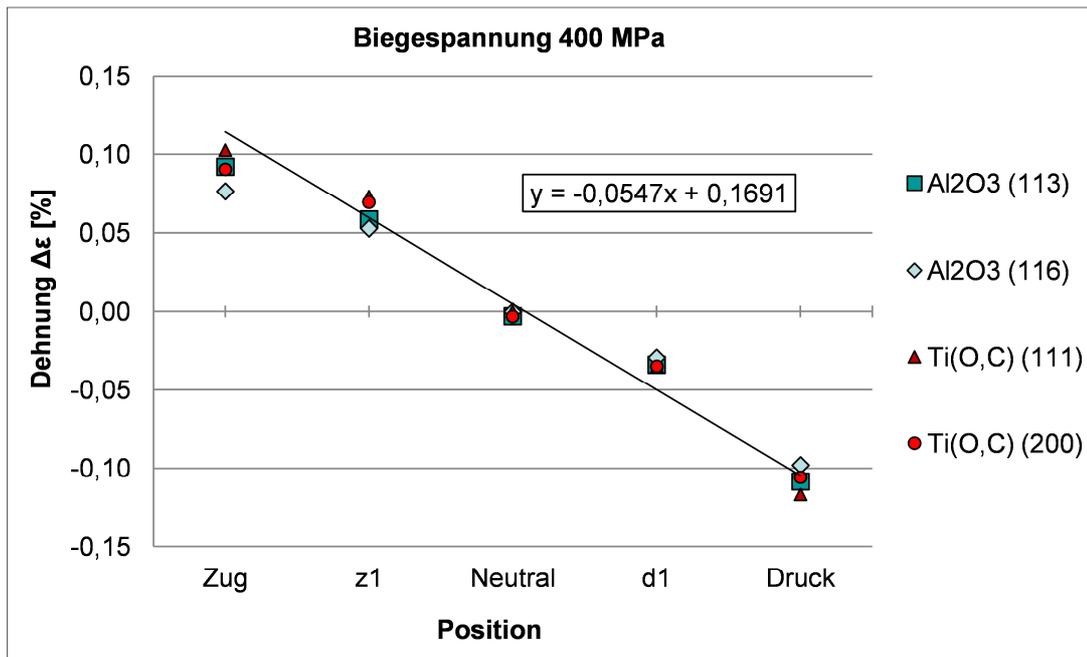
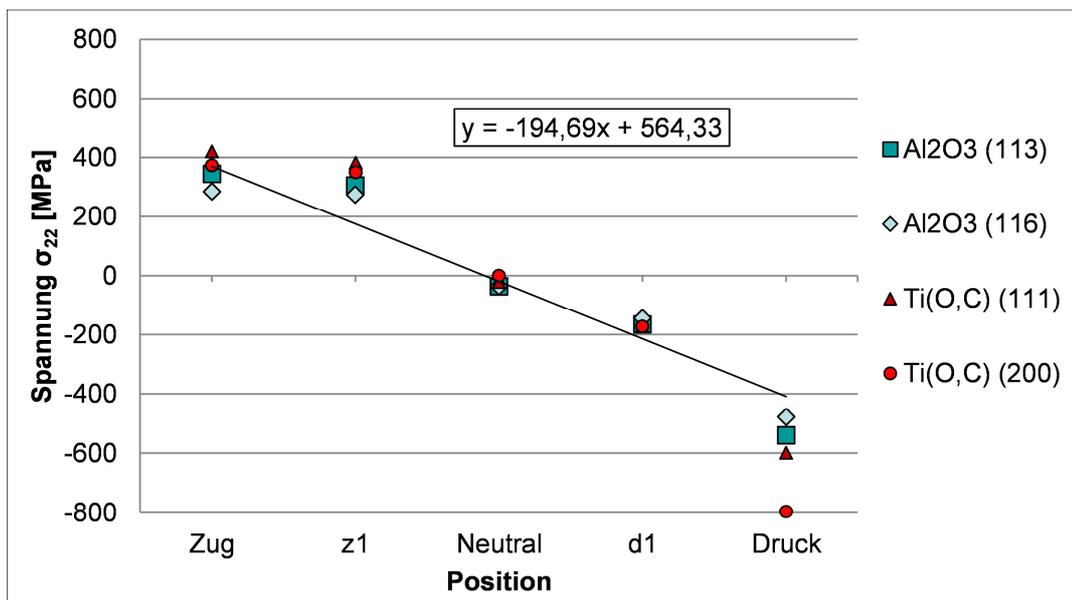
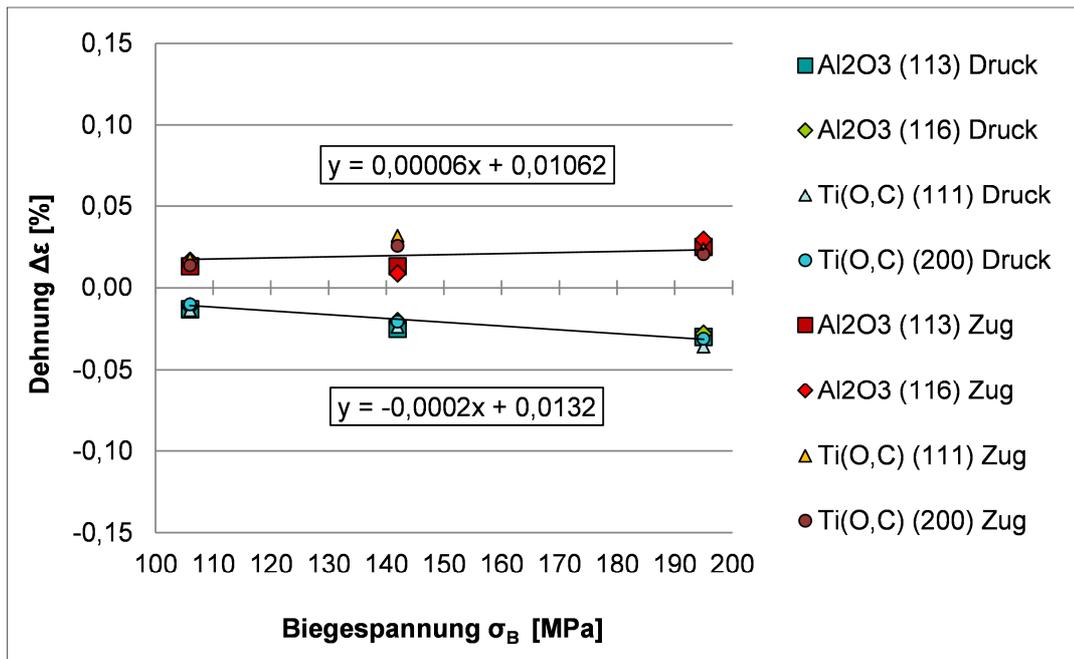


Bild 4-21: DESY II: Dehnungsverteilung bei 400 MPa.

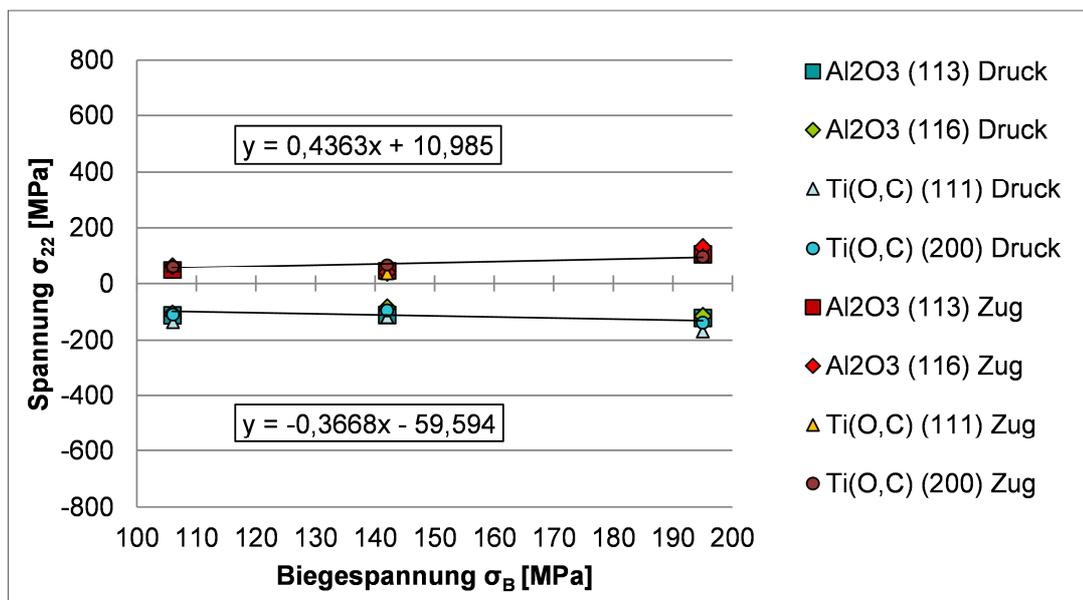
Die dazugehörigen Spannungen werden in Bild 4-22 dargestellt. Bei einer Biegespannung von 400 MPa werden innere Zugspannungen von bis zu 400 MPa und Druckspannungen von 600 MPa erreicht. Außerdem zeigt sich eine breite Streuung der Phasen an der Druckposition.

Bild 4-22: DESY II: Spannung σ_{22} bei 400 MPa.

Um zu zeigen, dass sich Zug- und Druckdehnungen in einer Biegeprobe gegenläufig verhalten, werden beide Positionen in Bild 4-23 über der Biegespannung aufgetragen.

Bild 4-23: DESY I: Dehnungsverteilung über der Biegespannung σ_B .

Gemessen wurde während der ersten Messzeit an C15-Proben bei drei verschiedenen Spannungen von 106, 142 und 195 MPa. Integriert wurde auch hier über die 0°-Richtung. Zug- und Druckdehnungen verhalten sich linear. Der Betrag der Steigungen von Zug- und Drucklinie zeigt einen flacheren Verlauf unter Zug im Vergleich zum steileren Verlauf unter Druck. Auch das Spannungsdiagramm in Bild 4-24 zeigt einen Anstieg der inneren Spannungen bei Zug und Druck mit zunehmender Biegespannung.

Bild 4-24: DESY I: Spannung σ_{22} über der Biegespannung σ_B .

Auch für die zweite Messreihe werden die Zug- und Druckdehnungen über der Biegespannung aufgetragen (Bild 4-25).

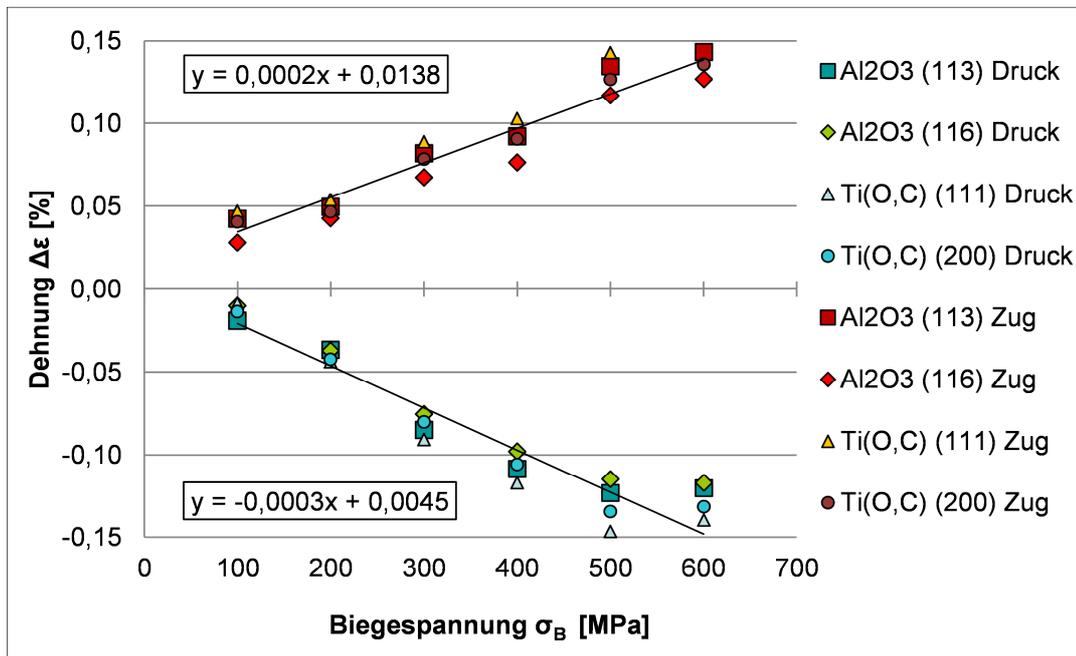


Bild 4-25: DESY II: Dehnungsverteilung über der Biegespannung σ_B .

Diese Messungen wurden an C15A5-Proben durchgeführt mit insgesamt sechs Biegespannungen von 100, 200, 300, 400, 500 und 600 MPa. Die Ergebnisse decken sich mit den Messungen der ersten Messreihe, das heißt, Zug- und Druckdehnungen verlaufen gegenläufig, wobei der Betrag der Trendlinie der Druckspannungen minimal größer ist als der Betrag der Druckspannungstrendlinie. Insgesamt sind die Trendlinien der beiden Messkurven um den Faktor 10^3 steiler als bei der ersten Messreihe. Außerdem erfahren die unterschiedlichen Phasen der Keramik unterschiedliche Dehnungen ab einer Biegespannung von 300 MPa, wobei die Al₂O₃-Phasen eine geringere Dehnung aufweisen als die Ti(O,C)-Phasen.

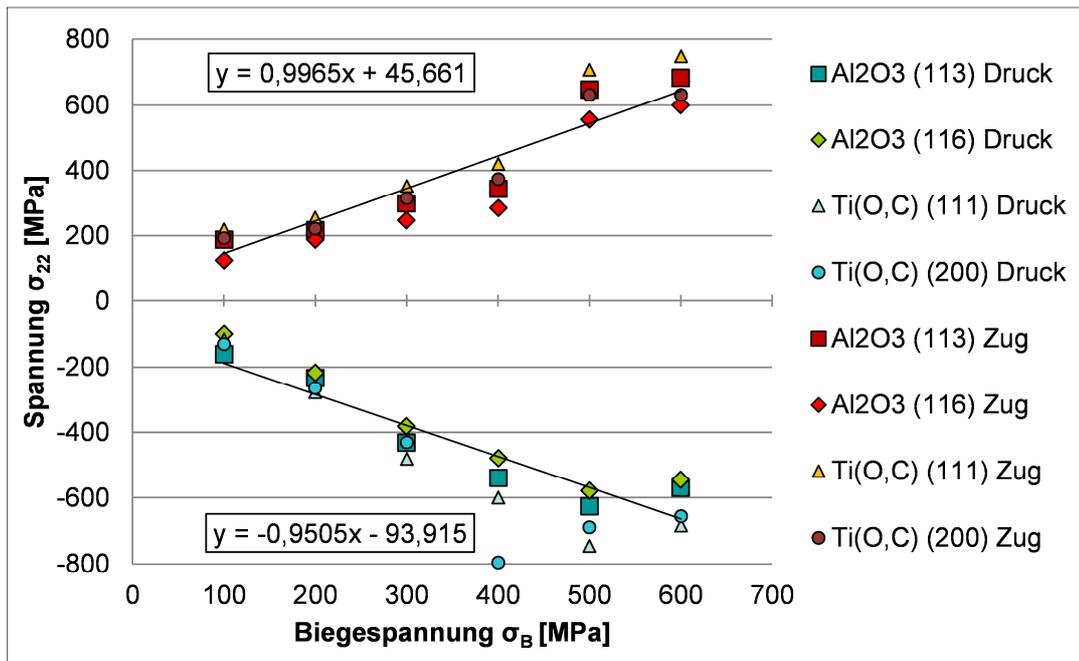


Bild 4-26: DESY II: Spannung σ_{22} über der Biegespannung σ_B .

Auch hier entspricht der Verlauf der Spannungen dem Verlauf der gemessenen Dehnungen, wobei im Gegensatz zu den Ergebnissen der ersten Messreihe die Trendlinie der Zugspannungen weniger flach ausfällt (Bild 4-26). Der Betrag der Steigung ist nur minimal geringer als der Betrag der Druckspannungen. Bei einer Biegespannung von 600 MPa werden Zug- und Druckeigenstressungen von bis zu 600 MPa erreicht.

Versuche unter mechanischer und thermischer Belastung

Der gekoppelte Aufbau gab die Möglichkeit, während der zweiten Messreihe thermische und mechanische Belastungen gleichzeitig auf eine C15A5-Biegeprobe aufzubringen. Die Messungen wurden alle in 0°-Richtung der Beugungsringe integriert. Es werden auch hier jeweils die zwei höchsten Peaks der Phasen Al₂O₃ und Ti(O,C) dargestellt.

In Bild 4-27 werden die Dehnungsergebnisse der gekoppelten Versuche über den aufgetragenen Biegespannungen gezeigt. Der Schnittpunkt der beiden Trendlinien von Zug und Druck zeigt die beiden Messpunkte der Zug- und der Druckposition bei 500 °C ohne aufgetragene Biegespannung. Diese wurde dann in drei Schritten von 100 MPa auf 300 MPa erhöht. Auch hier sind Zug- und Druckdehnungen gegenläufig und die Zugdehnung verläuft mit steigender Biegespannung flacher. Es ist zu erkennen, dass beide Messkurven im Vergleich zu Bild 4-25 durch die erhöhte Temperatur zu positiven Dehnungen verschoben werden.

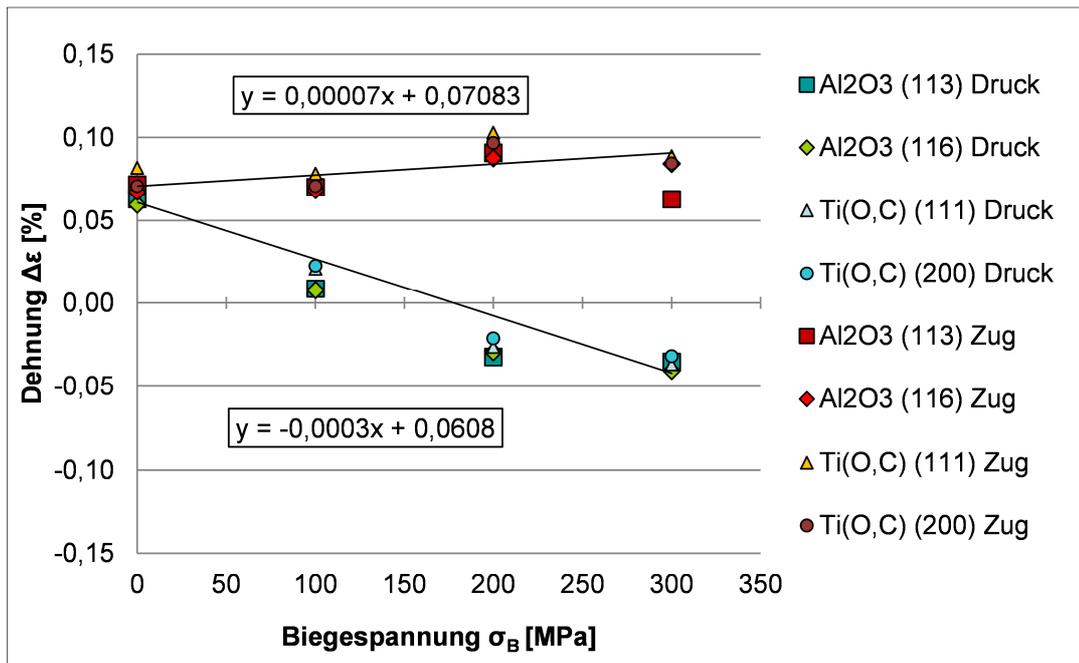
Bild 4-27: Dehnungsverteilung über der Biegespannung σ_B bei 500 °C.

Bild 4-28 zeigt den dazugehörigen Spannungsverlauf, der ebenso wie die Dehnungsverteilung auf der y-Achse zu positiven Spannungen verschoben wird. Eine Temperatur von 500 °C bewirkt Dehnungen in der Probe, die einer inneren Spannung von etwa 400 MPa entsprechen. Wird zusätzlich noch Zug aufgebracht, steigt die innere Spannung weiter an. Bei überlagertem Druck wird die innere Spannung geringer.

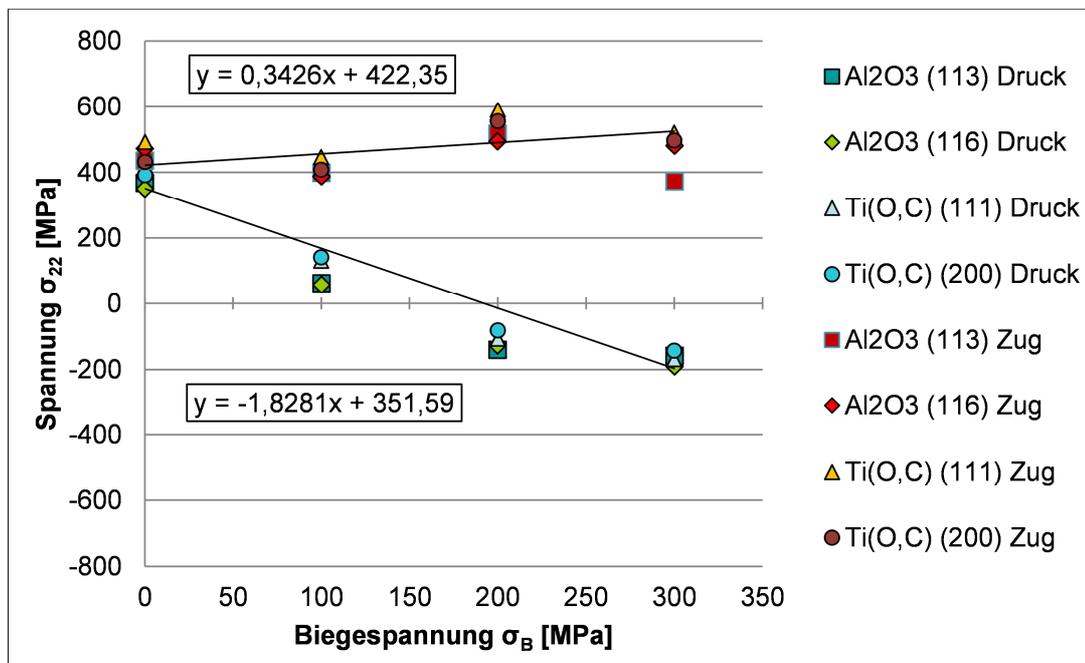
Bild 4-28: Spannung σ_{22} über der Biegespannung σ_B bei 500 °C.

Bild 4-29 zeigt den direkten Vergleich der Messungen unter mechanischer und unter gekoppelter Belastung, wobei die Resultate der Dehnungsverteilung bei Biegespannungen von 100, 200 und 300 MPa dargestellt werden.

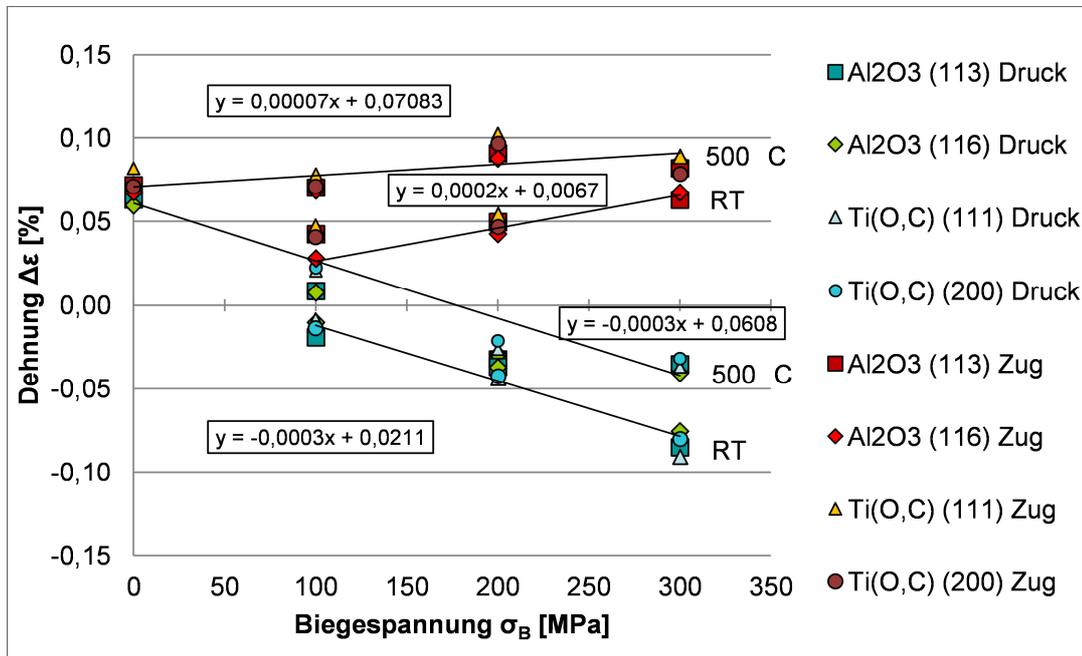


Bild 4-29: Dehnungsverteilung über der Biegespannung σ_B bei 500 °C und bei RT.

Es ist deutlich zu erkennen, dass die Dehnungen unter Zug sich durch die Überlagerung der thermischen Dehnungen vergrößern. Die Dehnungen unter Druck allerdings wirken den thermischen Dehnungen entgegen. Außerdem zeigt sich, dass die beiden Druck-Trendlinien exakt parallel verlaufen.

Auch die berechneten Spannungen spiegeln das Dehnungsergebnis im direkten Vergleich mit und ohne Temperatur wider (Bild 4-30).

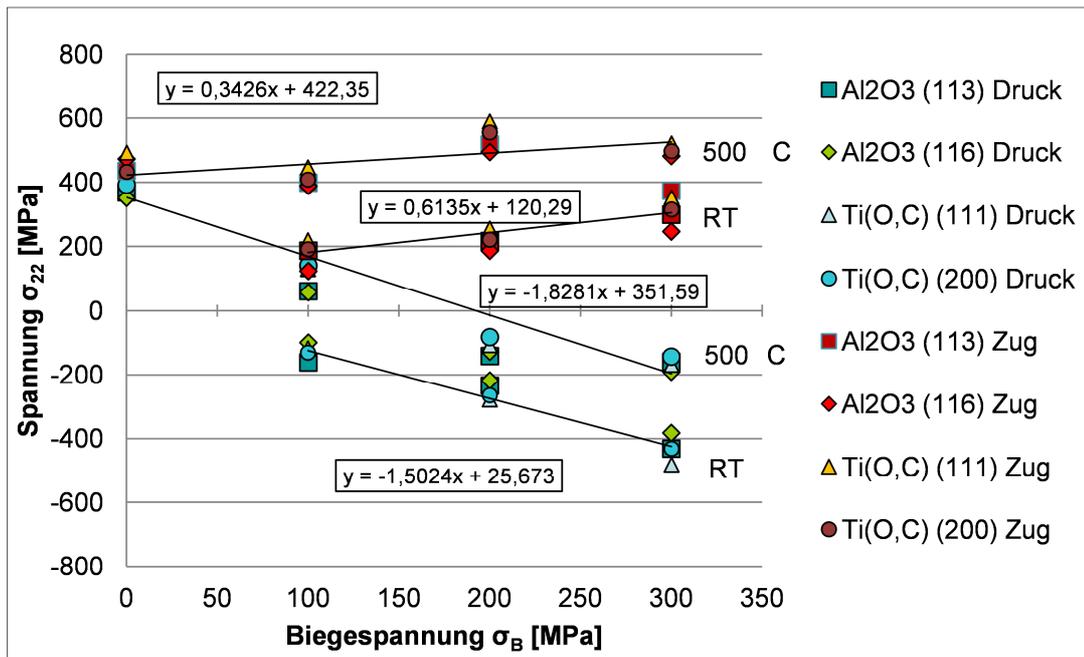


Bild 4-30: Spannung σ_{22} über der Biegespannung σ_B bei 500 °C und bei RT.

5 Diskussion

Im Rahmen dieser Arbeit werden die Ergebnisse der Probencharakterisierung und der röntgenografischen Spannungsmessung an einer reaktionsgesinterterten C15A5-Schneidkeramik dargestellt. Dabei werden die Auswirkungen der äußeren thermischen und mechanischen Belastungen auf die inneren Spannungen der Mischkeramik diskutiert.

5.1 Probencharakterisierung

Nach Püschel [Püs05] zeugen Partikelgrößen um ein Mikrometer des C15-Pulvers von hoher Pulverqualität. Im Vergleich zu den von Püschel bestimmten Partikelgrößen von $0,86 \mu\text{m}$ zeigen die in dieser Arbeit hergestellten drei Chargen entsprechende Werte. Die Tatsache, dass drei verschiedene Chargen des Pulvers alle etwa dieselbe Partikelgröße mit geringer Standardabweichung aufweisen, deutet auf einen stabilen Herstellungsprozess des Pulvers mit hoher Reproduzierbarkeit hin.

Eine beinahe doppelt so hohe elektrische Leitfähigkeit der ausgelagerten Probe mit in-situ TiC-Schicht auf der Oberfläche gegenüber der nicht ausgelagerten C15- Probe weist darauf hin, dass die modifizierte Oberflächenschicht einen erheblichen Einfluss auf die elektrischen Eigenschaften der Mischkeramik hat. Reines Aluminiumoxid ist ein sogenannter Nichtleiter. Erst die Zugabe von Al, TiC und TiO_2 und eine Reaktion der Bestandteile zu Ti(O,C) während des Reaktionssinterprozesses verbessern die elektrischen Eigenschaften. Die C15-Mischkeramik liegt mit einer elektrischen Leitfähigkeit von $19,25 \text{ S/m}$ bereits im Halbleiterbereich. Auch die ausgelagerte C15A5-Keramik liegt im Bereich eines Halbleiters, jedoch mit der fast doppelt so hohen Leitfähigkeit von C15 mit einem Wert von $36,23 \text{ S/m}$. Deshalb wird angenommen, dass die TiC-Schicht an der Oberfläche, die sich durch Diffusionsvorgänge und einer Reaktion des TiO_2 mit der Kohlenmonoxid haltigen Atmosphäre im Astroofen gebildet hat [Zim07], für die erhöhte elektrische Leitfähigkeit gegenüber der C15-Keramik verantwortlich ist.

Die Biegefestigkeitsmessungen bei Raumtemperatur an C15A5 ergeben Biegefestigkeitswerte im Bereich von $550\text{-}800 \text{ MPa}$. Püschel [Püs05] dagegen erhielt diesen Wertebereich für die nicht ausgelagerte C15-Keramik und beschreibt eine Steigerung der Biegefestigkeiten nach der Auslagerung der Proben auf bis zu 926 MPa . Er begründet diese Verbesserung der mechanischen Eigenschaften mit dem Herstellungsverfahren

des heißisostatischen Pressens. Darin liegt auch der Unterschied zu den hier erbrachten Resultaten, da die Mischkeramikproben dieser Arbeit durch kaltisostatisches Pressen hergestellt wurden. Ein zweiter Unterschied liegt in der Durchführung der Biegeversuche. Bei Püschel wurde die Biegefestigkeit der Proben über einen Dreipunkt-Biegeversuch ermittelt, wobei die Ergebnisse dieser Arbeit mit einem für spröde Keramiken geeigneten Vierpunkt-Biegeversuch erbracht wurden.

Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen der Proben aus drei verschiedenen Chargen ergeben eine homogene Phasenverteilung von Aluminiumoxid und Titanoxid in allen Proben. Die REM-Aufnahmen zeigen eine dichte Mikrostruktur mit Korngrößen um die $0,5 \mu\text{m}$ mit sphärischen Kornformen. Auch das Zirkonoxid, welches durch die abrasive Wirkung des Titankarbid während des Mahlvorganges in die Pulvermischung gelangte, ist homogen verteilt. Des Weiteren zeigen die Bilder keine Kornanhäufungen einer Phase. Die Tatsache, dass alle drei Chargen die gleiche Mikrostruktur aufweisen, deutet auf einen stabilen und reproduzierbaren Herstellungsprozess hin. Allerdings sprechen die vorgenommenen Vergleiche mit den von Frau Eichenseer hergestellten Proben gegen eine solche Aussage. Zwar ist die Phasenverteilung in den Proben von Frau Eichenseer ebenfalls homogen und enthält sphärische Kornformen, dennoch sind die Körner etwa doppelt so groß, ebenso wie die modifizierte TiC-Oberflächenschicht. Außerdem sind die Proben weniger porös. Da die Messungen der Pulverpartikelgrößen übereinstimmen, wird angenommen, dass der Sinterprozess verantwortlich ist. Diese Annahme wird zudem durch die Tatsache unterstützt, dass die hergestellten Proben in verschiedenen Farben aus dem Sinterofen kamen. Um diese Annahme zu beweisen, wurden zusätzliche elektronenmikroskopische Untersuchungen der modifizierten Oberflächenschicht vorgenommen, welche Unterschiede der Mikrostruktur und der Oberflächenschicht in Abhängigkeit der Sintertemperatur aufzeigen. Somit erhält man durch eine geringere Sintertemperatur von $1500 \text{ }^\circ\text{C}$ eine feinere Mikrostruktur mit einer Körnung von $0,5 \mu\text{m}$. Daraus ergibt sich nach den REM-Ergebnissen eine in-situ TiC-Schicht mit einer Dicke von ebenfalls $0,5 \mu\text{m}$. Durch eine Erhöhung der Sintertemperatur auf $1625 \text{ }^\circ\text{C}$ ergibt sich eine gröbere Mikrostruktur und entsprechend auch eine dickere TiC-Schicht von $1 \mu\text{m}$. Aufgrund der Tatsache, dass die in der Arbeit verwendeten Proben nur bei $1500 \text{ }^\circ\text{C}$ gesintert wurden, lässt sich auch die Verminderung der Bruchzähigkeit und somit auch der Biegefestigkeit im Vergleich zu der Arbeit von Püschel erklären.

Die Resultate der Bestimmung des linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten sind nur bedingt zufriedenstellend. Der Mittelwert von $2,71 \cdot 10^{-6} \text{ 1/K}$ für die C15A5-Probe liegt weit unter den Literaturwerten der einzelnen Phasen von Al_2O_3 mit

$8 \cdot 10^{-6} \text{ 1/K}$ und TiC mit $7,7 \cdot 10^{-6} \text{ 1/K}$ [Wei05]. Dies lässt auf eine Fehlmessung schließen, da von einer drastischen Änderung des linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten durch eine Reaktionssinterung der Komponenten nicht auszugehen ist. Außerdem zeigen die Messungen eine Oxidationsreaktion der Mischkeramik an Luft bei einer Temperatur von 800 °C , was auch die Untersuchungen von Tampieri [Tam92] belegen, welcher das Oxidationsverhalten von Alumino-TiC-Verbunden untersuchte. Somit ist es nicht auszuschließen, dass bereits bei Temperaturen unterhalb von 800 °C Reaktionen in der Mischkeramik stattfinden, welche das Messergebnis verfälschen können.

5.2 Spannungsmessungen

Anhand vorangegangener XRD-Untersuchungen von Zimmermann konnten Phasen und deren Gitterebenen den Peaks in den röntgenografisch mittels Synchrotronstrahlung gemessenen Spektren zugeordnet werden [Zim10]. Der Vergleich der Spektren mit und ohne äußere Belastung zeigt eine Peakverschiebung im Phasendiagramm unter äußerer Belastung. Dies kann durch eine Dehnung des Kristallgitters unter Last erklärt werden. Dehnt sich das Gitter aus, vergrößert sich der Netzebenenabstand d , welcher über die Bragg-Gleichung vom Beugungswinkel θ abhängig ist. Nach Formel 2-2 wird der Netzebenenabstand also kleiner, wenn der Beugungswinkel größer wird und umgekehrt. Demnach entsprechen die Resultate der Peakverschiebungen in den Spektren unter Zug, Druck und thermischer Belastung den Erwartungen. Da sich das Kristallgitter unter erhöhter Temperatur ausdehnt, vergrößert sich der Netzebenenabstand und die Phasenpeaks verschieben sich nach links in Richtung kleinerer Beugungswinkel. Dasselbe Prinzip trifft auch bei Zugbelastung zu. Wird das Kristallgitter allerdings auf Druck belastet, wird der Netzebenenabstand kleiner und der Beugungswinkel entsprechend größer. Somit verschieben sich die Peaks nach rechts in Richtung größerer Beugungswinkel.

Es zeigt sich, dass erhöhte Temperaturen die größten Peakverschiebungen hervorrufen, was bedeutet, dass sich die Netzebenenabstände im Vergleich zu der mechanischen Belastung am meisten dehnen. Außerdem lassen die Phasendiagramme erkennen, dass Druckbelastung eine größere Peakverschiebung bewirkt als Zugbelastung. Dies lässt sich durch eine additive Überlagerung der Eigenspannungen I. Art mit den Zugbelastungen erklären. Aufgrund von äußeren Zugbelastungen vermindern sich nach Riehle et. al [Rie00] die in der Keramik existierenden Eigenspannungen I. Art, womit die gemessene Gesamtspannung und somit die Peakverschiebung unter Zugbelastung geringer wird. Die existierenden Eigenspannungen in der Schneidkeramik kön-

nen in mechanische Oberflächenspannungen durch die Probenpräparation und in thermische Abkühlspannungen aufgrund der Abkühlung von der Sintertemperatur auf Raumtemperatur aufgeteilt werden. Dabei können die Oberflächenspannungen außer Acht gelassen werden, da bei der röntgenografischen Spannungsermittlung mittels Synchrotronstrahlung über die gesamte Probendicke gemessen wird und somit die thermischen Eigenspannungen mehr ins Gewicht fallen [Sch88]. Da die Spannungen über das Hooke'sche Gesetz proportional mit den Dehnungen verbunden sind, kann die Aussage getroffen werden, dass Temperaturbelastungen die größten und Zugspannungen die geringsten inneren Spannungen hervorrufen. Die Ergebnisse belegen auch die Vermutung, dass die Dehnung der Netzebenenabstände und somit die inneren Spannungen mit thermischer oder mechanischer Belastung ansteigen.

Auswirkungen der thermischen Last

Die Betrachtung der Dehnungsverteilung über die fünf Messpositionen der Rundprobe bei erhöhter Temperatur ergibt, dass alle Positionen, abgesehen von Position 1 dieselbe Dehnung erfahren. Grund dafür ist die Temperatureinbringung an dieser Position über das Zwischenelement. Diese Ergebnisse decken sich mit den Vorversuchen, bei denen die Temperatur in Position 1 um etwa 10 °C höher war als im Rest der Probe. Das bedeutet, dass in einer Rundprobe nur an der Stelle der taktilen Wärmeeinbringung eine höhere Temperatur herrscht und somit auch geringfügig größere Dehnungsänderungen zu erwarten sind.

Der Vergleich der beiden aufgetragenen Temperaturen von 400 und 450°C zeigt eine deutlich höhere Dehnung bei 450°C, was die Annahme bestätigt, dass mit steigender Temperatur in der Schneidkeramik auch die Dehnung proportional ansteigt. Die Erkenntnisse aus den Verschiebungen der Phasenpeaks belegen dieses Ergebnis. Weiterhin ist aus der Dehnungsverteilung der ersten Messreihe über den Messpositionen zu erkennen, dass die Phasen des Titanoxikarbid im Vergleich zu den Aluminiumoxidphasen bei gleicher Temperatur eine höhere Dehnung erfahren. Dies ist zum einen auf die unterschiedliche Gitterstruktur der beiden Phasen zurückzuführen. Da Titanoxikarbid eine kubische Gitterstruktur besitzt, können sich die einzelnen Ebenen gleichmäßig ausdehnen. Bei der rhomboedrischen Struktur von Al_2O_3 ist eine gleichmäßige Ausdehnung nicht gegeben. Zum anderen können sich die geringfügig unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der beiden Phasen noch zusätzlich auf die Dehnungsverteilung in der Mischkeramik auswirken [Bar94].

Alle Messpositionen der Rundprobe wurden in drei verschiedene Richtungen (0°, 45°, 90°) integriert, um eine Aussage darüber treffen zu können, welche Dehnungsrichtung

bei thermischer Belastung von der Mischkeramik bevorzugt wird. Die Ergebnisse zeigen, dass die Mischkeramik sich bei erhöhter Temperatur in alle Richtungen gleichmäßig ausdehnt und somit ein Zustand dreidimensionaler Dehnung herrscht. Die Tatsache, dass während der ersten Temperaturversuche nur zwei verschiedene Temperaturen aufgebracht werden konnten, macht die Ergebnisse nur bedingt aussagekräftig, was dazu führte, dass die Versuche mit einer zweiten Messreihe wiederholt wurden, um die Aussagen zu bestätigen.

Während der zweiten Messreihe wurden jeweils drei Positionen am Biegestab untersucht: die Position oben an der Probe, die neutrale Position in der Mitte des Biegestabes und die Position unten. Die Dehnungsverteilung über die drei Positionen bei 500 und 667°C zeigt einen Dehnungsanstieg von der oberen zur unteren Position. Diese Tatsache deutet auf einen Temperaturgradienten innerhalb der Probe hin. Dies kann zwei Ursachen haben: Zum einen hat die erhitzte Probe eine vollkommen andere Geometrie. Die Rundprobe ist im Gegensatz zum Biegestab symmetrisch, was eine gleichmäßige Wärmeverteilung begünstigt. Zum anderen hat die Biegeprobe andere Auflagen als die Rundprobe im ersten Aufbau. Die Rundprobe wird durch drei wärmeisolierende Stealitstäbe mit einer Wärmeleitfähigkeit von 2-3 W/mK gehalten, wobei die Biegeprobe zwischen vier Inconelrollen mit einer Wärmeleitfähigkeit von 23 W/mK liegt [Sei00], welche nicht symmetrisch angeordnet sind. Wie beim Vierpunkt-Biegeversuch vorgeschrieben, ist der Abstand zwischen den oberen Rollen kleiner als zwischen den unteren, was den größeren Temperaturverlust in der Druckposition erklären kann. Allerdings zeigt dieses Ergebnis, dass die Probengeometrie und die Probenhalterung einen nicht unerheblichen Einfluss auf die Dehnungsverteilung und somit auf die Wärmeausbreitung in der Probe unter Temperaturbelastung haben. Da die Schneidkeramik beim Hartdrehen jedoch rund und somit symmetrisch ist, sollte es nur sehr geringe Temperatur- und somit auch keinen Dehnungsgradienten innerhalb der Probe geben. Abgesehen davon können die Ergebnisse der ersten Versuchsreihe bestätigt werden, denn auch die Ergebnisse der zweiten Messreihe zeigen eine höhere Dehnung bei 667 °C als bei einer Temperatur von 500°C. Die Resultate zeigen, dass die Ti(O,C)-Phase mit der Gitterebene (200) die größte Dehnung aufweist, was wiederum auf die Gitterstruktur und die unterschiedlichen linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Phasen zurückzuführen ist. Wird die Dehnung nicht über den Messpositionen, sondern über der aufgetragenen Temperatur aufgetragen, zeigt sich deutlich die lineare Steigung der Dehnung mit Zunahme der Temperatur. Da ein linearer Verlauf bei zwei Messpositionen nur vermutet werden kann, wurde der Versuch bei vier Temperaturen wiederholt und folglich konnte die Annahme der linearen Steigung der Dehnung mit

zunehmender Temperatur bestätigt werden. Auffällig ist jedoch die erhöhte Dehnung der Gitterebene (200) der Titanoxikarbidphase. Alle anderen Phasen, darunter auch die zweite untersuchte Ti(O,C)-Ebene, liegen exakt auf einer Linie, was bedeutet, dass die Dehnung in allen Phasen gleich groß ist. Grund für diese Anomalie kann eine Verunreinigung der Probe sein, ein Fehler in der Herstellung oder ein Fehler bei der Durchführung der Eigenspannungsmessung. Eine genaue Aussage kann jedoch ohne weitere Untersuchungen des Materials nicht getroffen werden.

Wie aufgrund der Proportionalität der Dehnung zur Spannung über das Hooke'sche Gesetz zu erwarten war, spiegeln die Spannungsverläufe die Dehnungsverläufe wider. Vergleicht man jedoch die beiden Versuche der ersten und der zweiten Messreihe, zeigt sich ein Unterschied in den Spannungen. Bei der ersten Messreihe ergab sich bei 450 °C eine innere Spannung von 800 MPa, wobei die Biegeprobe der zweiten Messreihe bei einer höheren Temperatur von 500 °C nur 260 MPa und bei einer Temperatur von 667 °C nur 400 MPa aufweist. Die Ursache für diesen gravierenden Unterschied kann einerseits wiederum auf die Probengeometrie und die Probenhalterung zurückgeführt werden. Die symmetrische Rundprobe wurde vor den Messungen von allen Seiten geschliffen, was bereits herstellungsbedingte Eigenspannungen in der Oberfläche der Probe vermuten lässt. Die Biegeprobe wurde zwar auf den vier langen Seiten geschliffen, aber nur auf einer Seite poliert. Da sich thermische Dehnungen und Zugdehnungen im Phasendiagramm beide in die Richtung kleinerer Beugungswinkel verschieben, kann die Vermutung aufgestellt werden, dass thermische Spannungen sich genauso wie die Zugspannungen mit den Eigenspannungen I. Art überlagern und sich zum Teil aufheben. Somit bilden sich in der Rundprobe mit höheren Eigenspannungen, aufgrund der allseitigen Probenpräparation, weniger innere Spannungen bei einer thermischen Belastung aus. Zum anderen konnte die Temperatur während der ersten Messreihe am DESY nicht in-situ mit gemessen werden. Es wäre also im Bereich des Möglichen, dass die Temperaturen der Vorversuche nicht exakt den Temperaturen während der Eigenspannungsmessungen entsprechen. Die Tatsache, dass die Temperaturen der zweiten Vorversuche durch die Messbedingungen im Messraum der TUHH geringer ausfielen als während der in-situ Messungen am DESY im abgeschlossenen Raum, belegt diese Annahme zusätzlich.

Auswirkungen der mechanischen Last

Bei einer initiierten Biegespannung von 195 MPa und einer Integration der Beugungsbilder in 0°-Richtung zeigt sich ein linearer Dehnungsverlauf von der Zug- zur Druckposition. Dabei resultiert aus derselben Biegespannung in der Zugposition eine positive

und in der Druckposition eine negative Dehnung. Dies ergibt sich auch aus den Peakverschiebungen. Die Dehnungen werden aus der Differenz der Beugungswinkel, der Referenzposition und der Position unter Last berechnet. Unter Zugbelastung verschieben sich die Peaks, wie bereits beschrieben, nach links, womit die Differenz der Beugungswinkel ($\theta_0 - \theta$) positiv wird und somit auch die daraus berechnete Dehnung. Umgekehrt verschieben sich die Peaks unter Druck nach rechts, womit die Differenz der Beugungswinkel und damit auch die resultierende Dehnung negativ werden. Wie aus der Mechanik bekannt, wird beim Biegeversuch die neutrale Faser nicht belastet [Rös08]. Die ermittelte Dehnungsverteilung belegt diese These. Anders als bei den Temperaturversuchen, werden bei den Biegeversuchen der ersten Messreihe alle betrachteten Phasen von Aluminiumoxid und Titanoxikarbid gleichmäßig belastet. Keine Phase wird bei einer Biegespannung von 195 MPa auffällig mehr gedehnt als eine andere. Es ist zu vermuten, dass dies an der zweidimensionalen Dehnungsbelastung liegt. Unter erhöhter Temperatur werden alle Gitterabstände gleichmäßig ausgedehnt. Unter ebener Dehnung dagegen, können die Gitter sich nur in einer Ebene bewegen und zwar orthogonal zur Belastungsebene. Ein weiterer Grund dafür kann auch die geringe Belastung von 195 MPa sein. Es ist möglich, dass sich die Phasen erst ab einer bestimmten Belastung unterschiedlich ausdehnen, da es logisch erscheint, dass sich die Netzebenenabstände von Al_2O_3 und $\text{Ti}(\text{O},\text{C})$ bis zu einem gewissen Punkt gleichmäßig dehnen. Anders als bei den Dehnungen unter erhöhter Temperatur, welche sich in alle Richtungen gleich ausdehnen, zeigen sich gegenläufige Dehnungen unter Biegebelastung in unterschiedlichen Integrationsrichtungen. Bei einer Integration der Beugungsbilder in 90° -Richtung ergibt sich eine negative Dehnung unter Zug und eine positive Dehnung unter Druckbelastung. Die gegenläufige Dehnung lässt sich durch die Querkontraktion des Gitters erklären.

Die Ergebnisse der zweiten Messreihe spiegeln die Resultate der ersten Messreihe wider, denn auch der Verlauf der Dehnungen über den fünf Messpositionen der zweiten Versuchsreihe ist linear, auch bei einer doppelt so großen Biegespannung von 400 MPa. Die Trendlinie durch die Messpunkte der Positionen verläuft steiler als die der ersten Messreihe, was darauf hindeutet, dass eine höhere Biegespannung auch höhere Dehnungen hervorruft. Dabei zeigt sich wiederum eine höhere Dehnung unter Druck- als unter Zugbelastung, was mit einer Überlagerung der Eigenspannungen I. Art mit der Zugbelastung zu erklären ist [Rie00]. Auch hier zeigt sich, wie erwartet, in der neutralen Faser keine Dehnung.

In den beiden äußersten Messpunkten der Dehnungsdarstellung über den Messpositionen der zweiten Messzeit erkennt man eine Dehnungsverteilung der einzelnen Pha-

sen. Interessant ist, dass sich die Ti(O,C)-Ebene (111) und die Al₂O₃-Ebene (116) in der Zug- und Druckposition exakt gegenläufig verhalten. In der ersten Messzeit ist dieser Effekt nicht zu erkennen, wahrscheinlich, aufgrund der Verwendung unterschiedlicher Proben oder wie vermutet, aufgrund einer zu geringen Belastung von nur 195 MPa. In der ersten Messreihe wurden nicht ausgelagerte C15-Proben für die Biegeversuche verwendet, in der zweiten Messreihe dann ausgelagerte C15A5-Proben, welche eine in-situ TiC-schicht aufweisen.

Auch beim Biegeversuch sind die Spannungen aufgrund des Hooke'schen Gesetzes proportional zu den gemessenen Dehnungen. Die inneren Spannungen bei einer Biegespannung von 195 MPa verlaufen linear von +150 MPa unter Zugbelastung, bis -150 MPa unter Druckbelastung. Dagegen zeigen sich in der zweiten Messreihe bei einer Biegespannung von 400 MPa eine Zugspannung von 370 MPa und eine Druckspannung von 590 MPa. Auch diese Tatsache lässt sich auf die Überlagerung der Zugspannungen I. Art mit den Eigenspannungen I. Art zurückführen [Rie00].

Werden die Dehnungen der Zug- und der Druckposition in einem Diagramm über der initiierten Biegespannung aufgetragen, zeigt sich, dass die beiden Belastungsarten sich tatsächlich gegenläufig verhalten. Außerdem steigt der Betrag der Dehnung mit Zunahme der Biegespannung. In dieser Art der Darstellung erkennt man deutlicher, dass die Dehnungen unter Zugbelastung flacher verlaufen als die Dehnungen unter Druckbelastung. Allerdings verhalten sich alle betrachteten Phasen der untersuchten Keramiken bis 195 MPa gleich. Keine Phase oder Gitterebene dehnt sich merklich mehr als eine andere.

Während der zweiten Messreihe wurden die Biegeversuche noch einmal durchgeführt und zwar mit sechs verschiedenen Biegespannungen von 100 bis 600 MPa. Während der ersten Messreihe konnten auf die C15-Proben nur Biegespannungen bis 195 MPa aufgebracht werden, darüber hinaus sind alle Proben zerbrochen. Grund dafür, dass die Biegeproben der zweiten Messreihe höheren Biegebelastungen standgehalten haben ist, dass die Proben zusätzlich einem Auslagerungsprozess unterzogen wurden, womit sie an Biegefestigkeit gewonnen haben, was die Ergebnisse von Püschel [Püs05] belegen. Abgesehen davon verläuft die Trendlinie der Zugspannung der C15A5-Proben der zweiten Messreihe, genau wie schon bei den C15-Proben der ersten Messreihe, etwas flacher. Vergleicht man die Spannungen der ersten und der zweiten Versuchsreihe bei 200 MPa, erkennt man, dass die Spannungen der zweiten Versuchsreihe etwas höher sind und zwar im Zug- und im Druckbereich. Dies ist ebenfalls als Folge der Festigkeitssteigerung nach der Auslagerung zu begründen.

Die Ergebnisse der zweiten Versuchsreihe ergaben dieselben Erkenntnisse, wobei hier festzustellen war, dass ab einer Biegespannung von 300 MPa die Phasen von Al_2O_3 mit der Gitterebene (116) und die Phasen von Ti(O,C) mit der Gitterebene (111) sich in der Dehnung unterscheiden. Es wird deutlich, dass die Aluminiumoxidphase bei Zug- und Druckbelastung jeweils die kleinere Dehnung aufweist. Somit zeigen die unterschiedlichen Phasen ein ähnliches Verhalten wie unter Temperaturbelastung. Aluminiumoxid kann sich aufgrund der rhomboedrischen Gitterstruktur weniger ausdehnen als Titanoxikarbid. Generell weisen Materialien mit höherem Elastizitätsmodul höhere Steifigkeiten auf, was auch im Fall von TiC mit einem E-Modul von 435 GPa und Al_2O_3 mit einem E-Modul von 387 GPa zutrifft [Eig10]. Übertragen auf die inneren Spannungen zeigen sich Unterschiede in den einzelnen Phasen unterscheiden. Bei einer Druckbelastung von 600 MPa bedeutet dies einen Unterschied zwischen der (116)-Gitterebene von Al_2O_3 und der (111)-Gitterebene von Ti(O,C) von 140 MPa.

Überlagerung von thermischer und mechanischer Last

Die gekoppelten Versuche bei einer Temperatur von 500 °C und drei verschiedenen Biegespannungen zeigen die Dehnung über der Temperatur aufgetragen und zwar für die beiden Positionen Zug und Druck. Betrachtet man nur die Trendlinien der beiden Positionen, spiegeln sich die Verläufe der reinen Biegeversuche wider. Durch die zusätzlich aufgebrachte Temperaturbelastung werden die Messpunkte in Richtung positiver Dehnung nach oben verschoben. Diese Erkenntnis zeigen auch die Ergebnisse der reinen Temperaturversuche, da mit zunehmender Temperatur auch die Dehnung zunimmt. Des Weiteren zeigt sich, dass der Verlauf der Dehnungen in den Zugpositionen sehr flach ist und auch nur eine geringe Steigung im Vergleich zum Verlauf der Druckpositionen hat. Diese Erkenntnis wird durch die Beträge der beiden Steigungen der Trennlinien unterstrichen. Wie bereits bei den Druckversuchen erklärt, überlagern sich die Eigenspannungen der Keramik mit den Spannungen unter Zug, womit die Zugspannungen geringer ausfallen [Rie00].

Die Spannung wird aufgrund der thermischen Überlagerung über den dreidimensionalen Dehnungszustand berechnet, genau wie die reinen Temperaturspannungen. Da auch in diesem Fall das Hooke'sche Gesetz greift, verlaufen die Spannungen in dem Diagramm identisch mit den Dehnungen. Somit erzeugt in dem gekoppelten Versuch eine Temperatur von 500 °C eine innere Spannung von 400 MPa. Vergleicht man dieses Ergebnis mit den reinen Temperaturversuchen, wurden dort bei 500 °C nur Spannungen von 260 MPa erreicht, obwohl die Probenzusammensetzung und Probenform identisch waren. Da der Versuchsaufbau sich nicht geändert hat, gibt es noch eine

Erklärung für diesen Unterschied. Da festgestellt wurde, dass der Sintervorgang eventuell instabil ist und die beiden verwendeten Proben nicht im selben Tiegel gesintert wurden, ist es möglich, dass die beiden Proben sich unter Temperatur unterschiedlich verhalten. Um genau Aussagen darüber treffen zu können, sind allerdings noch weitere Untersuchungen notwendig.

Der Vergleich der Dehnungen des gekoppelten Versuchs mit denen des reinen Biegeversuchs beweist die Annahme, dass durch eine zusätzliche Temperaturbelastung die Messpunkte der Biegespannungen in Richtung positiver Dehnung verschoben werden. Hierbei werden die Biegespannungen von 100, 200 und 300 MPa aufgetragen, um einen exakten Vergleich der Verläufe zu erhalten. Erstaunlich ist, dass die Steigungen der beiden Trendlinien der Druckverläufe exakt übereinstimmen, was zeigt, dass sich das Dehnungsverhalten auch unter zusätzlicher Temperaturbelastung nicht ändert. Die Trendlinie der Zugmesspunkte dagegen verläuft unter zusätzlicher Temperaturbelastung etwas flacher, was die Vermutungen im vorherigen Abschnitt bestätigt, dass die Spannungen unter Zug sich mit den Eigenspannungen I. Art überlagern. In dieser Art der Darstellung zeigt sich, dass sich die Dehnungen unter Zug und Temperatur addieren, wobei sich die Dehnungen von Druck und Temperatur gegenläufig sind. Dies entspricht den Erkenntnissen aus den Peakverschiebungen. Die Phasenpeaks verschieben sich unter Zug und Temperatur in dieselbe Richtung, unter Druck dagegen verschieben sich die Peaks nach rechts und bewirken eine negative Dehnungen. Trägt man die Spannungen über der Biegebelastung auf, erkennt man, wie erwartet, denselben Verlauf wie bei der Dehnungsdarstellung. Betrachtet man diese Ergebnisse hinsichtlich des Hartdrehens, wobei die Schneidkeramik hauptsächlich durch Temperatur- und Druckspannungen belastet wird, zeigt sich, dass diese beiden Belastungsarten einander entgegenwirken und sich teilweise aufheben. Dies zeigt ein Vergleich der Spannungen bei einer reinen Druckbelastung von 300 MPa und gekoppelter Belastung bei 300 MPa und einer Temperatur von 500 °C. Bei reiner Druckbelastung erfährt die Keramik innere Druckspannungen von 420 MPa. Wird zusätzlich eine Temperaturbelastung von 500 °C aufgebracht, sinken die Druckspannungen auf 140 MPa, was eine erhebliche Differenz von 280 MPa darstellt. Bei den Zugspannungen ist die Differenz etwas geringer und außerdem für die Anwendungen beim Hartdrehen ohne Belang.

Entsprechend diesen Ergebnissen wird angenommen, dass eine gekoppelte Belastung aus Druck und Temperatur im Zerspanprozess der Schneidkeramik nicht schadet, sondern sogar zuträglich ist.

5.3 Ausblick

Die Auswertungen der experimentellen röntgenografischen Eigenspannungsmessungen haben gezeigt, dass unter verschiedenen Belastungsarten unterschiedliche Dehnungen in der Schneidkeramik entstehen. Erhöhte Temperatur ergab die höchsten inneren Spannungen in der Schneidkeramik. Um diese Spannungen genauer untersuchen zu können, empfehlen sich Versuche mit einem am DESY verfügbaren Dilatometer, welches die Möglichkeit einer induktiven Erwärmung bietet. Durch eine spezielle Form der Induktorspirale ermöglicht das Dilatometer die Durchführung röntgenografischer Messung in Transmission. Die Ergebnisse der Probencharakterisierung in Bezug auf die elektrischen Eigenschaften ergeben die Möglichkeit einer induktiven Erwärmung der Mischkeramik. Außerdem könnte damit erneut der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient bestimmt werden und zusätzlich wäre es möglich das Oxidationsverhalten und die dabei ablaufenden Phasenumwandlungen röntgenographisch zu analysieren.

Abgesehen von den gewonnenen Erkenntnissen über die Spannungszustände der Schneidkeramik unter äußerer Belastung kamen auch neue Fragen bezüglich der Spannungsverteilung innerhalb der einzelnen Phasen unter Belastung auf. Es ist noch unklar, wie genau sich welche Gitterebenen der beiden Hauptphasen Al_2O_3 und $\text{Ti}(\text{O},\text{C})$ unter mechanischer oder thermischer Belastung verhalten. Mit der röntgenographischen Methode lassen sich vorrangig die Lastspannungen 1. Art bestimmen, welche über die gesamte Mischkeramik homogen verteilt sind. Eine weitere Arbeit, eventuell auch hinsichtlich der Simulation des Problems, wird an dieser Stelle empfohlen. Auch die Frage des Einflusses der Probengeometrie und der Probenhalterung auf die Spannungs-Dehnungsverteilung bleibt noch ungeklärt. Außerdem ist der Unterschied zwischen Zug- und Druckspannungen bei gleicher Biegebeanspruchung genauer zu untersuchen.

Als Konsequenz dieser Arbeit, lässt sich die Aussage treffen, dass die mechanischen und thermischen Belastungen während eines Zerspanprozesses innere Spannungen in der Schneidkeramik verursachen. Es zeigte sich allerdings, dass sich Druck- und Temperaturspannungen gegenseitig aufheben und sich nicht addieren. Da die bisherigen Messungen den Drehprozess nur im Ansatz simulierten, soll zukünftig ein dynamischer Messaufbau gestaltet werden, mit dem dynamische Reibversuche während der Eigenspannungsmessung durchgeführt werden können, um die Schneidkeramik hinsichtlich einer Verschleißreduktion weiter verbessern zu können.

6 Zusammenfassung

Diese Arbeit befasst sich mit der röntgenografischen Eigenspannungsmessung an einer reaktionsgesinterten C15A5-Schneidkeramik. Ausgehend von der Annahme, dass die thermischen und mechanischen Belastungen während des Hartdrehens in der Mischkeramik innere Spannungen verursachen, wurden diese Belastungen durch drei Versuchsaufbauten simuliert und die Eigenspannungen mittels Synchrotronstrahlung gemessen. Ein Verständnis der inneren Spannungsverteilung während der Hartbearbeitung von Stahl ermöglicht eine Anpassung der Keramik an die geforderte Verschleißbeständigkeit.

Zunächst wurden Rund- und Biegeproben hergestellt. Dazu wurde die vorgegebene Pulvermischung in organischen Mahlmedien attritiert, getrocknet und zweistufig zu Grünkörpern gepresst. Anschließend wurden die gepressten Proben reaktionsgesintert und zur Modifikation der Oberfläche ausgelagert.

Die Untersuchungen der Partikelgröße, der elektrischen Leitfähigkeit, der Biegefestigkeit und der Mikrostruktur dienten der Charakterisierung der hergestellten Proben. Außerdem wurden die röntgenografischen Elastizitätskonstanten und der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient bestimmt.

Um die thermischen und mechanischen Belastungen auf die Schneidkeramik während eines Drehprozesses simulieren zu können, wurden drei Versuchsaufbauten gefertigt. Zu den mechanischen Belastungen gehören Schnitt- und Radialkräfte im Bereich von 50-200 N, die auf sehr kleine Kontaktflächen der Schneidkeramik wirken und so zu Druckspannungen führen. Diese Druckspannungen wurden mit einem eigens hergestellten Druckaufbau simuliert. Außerdem wurde der Aufbau mit einer Biegezelle zur gleichzeitigen Aufbringung von Zug- und Druckspannungen modifiziert.

Durch die plastischen Verformungen im Werkstück an der Schneidzone entstehen sehr hohe Temperaturen im Bereich von 500-1500 °C. Um die thermischen Belastungen in die Schneidkeramik einbringen zu können, wurde ein Temperaturaufbau gefertigt, bei dem die zylindrische Keramikprobe taktill über ein Zwischenelement mit einer Wolfram-Halogenlampe erhitzt wurde.

In einem dritten Aufbau wurden die Biegeproben über keramische Heizelemente taktill erhitzt, um Biegespannungen und Temperatur gleichzeitig in die Probe einzubringen.

Die röntgenografischen Eigenspannungsmessungen wurden am DESY in Hamburg mit hochenergetischer Synchrotronstrahlung durchgeführt. Nach den eigentlichen Messungen wurde eine Datenauswertung über einzelne Sektoren der Beugungsbilder mit einer geeigneten Software durchgeführt. Die Beugungsbilder lieferten Informationen über die Gitterdehnungen, mit denen die inneren Spannungen unter verschiedenen Belastungen über das Hooke'sche Gesetz berechnet werden konnten.

Die Messungen unter reiner Temperaturbelastung ergaben eine positive Dehnung der Kristallgitter, welche proportional zur Temperaturzunahme ansteigt, das heißt, die Netzebenenabstände im Gitter werden größer und proportional dazu auch die inneren Spannungen der Keramik.

Zug- und Druckbelastungen erwirken gegenläufige Dehnungen, wobei Zugbelastung, wie die Temperaturbelastung, positive Dehnungen bewirkt. Druckbelastungen dagegen ergeben negative Dehnungen, das heißt, die Netzebenenabstände werden geringer. Auch hier steigen die Dehnungen proportional zur Belastung genauso wie die inneren Zug- und Druckspannungen.

Bei einem Vergleich der drei Belastungsarten zeigte sich, dass thermische Belastung die größten inneren Spannungen verursacht, gefolgt von Zugbelastung und schließlich Druckbelastung. Eine Kopplung der mechanischen und thermischen Belastungen zeigte, dass sich Temperatur- und Zugbelastungen addieren, sich Temperatur- und Druckbelastungen dagegen aufheben.

Die Annahme, dass als Folge einer Kopplung der thermischen und mechanischen Belastung beim Hartdrehen hoher Werkzeugverschleiß auftritt, wird hier nicht angezweifelt, lässt sich aber nicht auf eine Koppelung der inneren Spannungen aus den beiden Belastungen zurückführen, da die sich gegenseitig aufheben und nicht, wie vermutet, verstärken.

Quellenverzeichnis

- [Amo75] **J.L. Amoros, M.J. Buerger, M.C. Amoros:** *Laue Method*. Cambridge University Press, Cambridge (1975).
- [Ask96] **D.R. Askeland:** *Materialwissenschaften*. Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg (1996).
- [Bac12] **Bach Resistor Ceramics GmbH.** URL: <http://www.bachrc.de> (abgerufen am 11.04.2012).
- [Bar94] **H.-J. Bargel et.al:** *Werkstoffkunde, 6. Auflage*. VDI Verlag GmbH, Düsseldorf (1994).
- [Bat86] **K.J. Bathe:** *Finite Elemente Methoden*. Springer Verlag, Berlin (1986).
- [Bue77] **M.J. Buerger:** *Kristallographie*. Walter der Gruyter, Berlin (1977).
- [Cak11] **A. Cakan:** *Real-time monitoring of flank wear behavior of ceramic cutting tool in turning hardened steels*. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Nr. 52 S.897–903 (2011).
- [Cla76] **N. Claussen:** *Fracture toughness of Al_2O_3 with an unstabilized ZrO_2 dispers phase*. Journal of the. American Ceramic Society, Nr. 59 (1976).
- [Cla96] **N. Claussen, D.E. Garcia, R. Jansen:** *Reaction sintering of alumina aluminate alloys*. Journal of Material Research, Nr. 11, S. 2884-2888 (1996).
- [Cul78] **B.D. Cullity:** *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing company Inc., London (1978).
- [Czi04] **H. Czichos, M. Hennecke:** *Das Ingenieurwissen, 32. Auflage*. Springer Verlag, Berlin (2004).
- [DES00] **DESY:** URL: <http://www.desy.de> (abgerufen am 20.03.2012).

- [Dur10] **J.S. Dureja, V.K. Gupta, V.S. Sharma, M. Dogra:** *Wear mechanisms of coated mixed-ceramic tools during finish hard turning of hot tool die steel.* Journal of Mechanical Engineering Science, Nr. 224 S.183–193 (2010).
- [Eig90] **B. Eigenmann:** *Röntgenographische Analyse inhomogener Spannungszustände in Keramiken, Keramik-Metall-Fügeverbindungen und dünnen Schichten.* Dissertation Universität Karlsruhe (1990).
- [Fri97] **C. Friedrich, G. Berg, E. Broszeit, C. Berger:** *Datensammlung zu Hartstoffeigenschaften.* Materialwissenschaft und Technik 28, Nr. 2 (1997).
- [Frü05] **J. Frühauf:** *Werkstoffe der Mikrotechnik.* Fachbuchverlag Leipzig im Carl Hanser Verlag (2005).
- [Gib04] **J. Gibmeier:** *Zum Einfluss von Last- und Eigenspannungen auf die Ergebnisse instrumentierter Eindringhärteprüfungen.* Kassel University Press GmbH, Kassel (2004).
- [God02] **D. Godlinski:** *Herstellung und Eigenschaften feinstkörniger und defektarmer Al₂O₃-Keramik.* Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 5 Nr. 667, VDI-Verlag, Düsseldorf (2002).
- [Gon01] **J. Gong, H.Miao, Z. Zhao:** *The influence of TiC-particle-size of the fracture toughness of Al₂O₃-30 wt.% TiC composites.* Journal of European Ceramic Society 21, page 2377-2381 (2001).
- [Hau82] **V. Hauk, E. Macherauch:** *Eigenspannungen und Lastspannungen, Moderne Ermittlung-Ergebnisse-Bewertung.* Carl Hanser Verlag München, HTM Beiheft (1982).
- [Kol91] **H. Kolaska, D. Kassel:** *Schneidkeramik – Einsatzgebiete und Marktdaten.* Metall 45, Jahrgang Heft 4 45, Nr. 4 S380-383 (1991).
- [Lin04] **H. Lindner, H. Brauer, C. Lehmann:** *Taschenbuch der Elektrotechnik und Elektronik.* Carl Hanser Verlag, Leipzig (2004).
- [Mac73] **E. Macherauch, H.Wohlfahrt, U. Wolfstieg:** *Zur zweckmäßigen Definition von Eigenspannungen.* HTM 28 (1973).

- [Mac83]** E. Macherauch, V. Hauk: *Eigenspannungen, Band 1*. Deutsche Gesellschaft für Metallkunde e.V. (1983).
- [Man10]** T. Manns: *Analyse oberflächennaher Eigenspannungszustände mittels komplementärer Beugungsverfahren*. Dissertation Universität Kassel (2010).
- [Oph98]** L. Ophey: *Trockenbearbeitung. Bearbeitung metallischer Werkstoffe ohne Kühlschmierstoffe*. Band 548, S.109, Expert-Verlag, Renningen-Malmsheim (1998).
- [Pet91]** A. Petzold, J. Ulbricht: *Aluminiumoxid: Rohstoff, Werkstoff, Werkstoffkomponente*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie GmbH, Leipzig (1991).
- [Püs05]** A Püschel: *Randzonenmodifikation aluminothermisch hergestellter Mischkeramiken zur Hartbearbeitung*. Dissertation TUHH, Shaker Verlag, Hamburg (2005).
- [Qui09]** J.J. Quinn, K.-S. Yi: *Solid State Physics – Principles and Modern Applications*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2009).
- [Rie00]** M. Riehle, E. Simmchen: *Grundlagen der Werkstofftechnik, 2. Auflage*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Stuttgart (2000).
- [Rös08]** J. Rösler, H. Harders, M. Bäker: *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. 3. Aufl. Vieweg Teubner Verlag (2008).
- [Sch11]** K. Schier: *Finite Elemente Modelle der Statik und der Festigkeitslehre*. Springer Verlag Heidelberg (2011).
- [Sch88]** S. Schmauder: *Über die Fehler bei der Eigenspannungsberechnung in keramischen Werkstoffen*. Vortrag: Festigkeitsseminar über keramische Verbundwerkstoffe, Stuttgart (1988).
- [Sch96]** J. Schneider: *Schneidkeramik*. Verlag Moderne Industrie, Landsberg/ Lech (1996).
- [Sei00]** W. Seidel: *Werkstofftechnik, 4. Auflage*. Carl Hanser Verlag, München (2000).

- [Tam92] **A. Tampieri, A. Bellosi:** *Oxidation Resitance of Alumino-Titanium Nitride and Alumino-Titanium Carbide Composites.* Journal of the American Ceramic Society 75 (1977).
- [Tön93] **H.K. Tönshoff:** *Werkzeuge für die moderne Fertigung: Möglichkeiten zur Rationalisierung in der spanenden Fertigung.* Expert-Verlag (1993).
- [Uhl11] **E. Uhlmann, S. Richarz, J.A. Oyanedel Fuentes:** *Hartdrehen von PM-Schnellarbeitsstahl.* Diamond Business, Heft 36, S. 10-19 (1/2011).
- [Wai07] **R.A. Waikar, Y.B. Guo:** *Residual Stress Evolution and Mechanical state of Hard Machined Components in Sliding Contact.* Tribology Transactions, 50 S. 531–539 (2007).
- [Wei05] **K. Weinert:** *Spanende Fertigung, 4. Ausgabe.* Vulkan-Verlag GmbH (2005).
- [WEL12] **Welt der Physik:** URL: <http://www.weltderphysik.de> (abgerufen am 20.03.2012).
- [Zah02] **J. Zhao, X. ai, X.P. Huang:** *Relationship between the thermal shock behaviour and the cutting performance of a functionally gradient ceramic tool.* Journal of Material Processing Technology, Nr. 129, S. 161-166 (2002).
- [Zim07] **K. Zimmermann, G.A. Schneider, A.K. Bhattacharya, W. Hintze:** *Surface Modification of Al₂O₃/Tic Cutting Ceramics.* Journal of the American Ceramic Society 90 (2007).
- [Zim10] **K. Zimmermann:** *In-situ-beschichtete Schneidkeramik, Processing und Charakterisierung.* Cuvillier Verlag, Göttingen (2010).
- [Zin11] **W. Zinth, U. Zinth:** *Optik – Lichtstrahlen – Wellen – Photonen.* Oldenbourg Verlag, München (2011).

Anhang

A – Datenblatt Mar-Detektor

B – Datenblatt Hexapod

C – Datenblatt Perkin-Elmer-Detektor

D – Fit2d Programm