



Fachbereich Angewandte Ingenieurwissenschaften

Morlauterer Str. 31
67657 Kaiserslautern

Abschlussbericht FHprofUnd 2008

Mechanische Eigenschaften galvanisch hergestellter Mikroproben für die Auslegung von Mikrozahnrädern

„Forschung an Fachhochschulen mit Unternehmen“

FKZ: 1713X08

Projektleitung: Prof. Dr.-Ing. J.E. Hoffmann

Mitwirkende Dozenten: Prof. Dr. rer. nat. M. Saumer
Prof. Dr.-Ing. H. Clemens

Projektbearbeitung: Dipl.-Ing. (FH) Martin-Tobias Schmitt

Laufzeit des Vorhabens: 01.07.2008 bis 31.06.2011

Projektpartner: **Micromotion GmbH**
Mainz-Gonsenheim
SincoTec Bauteil-Prüftechnik GmbH
Clausthal-Zellerfeld
Technische Universität Kaiserslautern
Institut für Oberflächen- und Schichtanalytik
(IFOS)

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	5
2	Kenntnisstand.....	6
3	Probenherstellung und Werkstoff.....	10
3.1	Mikroprobengeometrie.....	10
3.1.1	Probengeometrie Mikrozugversuch.....	10
3.1.2	Probengeometrie Mikrobiegeschwingversuch.....	12
3.2	Werkstoff.....	17
3.3	Galvanische Verfahren.....	18
3.3.1	Abscheidung von Schichten.....	21
3.3.2	Mikroproben Herstellung nach dem Direkt-LIGA-Verfahren.....	21
3.4	Probenpräparation	25
3.4.1	Glühen	25
3.4.2	Probenentnahme zur Gefügeanalyse und instrumentierten Eindringprüfung....	25
3.4.3	Einbetten, Schleifen, Polieren und Ätzen	26
3.4.4	Mikroprobennachbearbeitung für Mikrozugversuch und Mikrobiegeschwingprüfung.....	27
3.5	Übersicht der gefertigten Proben.....	32
3.5.1	Probenbezeichnung.....	32
3.5.2	Übersichtsplan	33
4	Versuchstechnik	34
4.1	Mikrostrukturelle Untersuchungseinrichtungen.....	34
4.1.1	Lichtmikroskopie.....	34
4.1.2	Rasterkraftmikroskopie	34
4.1.3	Rasterelektronenmikroskopie.....	35
4.1.4	Transmissionselektronenmikroskopie.....	35
4.1.5	Röntgendiffraktometrie.....	35
4.2	Mechanisch-technologische Prüfeinrichtung.....	37
4.2.1	Instrumentierte Eindringprüfung.....	37
4.2.2	Mikrozugversuch	37
4.2.3	Mikrobiegeschwingversuch	38
5	Gefügecharakterisierungsmethoden	39
5.1	Bestimmung des Eisengehalts.....	39

5.2	Bestimmung der Korngröße mittels Linienschnittverfahren aus mikroskopischen Bildern.....	39
5.3	Röntgenografische Bestimmung von Korngröße und Gitterverzerrung.....	40
5.4	Röntgenografische Bestimmung der Textur.....	51
6	Mechanisch-technologische Charakterisierungsmethoden.....	56
6.1	Instrumentierte Eindringprüfung.....	56
6.1.1	Kenngößen.....	56
6.1.2	Definition der Messpunktpositionen.....	57
6.2	Mikrozugversuch.....	59
6.2.1	Optimierung Mikrozugprüfmaschine	59
6.2.2	Kenngößen Mikrozugversuch	65
6.3	Mikrobiegeschwingversuch.....	66
6.3.1	Modifikation Mikrobiegeschwingprüfmaschine	66
6.3.2	Kraft-Weg-Kalibrierung.....	69
6.3.3	Auswerteverfahren Mikrobiegeschwingversuch.....	70
7	Ergebnisse	72
7.1	Gefüge unterschiedlich gefertigter Mikroproben.....	72
7.1.1	Eisengehalt der Mikroproben	72
7.1.2	Korngröße der Mikroproben	72
7.1.3	Gitterverzerrung der Mikroproben.....	74
7.1.4	Textur der Mikroproben.....	74
7.1.5	Korngröße geglühter Mikroproben.....	75
7.1.6	Gitterverzerrung geglühter Mikroproben	78
7.1.7	Textur geglühter Mikroproben	79
7.2	Mikrohärtezustände und Endringmodul	82
7.2.1	Martenshärte und Eindringmodul der Mikroproben	82
7.2.2	Martenshärte geglühter Mikroproben	83
7.2.3	Untersuchungen an Mikrozahnradern.....	85
7.3	Mikrozugversuch.....	92
7.4	Mikrobiegeschwingversuch.....	95
8	Diskussion.....	97
8.1	Einfluss der Gefügeparameter auf die Martenshärte	97
8.2	Vergleich zwischen Mikrozugversuch und instrumentierter Eindringprüfung	102
8.3	Bruchflächen Mikrozugversuch.....	107

9	Verwertbarkeit der Ergebnisse und Erfahrungen	108
10	Erfolgte oder geplante Publikationen der Ergebnisse	110
11	Anhang.....	111
11.1	Formelzeichen und Abkürzungen	111
11.1.1	Lateinische Symbole.....	111
11.1.2	Griechische Symbole	112
11.1.3	Abkürzungen	112
11.2	Literaturverzeichnis	113

I Einleitung

Kernpunkt der Aufgabenstellung ist, mechanisch-technologische Daten für die optimale Auslegung von Mikrobauteilen aus galvanisch erzeugten nanokristallinen Nickel-Eisen-Legierungen zu erarbeiten. Wesentlich ist dabei die Fragestellung: Mit welchen Werkstoff- oder Prozessparametern lassen sich in der Fertigung geeignete Mikrobauteilzustände für optimales mechanisches Bauteilverhalten erzeugen? Dies erfordert die Kenntnis der Zusammenhänge zwischen den Herstellungsparametern, dem erzeugten Mikrobauteilzustand (Geometrie, Gefüge, Mikrohärtigkeit, Textur) und den daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften. Für die Ermittlung mechanischer Eigenschaften an Mikroproben ist dazu die Entwicklung und Erprobung geeigneter Mikroprüfeinrichtungen (Mikrozugversuch, Mikrobiegeschwingversuch) erforderlich. Betrachtet werden Mikrozahnräder als Beispiel für Mikrobauteile.

Die Voraussetzungen ein Vorhaben dieser Art durchzuführen ergeben sich durch die Kompetenzen der beteiligten Vorhabenspartner und der dort vorhandenen Einrichtungen.

Zur Fertigung der zu untersuchenden Mikroproben stehen die Galvanik des Vorhabenspartners Micromotion und der Fachhochschule Kaiserslautern, Standort Zweibrücken, zur Verfügung. Die Charakterisierung der Gefüge erfolgt mit den Einrichtungen (XRD, Lichtmikroskop, AFM) der Fachhochschule Kaiserslautern und den Einrichtungen (REM mit EBSD, TEM) des Instituts für Oberflächen- und Schichtanalytik. Geräte zur mechanisch-technologischen Prüfung stehen an der Fachhochschule Kaiserslautern bereit (instrumentierte Eindringprüfung, Mikrozugversuch) oder werden im Projektverlauf vom Vorhabenspartner SincoTec so modifiziert, dass eine Prüfung von Mikroproben möglich ist (Mikrobiegeschwingversuch).

Die Planung des Vorhabens ist im Projektantrag ausführlich beschrieben. Soweit möglich ist der Ablauf des Projektes nach dieser Planung durchgeführt. Einige Änderungen ergeben sich dadurch, dass die gekerbten Mikroproben nach der Fertigung unbrauchbar sind. Somit können keine Ergebnisse an gekerbten Mikroproben ermittelt werden.

Der wissenschaftlich-technische Stand, von dem ausgegangen wird, ist im Wesentlichen durch die Verwendung des Direkt-LIGA-Verfahrens bestimmt [1], welches eine Variante des am Forschungszentrum Karlsruhe entwickelten LIGA-Verfahrens darstellt [2, 3].

Eine eingehende Darstellung des Kenntnisstandes ist in Abschnitt 2 aufgezeigt. Zur Findung der verwendeten Literatur wurden die Recherchemöglichkeiten der Fachhochschule Kaiserslautern und der Technischen Universität Kaiserslautern (z.B. DOMA) genutzt.

2 Kenntnisstand

Gebräuchliche Herstellverfahren für die Herstellung von Mikrostrukturen sind u. a. das Feingießen, das Metallpulverspritzgießen und die Galvanourformung. Die zur Produktion benötigten Formen lassen sich durch Mikrofräsen, Lasermikrobearbeitung, Erodieren oder mit dem LIGA-Verfahren (**L**ithographie **G**alvanoformung **A**bformung) herstellen. Letzteres Verfahren ist im Forschungszentrum Karlsruhe entwickelt [3, 2]. Es ermöglicht höchste Teilequalität mit feinen Strukturen, geringen Oberflächenrauheiten und hohen Aspektverhältnissen (Strukturhöhen- zu Breitenverhältnis) [4, 5, 6, 2]. Höhen größer als 1mm und ein laterales Auflösungsvermögen von 0,2 µm werden erreicht.

Eine einfachere verkürzte Variante des LIGA-Verfahrens ist das im Projekt angewendete Direkt-LIGA Verfahren [7] (vgl. Abschnitt 3.3.2). Die Bauteile werden dabei galvanisch urgeformt. Dabei bietet der galvanische Prozess eine Vielzahl von Parametern, die die Zusammensetzung und den Aufbau des abgeschiedenen Materials beeinflussen.

Nickel-Eisen-Legierungen sind oft die gewählte Werkstoffgruppe zur galvanischen Fertigung kleinster Strukturen [4, 5, 6, 2]. Die Gefügeparameter von galvanisch hergestellten Nickel-Eisen-Legierungen werden durch die Abscheidparameter des verwendeten Galvanikprozesses eingestellt. Dabei gibt es eine Vielzahl von Einflussmöglichkeiten wie die Zusammensetzung des Bades (z.B. pH-Wert, Metallsalzkonzentration, Spannungsminderer, Netzmittel) oder die Stromparameter (z.B. Stromdichte, Strom-Zeit-Funktion). Über die, mit den verschiedenen Abscheidparametern, eingestellten Gefügeparameter wird in verschiedenen Arbeiten berichtet [8, 9, 10, 11].

Erhöht sich die Stromdichte der Gleichstromabscheidung beobachtet man an Schichten bis etwa 20 mA/cm² deutlich steigende und danach fallende Fe-Gehalte [12, 13, 14, 15, 16, 10]. Bei der Abscheidung von Mikrobauteilen (z.B. Mikroahnräder) treten lokale Unterschiede in der Stromdichte und der Elektrolytzusammensetzung und damit auch im Fe-Gehalt auf [17, 13, 16].

Mit zunehmender Eisenionenkonzentration des Elektrolyten steigen die Eisengehalte in den abgeschiedenen Nickel-Eisen-Schichten. Ebenfalls ist mit zunehmendem Eisengehalt eine Kornverkleinerung zu beobachten [9, 11]. So werden meist Korngrößen unterhalb des 1 µm-Bereichs bis in den nm-Bereich gefunden [9, 11, 10].

Bei der galvanischen Abscheidung wird häufig Fremdmaterie in Form von Oxiden, Hydraten oder organischen Bestandteilen mitabgeschieden. Diese werden dann in das Gitter oder an den Korngrenzen mit eingebaut. Die mitabgeschiedenen Bestandteile beeinflussen die Eigenschaften [15, 18].

Die Textur bei galvanisch abgeschiedenen Metallen bildet sich, im Gegensatz zur verformungsbedingten Walztextur bei gewalzten Blechen, aufgrund der galvanischen Abscheidung aus. Röntgenografische Analysen zeigen eine Abhängigkeit des Typs und des

Grades der Kristallorientierung von der Stromdichte und der Elektrolytzusammensetzung [19, 20]. Je nach Wahl der Badzusammensetzung und der Stromführung werden {100}-, {110}- oder {111}-Texturen beobachtet [15, 21].

Der Einbau von Eisen in Nickel bewirkt erhebliche Unterschiede in den Werten der Vickershärte, Zugfestigkeit, Streckgrenze, der Bruchdehnung und des E-Moduls [22, 12, 13, 14, 15, 4, 19]. Beispielsweise steigert sich der Wert der Zugfestigkeit bei [22] von 966 MPa bei reinem Nickel auf 1999 MPa bei NiFe₂₀. Die vorliegenden Eigenschaftsunterschiede sind allerdings nicht nur durch die Mischkristallverfestigung zu erklären, sondern durch weitere Verfestigungsmechanismen wie z.B. der Korngrenzverfestigung. Vergleicht man die Werte der oben genannten Werkstoffe mit jenen nach einer Wärmebehandlung mit 800 °C bei Ni und 870 °C bei NiFe₂₀ so sinken die Zugfestigkeiten auf 310 MPa und 399 MPa [22]. Daraus ist zu schließen, dass die Mischkristallverfestigung einen eher geringen Anteil zur Verfestigung beiträgt. Dennoch muss die Steigerung des Eisengehalts in einem Galvanikprozess einen erheblichen Einfluss auf die Gefügeparameter bewirken (z.B. Korngröße, vgl. Festigkeit vor der Glühbehandlung).

Einige Autoren beschreiben den Zusammenhang zwischen Korngröße und Zugfestigkeit mit der Hall-Petch-Beziehung [23, 24, 21]. Bei sehr kleinen Korndurchmessern von unter 100 nm wird z.B. bei Cu festgestellt [24], dass die Hall-Petch-Beziehung nicht mehr gilt. Verschiedene Modifikationen der Hall-Petch-Beziehung für nanokristalline Gefüge werden von einigen Autoren beschrieben [25, 26, 27, 28, 29, 30]. So wird behauptet, dass die Hall-Petch-Beziehung sehr gut für Korngrößen größer 1 µm anwendbar ist. In der Größenordnung zwischen 1 µm und etwa 30 nm gilt sie im Groben. Wird eine bestimmte Größe unterschritten sinken die Festigkeitswerte [30].

Im Gegensatz zu den bestimmten Festigkeitswerten nehmen die ermittelten E-Module mit steigendem Eisengehalt ab. So wird z.B. von [23] eine Abnahme des E-Moduls von 231 GPa bei reinem Nickel auf 155 GPa bei NiFe₂₈ beobachtet. Im Vergleich zeigen sich für galvanisches nanokristallines Nickel bzw. Nickel-Eisen meist niedrigere E-Module [23, 16, 31] als bei konventionellen Legierungen [32].

Eigenschaften die durch eine Glühbehandlung variiert sind findet man in [22, 33, 34, 35, 36, 37]. Durch das Glühen wird ein Kornwachstum zum Teil ab einer Temperatur von 200 °C beschrieben. Ebenfalls wird ein Abbau der Gitterverzerrung ab einer Temperatur von 200 °C beobachtet [37]. Die bestimmten Mikrohärtens bauen sich meist durch das Glühen ab [22, 33, 34, 35, 36, 37]. Einige Autoren [33] beschreiben eine Härtezunahme bei etwa 200 °C. Bei weiterer Temperaturerhöhung wird auch hier eine Härteabnahme gemessen.

Zum Ermüdungsverhalten von LIGA-Nickel-Mikroproben erfolgten erste Arbeiten an glatten Mikroproben [38, 39, 40, 41, 42]. Von [39] wird für LIGA-Nickel ein ungünstigeres Schwingfestigkeitsverhalten als für Makroproben aus Nickelknetlegierungen erreicht. Für 10^{11} Lastspiele beträgt die Dauerfestigkeit der Mikroproben sogar nur noch 25 MPa. Dem gegenüber erhalten andere an LIGA Ni-Mikroproben höhere Dauerfestigkeiten, und zwar 195 MPa, für Lastspielzahlen bis etwa 10^8 , für das Spannungsverhältnis $R=0.1$ und für die Schwingfrequenz 200 Hz [43, 41, 42] sowie 210 MPa, für Lastspielzahlen zwischen 10^6 bis

107, $R=-1$ und 20 Hz [42]. Auf Grund des relativ scharfen Querschnittübergangs vom glatten Probenbereich zu den Einspannköpfen trat der Dauerbruch an dieser Stelle auf [43, 41]. Mit einer spannungsmechanischen Optimierung der Probengeometrie konnten derartige Probleme vermieden werden [42]. Einflüsse der Probengröße erforschen [44, 45]. Wie an Makroproben bekannt, nimmt die Dauerfestigkeit mit abnehmender Probengröße zu. Bei den größeren Proben wurden allerdings Kantenrisse beobachtet. Außerdem wird eine Zunahme der Dauerfestigkeit mit sinkender Korngröße ermittelt [44, 45]. Untersuchungen zur Ermüdungsrissebildung zeigen, dass Anrisse von Oxiden aus starten, die sich an den Ermüdungsgleitbändern bilden [42, 46]. Entfestigungsvorgänge werden bei lastspielzahlorientierten Untersuchungen beobachtet [47]. Neuere Untersuchungen zeigen ein anomales Ermüdungsverhalten bei dem ein Kornwachstum zu Beginn der Ermüdung beobachtet wird [48].

Mit der methodischen Entwicklung von Mikrobauteilen befassen sich [49, 50, 51, 52]. Deren Ziel ist es hochbelastbare Werkstoffe wie Metalle oder Keramiken zu entwickeln, Werkstoffzustände und Kennwerte zu ermitteln und in ihren Eigenschaftsbeziehungen zu beschreiben. In den vorliegenden Überlegungen findet für die Herstellung des Formeinsatzes das Mikrofräsen vor dem Lithographieverfahren wegen der Kostenvorteile den Vorzug. Einschränkungen müssen dann aber beim Fertigen der Mikrozinräder durch Mikropulverspritzguss oder durch Mikroguss in den Aspekt-, den Fließlängenverhältnissen, bei den scharfen Querschnittübergängen und damit in den Abformqualitäten hin genommen werden. Die Berücksichtigung des Werkstoffes bei durchgeführten FEM-Berechnungen findet über den Einfluss der Korngröße statt. Insbesondere werden für Mikrobauteilstrukturen die Grenzen der FEM bei isotropen Berechnungen aufgezeigt. Im Fall kleiner Strukturen, wie z. B. bei Zahnradzähnen, kann es notwendig sein, bei den Zahnfußbeanspruchungen die Anisotropie der einzelnen Körner zu berücksichtigen. Für den Fall der auf einer Ebene im Zahnfuß variierten Kornzahl von 2 bis 8 zeigen sich mit steigender Kornzahl fallende Streuungen der berechneten Spannungen [49, 50, 51, 52] bzw. der experimentell ermittelten Festigkeiten [46]. Die Simulation der Körner wird jedoch nur mit einem linear-elastischen defektfreien Materialmodell beschrieben. Weitere Berücksichtigung von Werkstoff und Fertigung finden nur über sog. Regelklassen statt, wobei genaue Daten des komplexen Mikrozustandes fehlen.

Umfassender erfolgt die Charakterisierung des Gefüges bei Mikroproben, die aus einer Goldlegierung oder aus Keramik durch Mikrospritzgießen, Vakuumdruckguss oder Schleuderguss gefertigt sind [53, 51, 54]. So zeigen Gefügeanalysen mittels Transmissionselektronenmikroskop, EDX und Elektronenbeugung andere Werkstoffzusammensetzung an den Korngrenzen als im Korninneren und Überstrukturen in den Körnern. Deutliche Streuungen beim Zug- und Biegeversuch werden auf Anisotropieeffekte zurückgeführt. Dagegen weichen die Lebensdauern im Biegeschwellversuch nur relativ wenig voneinander ab.

Eine Patentrecherche, durchgeführt im Patentinformationszentrum (PIZ, Ansprechpartner: Herr Jörg Schlimmer) der TU Kaiserslautern, brachte zum Thema Mikropräzisionsgetriebe als Ergebnis eine Patentschrift [55] und eine Patentoffenlegungsschrift [56]. Patentinhaber ist der Vorhabenspartner, Firma Micromotion GmbH. Andere Schutzrechte sind von Makrogetrieben auf den Mikrobereich herunter skalierbar.

Mit der Patentierung zur Herstellung von Mikrobauanteilen, basierend auf dem LIGA-Verfahren befassen sich oft Institute und auch Firmen. Das Patent der Universität Wisconsin-Madison schützt speziell die Erfindung von magnetischen mikromechanischen Bauteilen [57, 58]. Von der BASF AG ist ein Verfahren geschützt, das zur Herstellung von Mikrostrukturkörpern durch Bestrahlen von Polymerschichten auf Substraten, Entfernen der bestrahlten Bereiche und durch Aufdampfen, chemische Gasphasenabscheidung oder Kathodenzerstäubung erfolgt [59]. Die Sortec Corp., Tokio hat Rechte auf optimierte Resistmusterherstellung mit geringem Verzug, u. a. für die Fertigung von Mikromaschinen (Mikrogetriebe usw.) angemeldet [60]. Das Forschungszentrum Karlsruhe GmbH schützt ein „Verfahren zur lithographischen Herstellung von galvanisch abformbaren Mikrostrukturen mit dreieckigem und trapezförmigen Querschnitt“ [61]. Firma Alcatel entwickelte ein Verfahren zur definierten Herstellung von Mikrostrukturen, das dadurch gekennzeichnet ist, „dass die Flächen der Kontaktstellen zur definierten Vergrößerung der Flächen des Substrats hinzugezogen werden“ [62]. Das Institut für Mikrotechnik Mainz GmbH stellt ein „lithographisches Verfahren zur Herstellung von Mikrobauanteilen“ mit einer verfahrensimmanenten Vereinzelung der Mikrobauanteile dar [63].

3 Probenherstellung und Werkstoff

3.1 Mikroprobengeometrie

Zur Charakterisierung der betrachteten Werkstoffe werden für das jeweilige Prüfverfahren geeignete Probengeometrien benötigt. Um eine möglichst gute Aussage über das Bauteilverhalten (z.B. Festigkeit, Lebensdauer,...) machen zu können sollen die Probengeometrien den realen Bauteilen in Gestalt und Größe ähnlich sein. Für viele Prüfverfahren gibt es Normen, die die Probengeometrie von Prüfkörpern festlegen. Die derzeitigen Normen (z.B. DIN EN ISO 6892-1) sind nicht vollständig auf den Mikrobereich anwendbar. Deshalb ist eine überlegte Festlegung der Mikroprobengeometrien notwendig.

3.1.1 Probengeometrie Mikrozugversuch

Für den Mikrozugversuch bzw. den Mikrokerbzugversuch werden insgesamt drei Probengeometrien vorgesehen (Kerbfornzahl $K_t = \{1,0; 1,5; 2,0\}$). Für die glatte Probengeometrie gibt es eine Vorgabe [64] der Firma Micromotion (vgl. Abb. 3-2). Diese erweist sich als problematisch in der Handhabung. So kommt es bei Verwendung von Mikrozugproben mit dieser Geometrie sehr häufig zum Rutschen der Mikrozugprobe im Spannzeug. Die Erhöhung der Spannkraft führt zur plastischen Deformation des Spannzeugs.

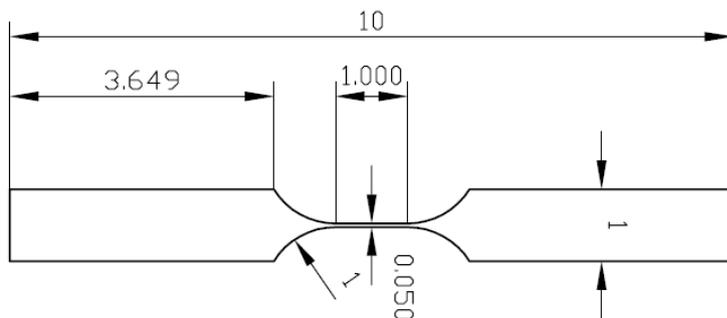


Abb. 3-1: Ursprünglich vorgegebene Mikrozugprobengeometrie [64]

Durch Vergrößern der Einspannfläche und Anbringen einer Bohrung zur formschlüssigen Kraftübertragung konnte die Handhabung der Mikrozugprobe wesentlich verbessert werden. Die Abbildungen 3-2 bis 3-6 zeigen die optimierte glatte bzw. die neuen gekerbten Mikrozugprobengeometrien.

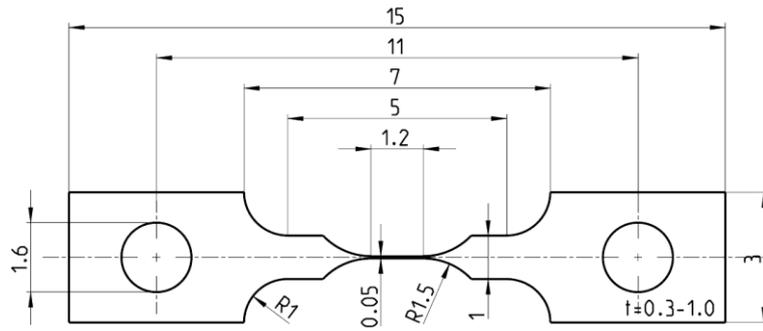


Abb. 3-2: Optimierte Mikrozugprobengeometrie "glatt"

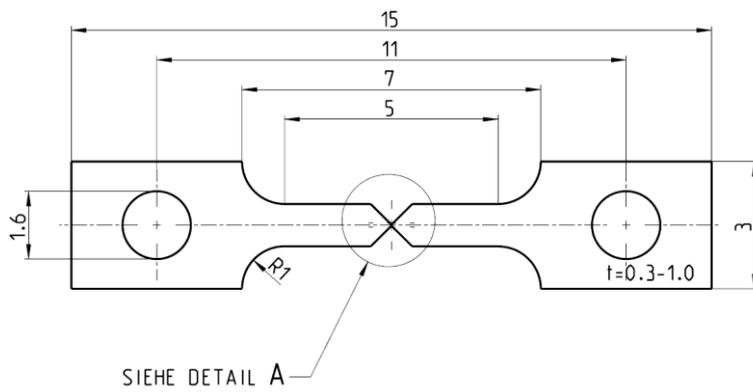


Abb. 3-3: Mikrozugprobengeometrie „gekerbt“, $K_t=1,5$

DETAIL A
MASSTAB 50:1

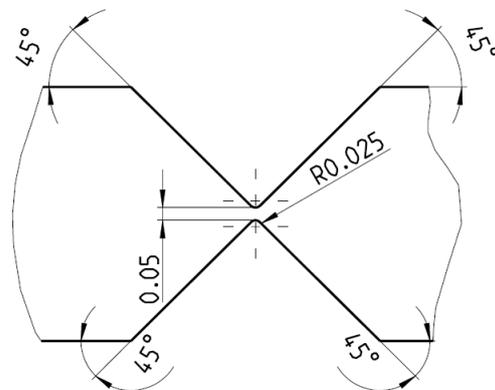


Abb. 3-4: Detail zu Mikrozugprobengeometrie „gekerbt“, $K_t=1,5$

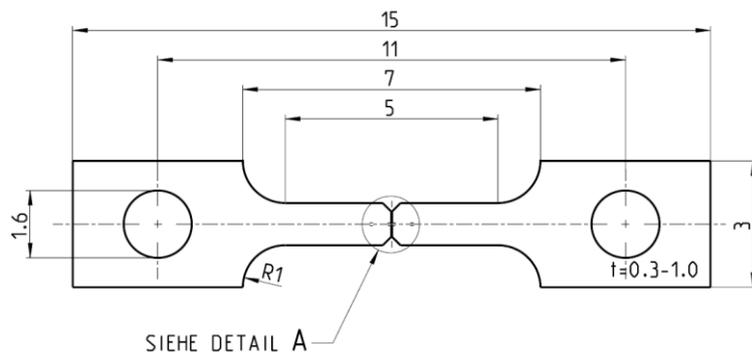


Abb. 3-5: Mikrozugprobengeometrie „gekert“, $K_t=2,0$

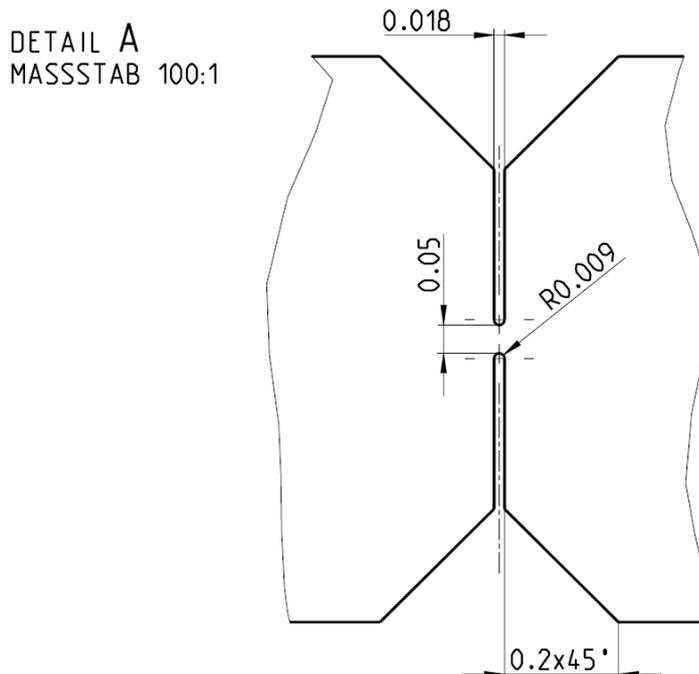


Abb. 3-6: Detail zu Mikrozugprobengeometrie „gekert“, $K_t=2,0$

3.1.2 Probengeometrie Mikrobiegeschwingversuch

Die Probengeometrien für den Mikrobiegeschwingversuch, sollen so gestaltet sein, dass sie in Geometrie und Beanspruchung den Mikrozahlrädern möglichst nahe kommen. Eine gezielte Vorgehensweise im Rahmen einer Diplomarbeit [1] brachte erste Geometrie vorschläge (vgl. Abb. 3-7).

Eine weitere Anforderung ist: Die erste Eigenfrequenz der Probe muss kleiner 500 Hz sein. Diese Obergrenze der Eigenfrequenz ergibt sich aus der Regelung der Mikrobiegeschwingprüfmaschine (Mikrobiegeschwingproben werden in Resonanz anregt). Der erste Geometrievorschlagn (vgl. Abb. 3-7, Abb. 3-8) hat eine Eigenfrequenz von 3356 Hz und ist somit ungeeignet.

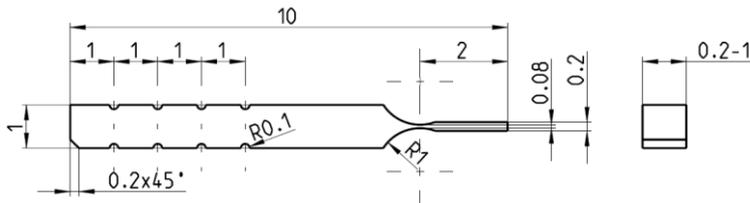


Abb. 3-7: Erster Geometrievorschlagn für Mikrobiegeschwingprobe [1]

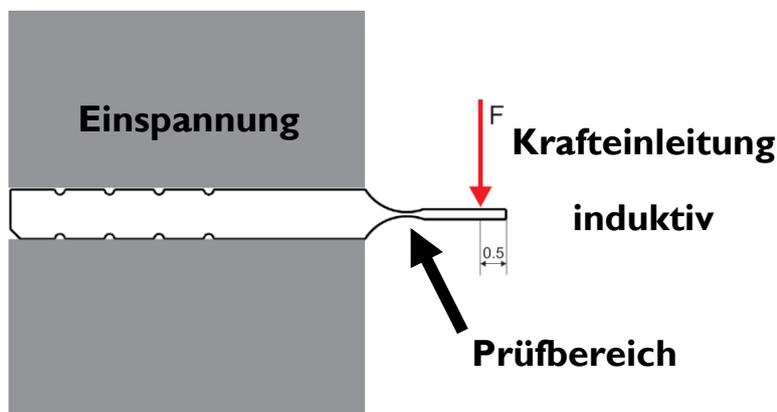


Abb. 3-8: Belastungsrichtung der Mikrobiegeschwingprobe

Um die erste Eigenfrequenz der Mikrobiegeschwingprobe auf die geforderte Größe zu bringen, wird zunächst die Höhe H (vgl. Abb. 3-9) stufenweise von $H = 0,2$ mm bis $H = 3,0$ mm erhöht. Dadurch wird eine Eigenfrequenz von 1687,8 Hz bei der maximalen Höhe von $H = 3$ mm errechnet (vgl. Abb. 3-10). Zur weiteren Optimierung wird die Länge L (vgl. Abb. 3-9) ebenfalls schrittweise von $L = 3$ mm bis $L = 8,6$ mm erhöht, bis eine Eigenfrequenz von 314 Hz bei einer Länge $L = 8,6$ mm erreicht ist (vgl. Abb. 3-11).

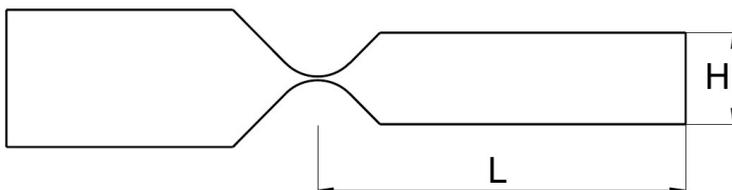


Abb. 3-9: Variierte Parameter H und L

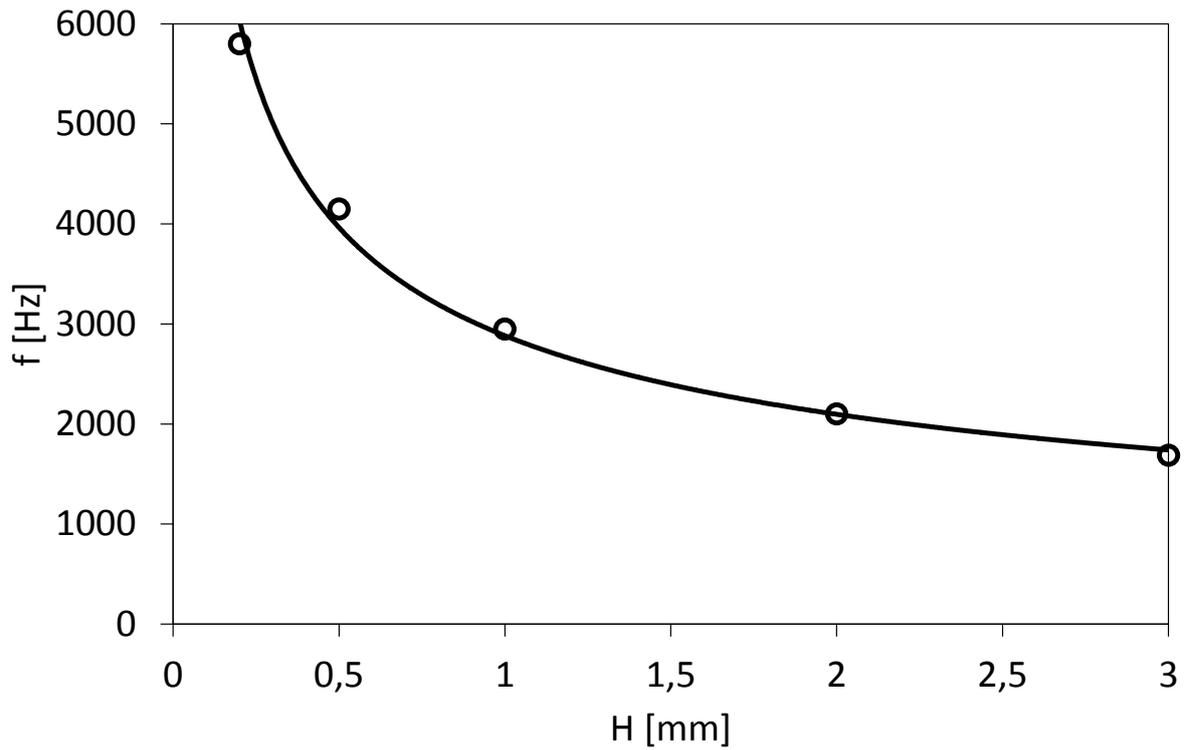


Abb. 3-10: Berechnete (FEM) Eigenfrequenz bei Variation von H bei $L = 3$ mm

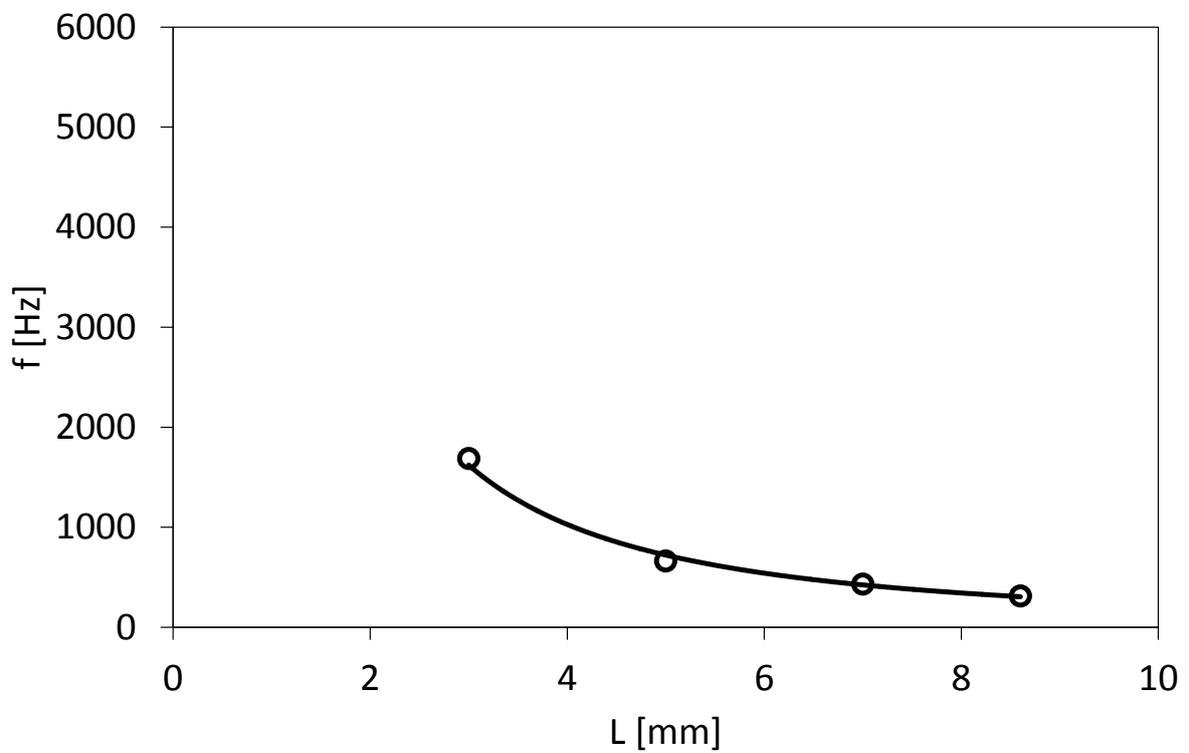


Abb. 3-11: Berechnete (FEM) Eigenfrequenz bei Variation von L bei $H = 3$ mm

Die Optimierung der Eigenfrequenz liefert die in Abbildung 3-12 bis 3-17 dargestellten Mikrobiegeschwingprobegeometrien für die Kerbformzahlen $K_t = \{1,02; 1,3; 1,8\}$. Die berechnete Eigenfrequenz aller Mikrobiegeschwingproben beträgt 300 Hz und ist konstant gehalten.

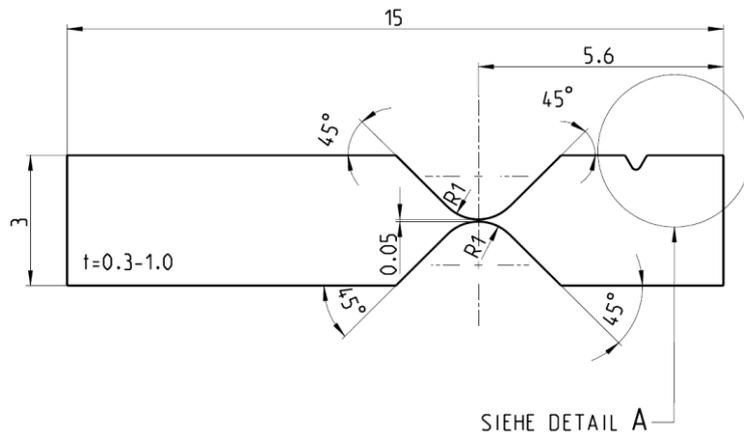


Abb. 3-12: Mikrobiegeschwingprobe "glatt", $K_t = 1,02$

DETAIL A
MASSTAB 20:1

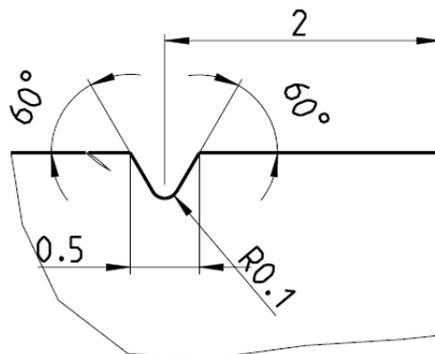


Abb. 3-13: Detail zu Abbildung 3-13 mit Kräfteinleitungskerbe zur Kalibrierung des Kraft-Auslenkungszusammenhangs

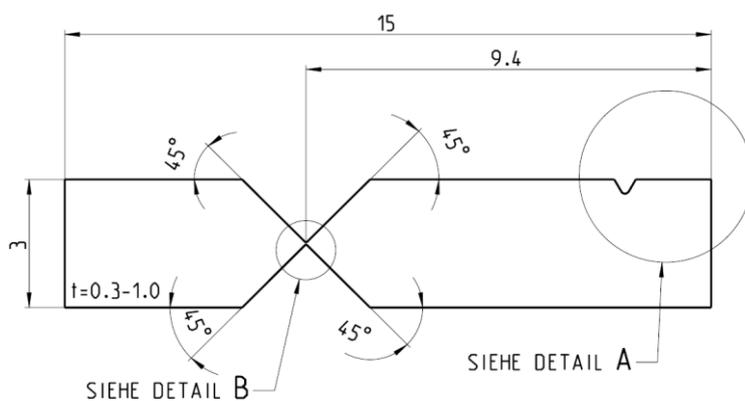


Abb. 3-14: Mikrobiegeschwingprobe gekerbt, $K_t = 1,3$

DETAIL B
 MASSSTAB 50:1

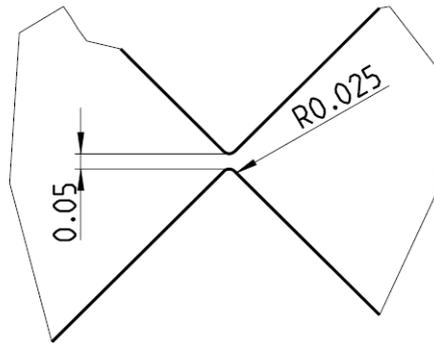


Abb. 3-15: Detail zu Abbildung 3-15, Kerbformzahl $K_t = 1,3$

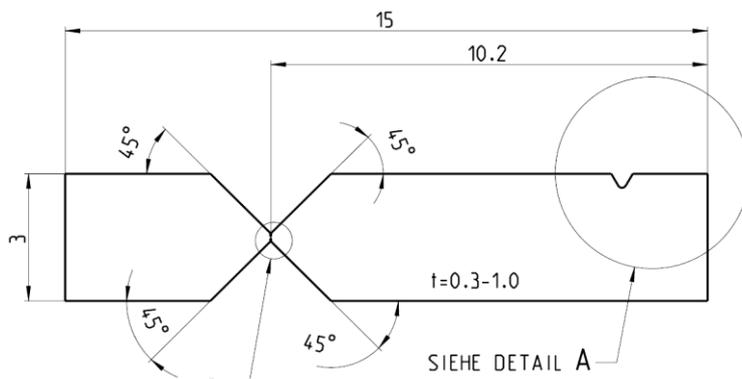


Abb. 3-16: Mikrobiegeschwingprobe "gekerbt", $K_t=1,8$

DETAIL B
 MASSSTAB 100:1

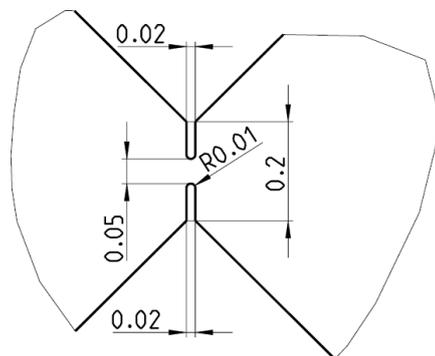


Abb. 3-17: Detail zu Abbildung 3-17, Kerbformzahl $K_t = 1,8$

3.2 Werkstoff

Die untersuchten Werkstoffe sind galvanisch abgeschiedene Nickel-Eisen-Legierungen bzw. galvanisch abgeschiedenes Nickel. Zur Herstellung werden zum einen Schichten auf Kupferronden abgeschieden, zum anderen werden Mikroproben mittels Direkt-LIGA-Verfahren erzeugt (vgl. Abschnitt 3.3). Eine detaillierte Auflistung der Herstellparameter der einzelnen Mikroprobenserien findet sich in Abschnitt 3.5.

Abb. 3-18 zeigt das Fe-Ni-Phasendiagramm. Blau hinterlegt ist der im Rahmen des Projektes untersuchte Legierungsbereich. Der Legierungsbereich der Serienproduktion des Projektpartners Micromotion ist rot dargestellt.

Im Phasendiagramm (Zustandsdiagramm) ist ersichtlich, dass die untersuchten Legierungen bei Kristallisation im Gleichgewicht zwei Phasen ausbilden können (Ni-Mischkristall, FeNi_3). Diese Phasen bilden sich je nach Fertigungsbedingungen (Abscheideparameter, Glühbehandlung) unterschiedlich stark aus. Die im Zustandsdiagramm dargestellten Phasengleichgewichte stellen sich erst nach langen Glühdauern ein [2].

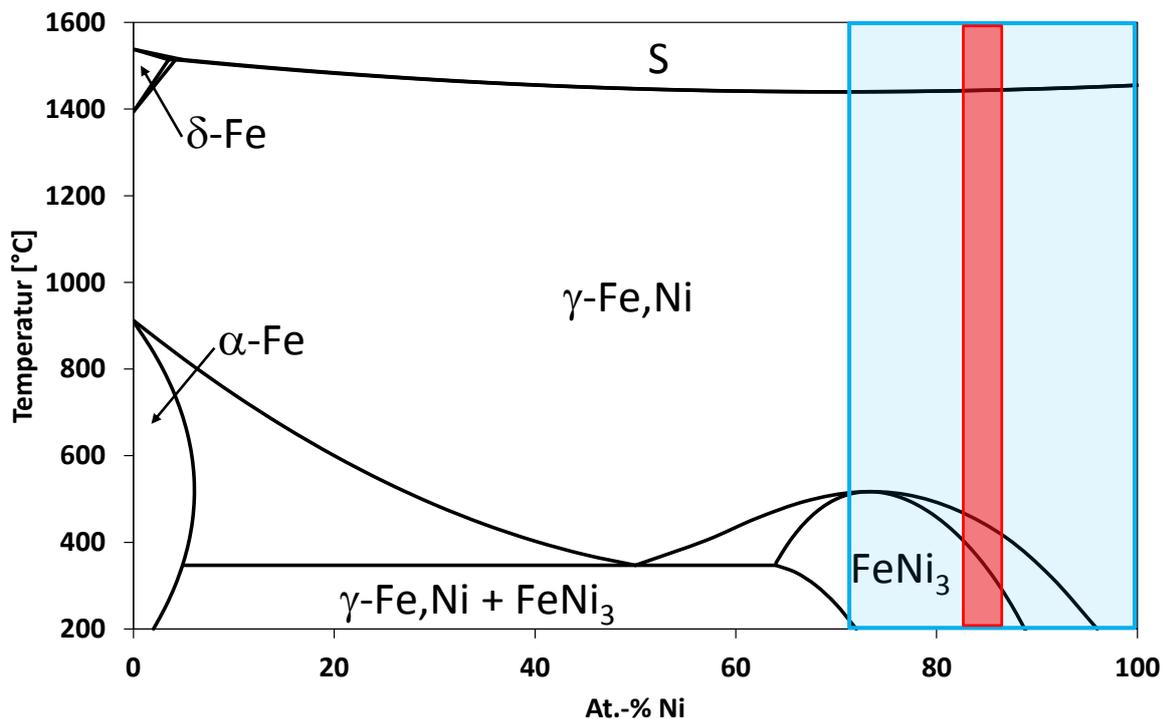


Abb. 3-18: Phasendiagramm Fe-Ni [3]; blau: untersuchter Legierungsbereich, rot: Legierungsbereich der Serie

3.3 Galvanische Verfahren

Hergestellt werden die verschiedenen Schichten und Mikroproben mittels Gleichstrom- bzw. Pulsstromabscheidung.

Von einer Gleichstrom-Abscheidung (DC) spricht man, wenn zwei Metallelektroden, die über eine äußere Gleichstromspannungsquelle miteinander verbunden sind, in einer Elektrolytlösung tauchen [4]. Der prinzipielle Aufbau einer Gleichstrom-Elektrolytzelle ist in Abb. 3-19 dargestellt.

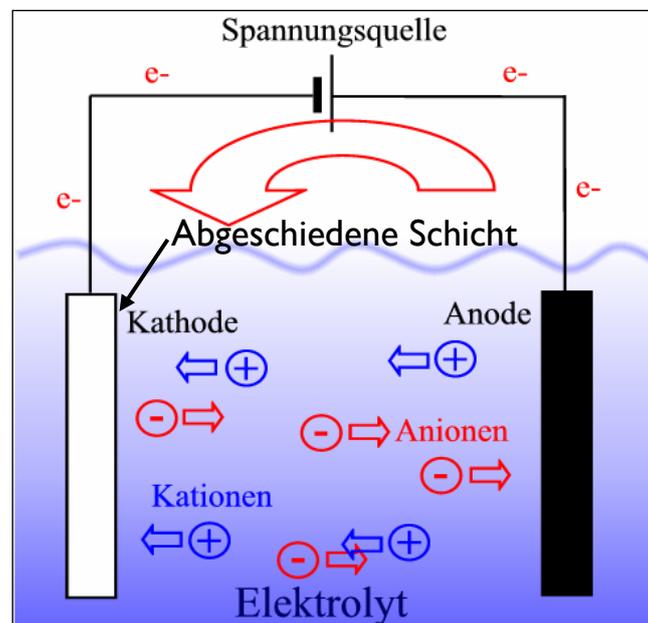


Abb. 3-19: Schematischer Aufbau einer Gleichstrom-Elektrolytzelle [4]

Beim Anlegen einer elektrischen Spannung (DC) zwischen Anode und Kathode der Elektrolytzelle entsteht ein Elektronenfluss, der von der Anode über den äußeren Verbindungsdraht zur Kathode fließt. Dabei geht die Anode in Lösung, und die entstandenen Kationen wandern zur Kathode, nehmen Elektronen auf und werden dort als metallische Schicht abgeschieden.

Wird im Gegensatz zur Gleichstromabscheidung der Elektrolytzelle ein sich zeitlich ändernder Strom aufgeprägt, spricht man von der Pulsstromabscheidung oder auch Pulse-Plating (PP, vgl. Abb. 3-20).

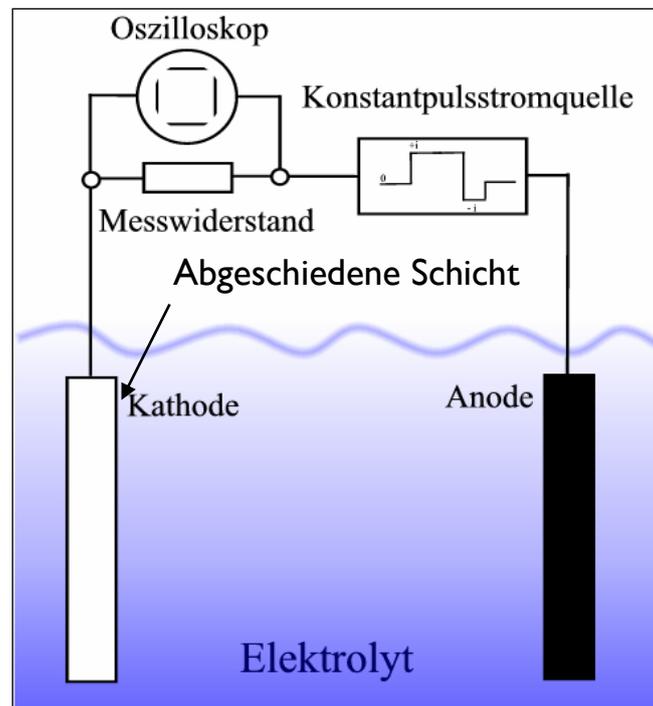
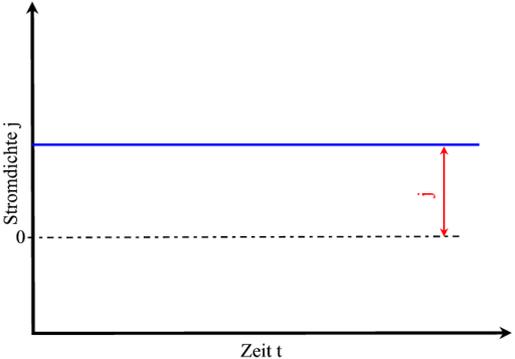
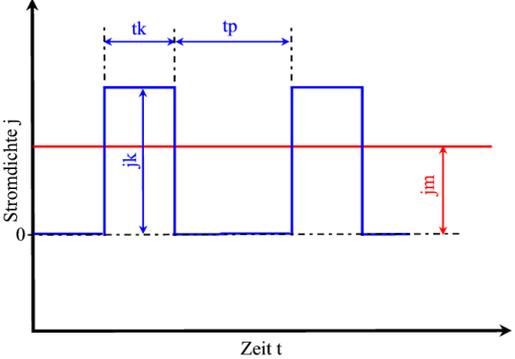
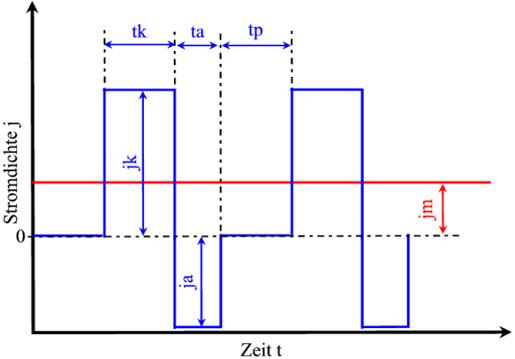


Abb. 3-20: Schematischer Aufbau einer Pulsstrom-Elektrolytzelle [4]

Bei den Pulsstromverfahren unterscheidet man zwei Arten von Pulsströmen. Zum einen die unipolaren Pulsströme, die nur in einer Stromrichtung fließen (kathodische Pulsströme) und zum anderen die bipolaren Pulsströme. Der bipolare Pulsstrom kann in zwei Stromrichtungen fließen und somit auch ein anodischer Strompuls erzeugt werden. Während des anodischen Strompulses kann abgeschiedenes Material der Kathode wieder aufgelöst werden.

In Tab. 3-1 werden die beiden Varianten der Pulsstromabscheidung im Vergleich zur Gleichstromabscheidung gegenübergestellt und wesentliche Abscheideparameter aufgeführt.

Tab. 3-1: Vergleich der Stromformen und Abscheideparameter für galvanische Materialabscheidung [4]

Stromform	Abkürzung	Mittlere Stromdichte j_m
<p>Gleichstrom</p> 	<p>DC</p>	$j_m = j$ <p>j = Stromdichte j_m = mittlere Stromdichte</p>
<p>Rechteckpulse, unipolar</p> 	<p>PP</p>	$j_m = \frac{j_k * t_k}{t_k + t_p}$ <p>j_k = kathodische Pulsstromdichte t_k = kathodische Pulsdauer t_p = Dauer Pulspausen</p>
<p>Umkehrpulse, bipolar</p> 	<p>PR</p>	$j_m = \frac{j_k * t_k - j_a * t_a}{t_k + t_a + t_p}$ <p>j_a = anodische Pulsstromdichte t_a = anodische Pulsdauer</p>

3.3.1 Abscheidung von Schichten

Zur Variation des Eisengehalts werden Nickel- und Nickel-Eisen-Schichten auf Kupferronden abgeschieden. Der Eisengehalt wird dabei durch Variation der Abscheidparameter und der Elektrolytzusammensetzung eingestellt. Ein Beispiel einer Kupferronde mit einer Nickel-Eisen-Schicht ist in Abb. 3-21 dargestellt.

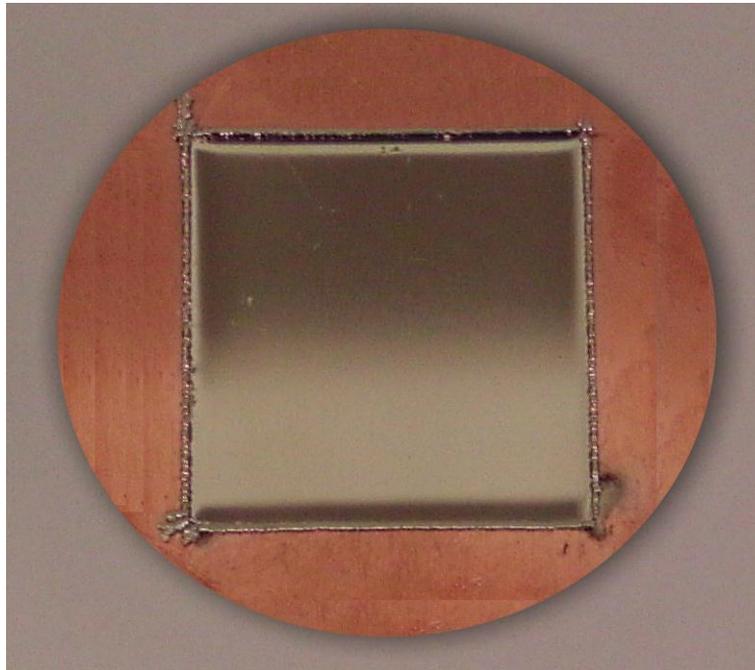


Abb. 3-21: Kupferronde mit abgeschiedener NiFe-Schicht

Das Abscheiden der Schichten und ein Teil der Mikroproben erfolgt im Forschungsschwerpunkt „integrierte Miniaturisierte Systeme“ (IMS) der Fachhochschule Kaiserslautern. Der nachfolgend betrachtete größte Teil der Mikroproben und Mikrozahnräder wird beim Projektpartner Fa. Micromotion galvanisch abgeformt.

3.3.2 Mikroproben Herstellung nach dem Direkt-LIGA-Verfahren

Der Direkt-LIGA-Prozess, zur Herstellung der Mikroproben, besteht aus 4 Prozessschritten (vgl. Abb. 3-22 bis Abb. 3-25):

- Belichtung
- Entwicklung
- Galvanoformung
- Nachbearbeitung

Nachfolgend sind die 4 Prozessschritte des Direkt-LIGA-Verfahrens (LIGA → Lithografie Galvanik Abformung) kurz beschrieben [5, 6, 7, 8, 9].

Belichtung

Die Mikroproben- bzw. Mikrobauerteilstrukturen befinden sich als Absorberschicht auf einer Maske und werden über Schattenprojektion hochpräzise in eine Fotoresistschicht auf einem

Si-Wafer übertragen. Durch die Belichtung mit UV-Licht wird der Fotoresist, ein Epoxidharz (SU8), selektiv ausgehärtet (vgl. Abb. 3-22).

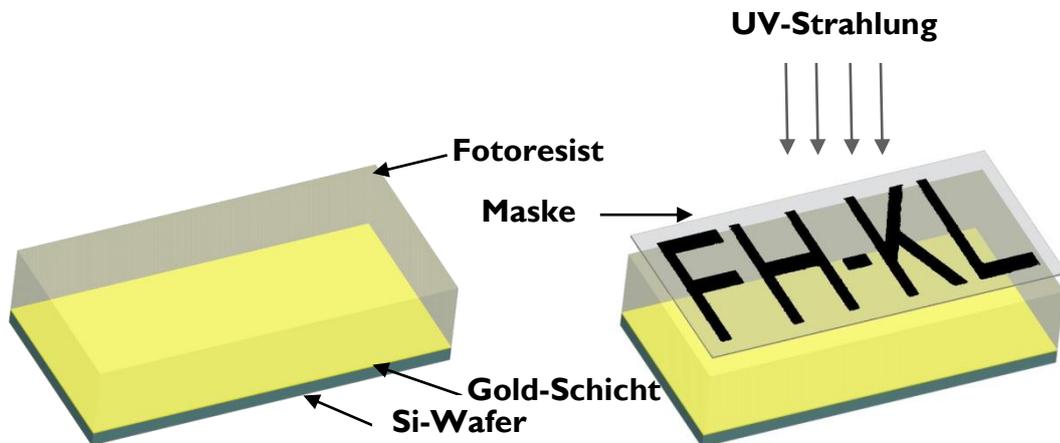


Abb. 3-22: Si-Wafer mit leitender Goldschicht und Fotoresist (links), selektive Belichtung des Fotoresists mittels Schattenprojektion der UV Strahlung (rechts)

Entwicklung

Bei der Entwicklung der Wafer werden die nicht ausgehärteten Teilbereiche der Fotoresistschicht selektiv mittels Lösemittel entfernt. Durch diese Entwicklung wird eine dreidimensionale Negativform erzeugt (vgl. Abb. 3-23).

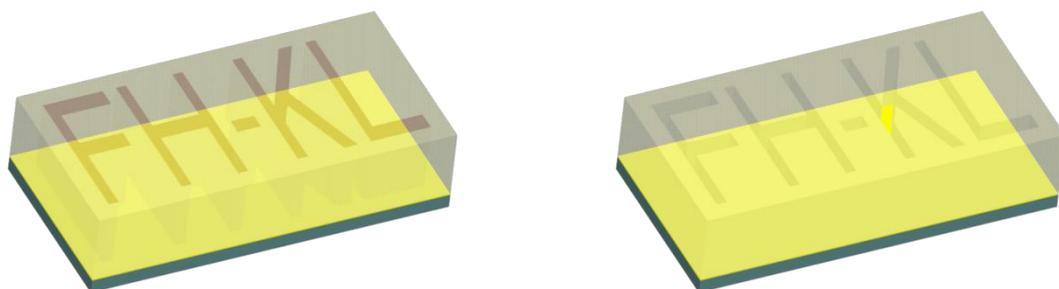


Abb. 3-23: Entwicklung des Wafers durch selektives Entfernen der nicht ausgehärteten Fotoresistbestandteile mittels Lösemittel (links: vor Entfernen, rechts: nach Entfernen)

Galvanoformung

Die Negativformen der Mikroproben- und Mikrobauteilstrukturen werden mit Nickel-Eisen-Elektrolyt galvanisch abgeformt (vgl. Abb. 3-24).

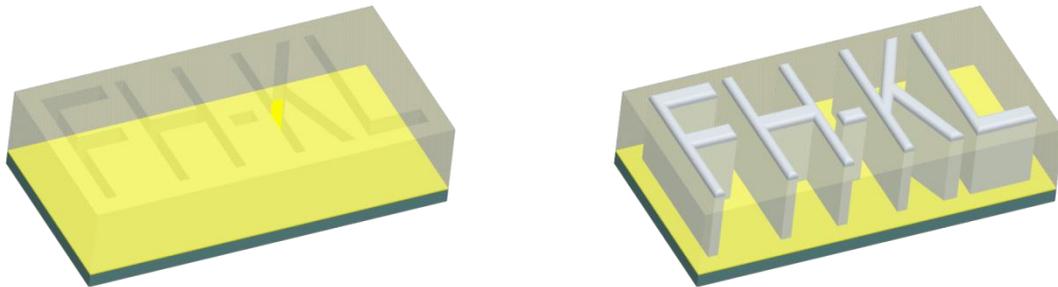


Abb. 3-24: Galvanoformung der entwickelten Strukturen mit NiFe

Nachbearbeitung

Nach der galvanischen Abformung wird die Höhe der Mikroproben und Mikrobauteile durch Läppen des Wafers eingestellt. Danach werden Siliziumwafer sowie Fotoresist entfernt und man erhält die einzelnen Mikroproben und Mikrobauteile (vgl. Abb. 3-25).

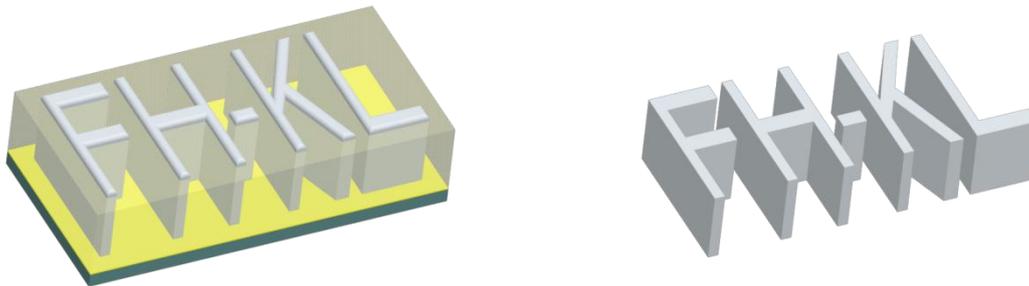


Abb. 3-25: Fertig abgeschiedene Teile (links); fertige Teile nach der Entfernung vom Si-Wafer, dem Fotoresist und der Abarbeitung der Überwachungen durch Läppen (rechts)

Abb. 3-26 zeigt einen Wafer mit abgeschiedenen Mikrozugproben, Mikrobiegeschwingproben und einigen Mikrozahnradern. Zu erkennen sind Überwachungen, die zu einer Verbreiterung der Strukturen über dem Fotoresist führen. Diese werden mittels Schleifen und Läppen abgearbeitet.



Abb. 3-26: Mit dem Direkt-LIGA-Verfahren abgeschiedene Mikroproben und Mikrozahnräder auf einem Siliziumwafer

3.4 Probenpräparation

3.4.1 Glühen

Um die Gefügeparameter in einem größeren Bereich variieren zu können, wird ein Teil der Proben einer Wärmebehandlung in einem Vakuumrohrföfen¹ unterzogen. Für die Glühung werden Mikroproben und Schichten mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 5 K/min erwärmt, 2 Stunden bei Erreichen der Glühtemperatur gehalten und anschließend mit einer Abkühlgeschwindigkeit von 1 K/min abgekühlt (vgl. Abb. 3-27). Die Glühtemperaturen und Probenbezeichnungen sind in Abschnitt 3.5.2 aufgelistet.

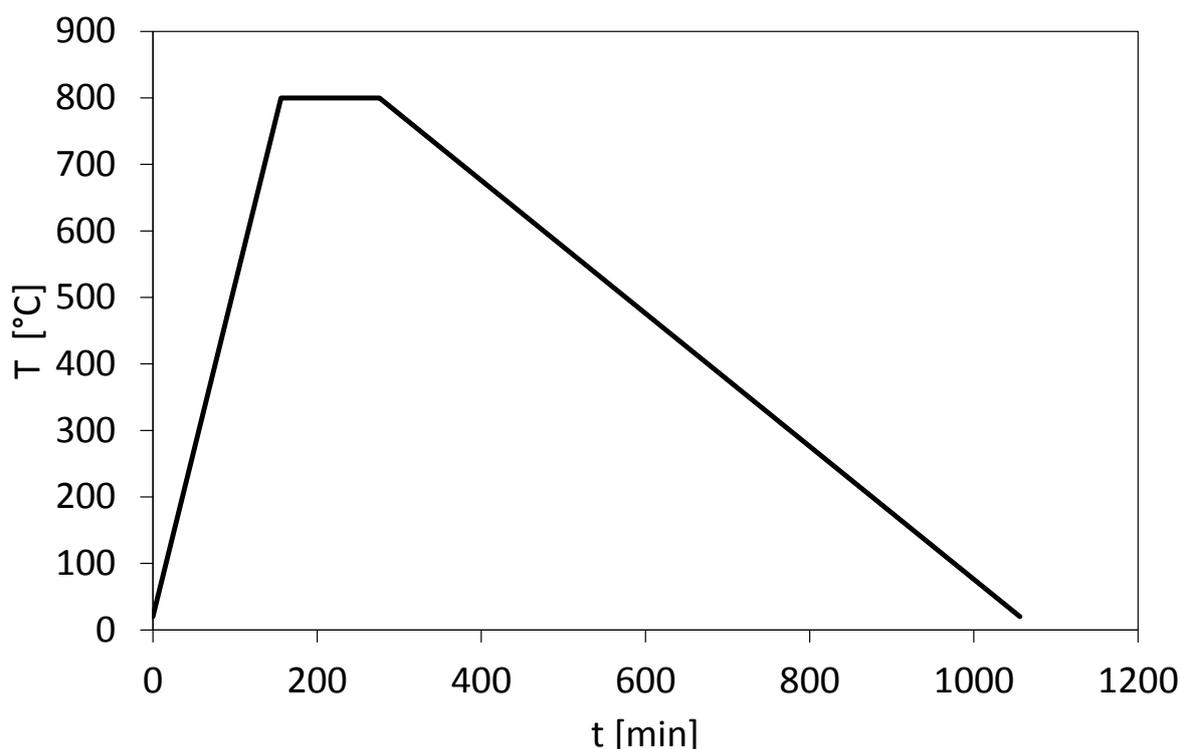


Abb. 3-27: Beispiel eines Temperatur-Zeitverlaufs einer Wärmebehandlung (Aufheizgeschwindigkeit: 5 K/min, Haltezeit: 2h bei 800°C, Abkühlgeschwindigkeit: 1 K/min)

3.4.2 Probenentnahme zur Gefügeanalyse und instrumentierten Eindringprüfung

Aus den beschichteten Kupferronden wird mittels Präzisionstrenneinrichtung² eine Probe von etwa 3 mm x 5 mm herausgetrennt. Da die Schichtdicke am Rand der Probe am größten ist, werden die Proben neben der Überwachung entnommen (vgl. Abb. 3-28). Bei Proben die für eine Wärmebehandlung vorgesehen sind, wird der Kupferträger mechanisch abgeschliffen.

¹ Fa. Carbolite, Typ: GHA 12/750

² Fa. Struers, Typ: Accutom-5

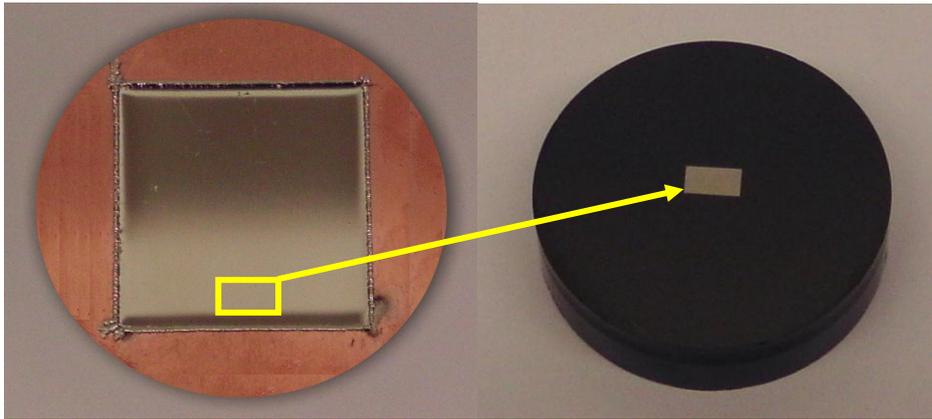


Abb. 3-28: Ort der Probenentnahme der beschichteten Kupferronden

Der Einspannkopf der Mikroproben wird für die Durchführung der Untersuchungen abgetrennt. Beispielhaft zeigt Abb. 3-29, rechts oben, den Einspannkopf, entnommen aus einer Mikrobiegeschwingprobe.

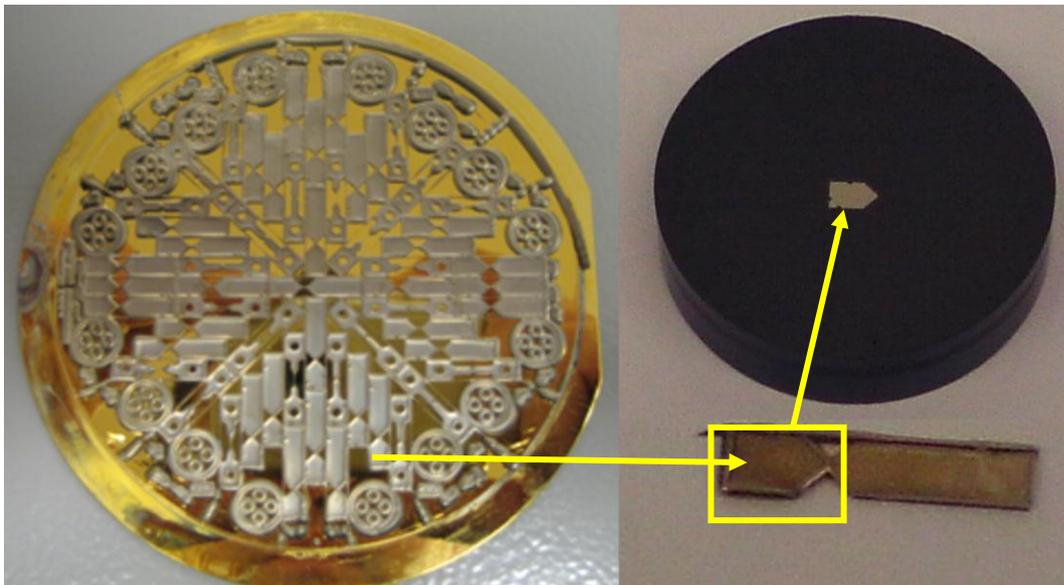


Abb. 3-29: Entnahme einer Mikrobiegeschwingprobe aus einem Wafer (links) und präparierter Einspannkopf für die Untersuchung (rechts oben)

3.4.3 Einbetten, Schleifen, Polieren und Ätzen

Zur besseren Handhabung der entnommenen Mikroproben (vgl. 3.4.2) werden diese mit einer Warmeinbettpresse³ in ein leitendes Einbettmittel⁴ eingebettet. Die notwendige Oberflächengüte der eingebetteten Mikroproben wird mit einer Schleif-/Poliereinrichtung⁵ eingestellt. Dabei kommen die in Tab. 3-2 aufgelisteten Schleif- und Polierschritte zum Einsatz.

³ Fa. Struers, Typ: Labopress-I

⁴ Fa. Cloeren, Produktbez.: WEM-REM

⁵ Fa. Struers, Typ: Rotopol-II

Tab. 3-2: Schleif-/Polierschritte zur Probenpräparation

	I. Schleifen	2. Schleifen	I. Polieren	2. Polieren
Schleif-/Polierscheibe	MD-Fuga	MD-Largo	MD-Dac	MD-Chem
Körnung	SiC-Papier 500	9µm	3µm	0,04µm
Schmier-/Poliermittel	Wasser	DiaDuo 9µm	DiaDuo 3µm	OP-S
Kraft F [N]	15	15	15	5
Drehzahl n [1/min]	150	150	150	150
Zeit t [min]	5	5	4	2

Das Gefüge der polierten Mikroproben für lichtmikroskopische bzw. rasterkraftmikroskopische Betrachtungen wird erst nach einer Behandlung mit einem geeigneten Ätzmittel sichtbar. Für die Gefügeentwicklung kommt folgendes Ätzmittel zum Einsatz.

Grundrezept für Ätzmittel zur Gefügeentwicklung (nach Petzow (Ni m3), [10]):

- 50 ml H₂O (destilliertes Wasser)
- 50 ml HCl (Salzsäure 32%)
- 10 g CuSO₄ (Kupfersulfat)

3.4.4 Mikroprobennachbearbeitung für Mikrozugversuch und Mikrobiegeschwingprüfung

Die Nachbearbeitung der ersten Mikroproben im Serienprozess erzeugte sehr viel Ausschuss. Dies ist darauf zurückzuführen, dass sich die filigranen Mikroprobengeometrien beim Läppen wesentlich instabiler verhalten als die im Vergleich eher kompakten Zahnradgeometrien. Um mehr ungeschädigte Proben einer Serie zu erhalten, wird ein eigens entwickelter Prozess für die Nachbearbeitung angewendet.

Angeliefert werden die Mikroprobenserien nach dem der Si Wafer mit KOH-Lauge entfernt ist (vgl. Abb. 3-30). Durch vorsichtiges Auseinanderbrechen der Mikroproben erfolgt deren Trennung voneinander (vgl. Abb. 3-31).



Abb. 3-30: Wafer nach Entnahme aus der Galvanik (links), Bauteile und Mikroproben umgeben von der Resiststruktur, ohne Si-Wafer (rechts)

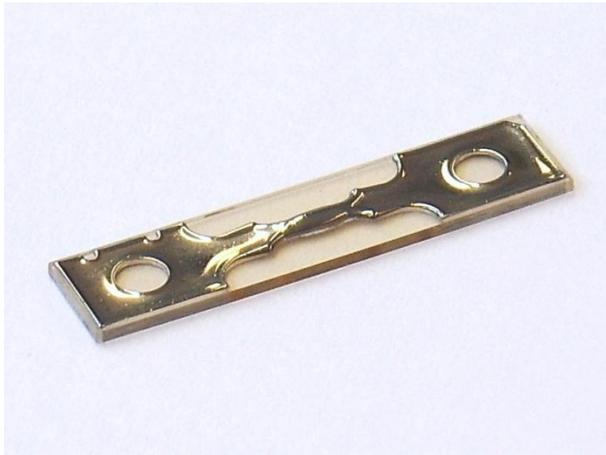


Abb. 3-31: Mikrozugprobe mit „Überwachungen“ nach Entnahme vom Wafer

Durch Applizieren auf einen Probenträger mit einem Heißkleber⁶ erreicht man eine Fixierung der Mikroproben ohne schädigende Spannkkräfte (vgl. Abb. 3-32). Nun sind die so vorbereiteten Mikroproben für die weitere Schleif- und Polierbearbeitung gut handhabbar.

⁶ Cristalbond

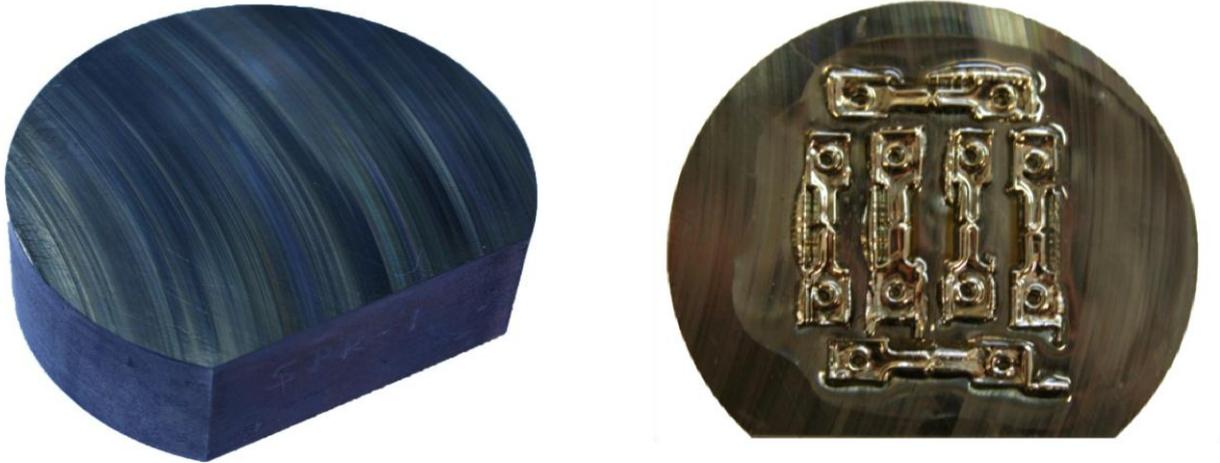


Abb. 3-32: Hartmetallprobenträger (links), Hartmetallprobenträger mit applizierten Mikroproben (rechts)

Um für die weitere Probenbearbeitung eine zur Probenträgeroberfläche parallele Mikroprobenoberfläche zu erhalten, arbeitet man mit einer Topfschleifscheibe (vgl. Abb. 3-33) die ungleichmäßigen Überwachsungen ab. Abb. 3-34 zeigt mit der Topfschleibe bearbeitete Mikroproben. Die Oberfläche der Mikroproben ist parallel zum Probenträger. Es sind noch starke Riefen zu erkennen.



Abb. 3-33: Präzisionstrenneinrichtung mit Topfscheibe zur Abarbeitung der Überwachsungen

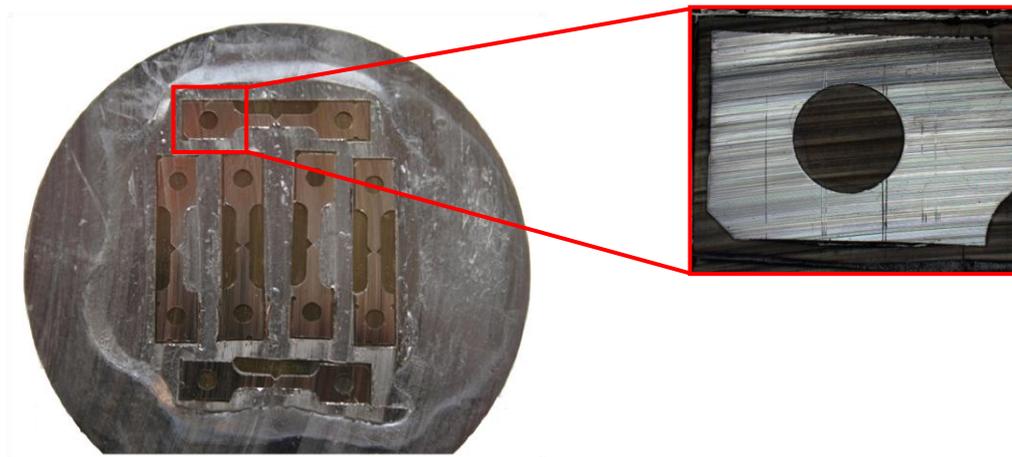


Abb. 3-34: Mikroproben nach Abarbeiten der Überwachungen mit Topfschleifscheibe auf Hartmetallprobenträger

Zur Beseitigung der Riefen werden noch weitere Schleif- bzw Polierschritte mit einer Schleif- und Poliereinrichtung⁷ durchgeführt. Eine Auflistung der durchgeführten Schleif- und Polierschritte ist in Tab. 3-3 ersichtlich.

Tab. 3-3: Schleif- und Polierschritte zur Mikroprobenendbearbeitung

	I. Schleifen	I. Polieren	2. Polieren
Schleif-/Polierscheibe	MD-Fuga	TexMed P	TexMed P
Körnung	SiC-Papier 500	9µm	3µm
Schmier-/Poliermittel	Wasser	DiaDuo 9µm	DiaDuo 3µm
Kraft F [N]	15	15	15
Drehzahl n [1/min]	150	150	150
Zeit t [min]	5	4	4

⁷ Fa. Struers, Typ: Rotopol-11

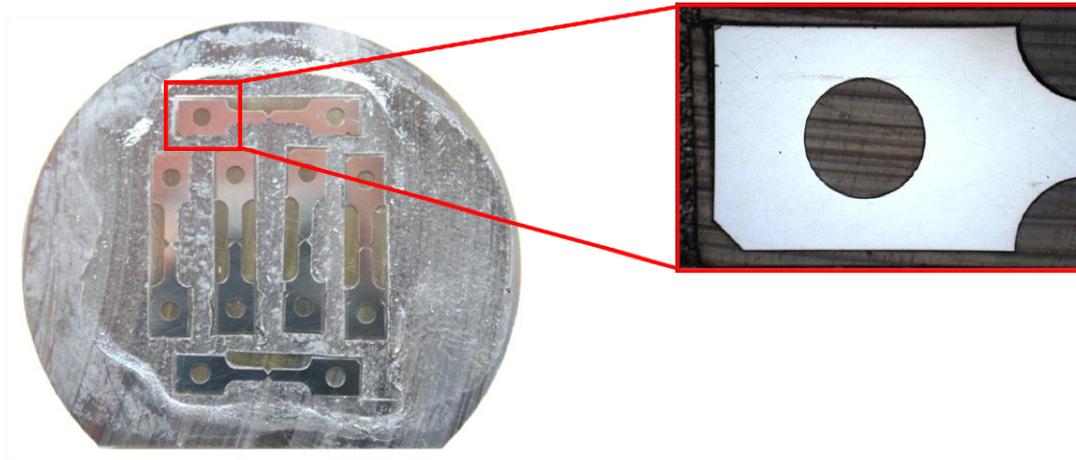


Abb. 3-35: Fertig nachbearbeitete Mikroproben auf Hartmetallprobenträger

Die fertig nachbearbeiteten Mikroproben (vgl. Abb. 3-35) werden durch Auflösen des Heißklebers mit Aceton vom Probenträger gelöst und gereinigt (vgl. Abb. 3-36) und stehen nun für Mechanische Prüfungen zur Verfügung.



Abb. 3-36: Fertig nachbearbeitete und gereinigte Mikrozugprobe

3.5 Übersicht der gefertigten Proben

3.5.1 Probenbezeichnung

Beispiel der Probenbezeichnung, einer Mikroprobe, die auf einem LIGA-Silizium-Wafer abgeschieden wurde:

W308-10-DC-0-2-RT

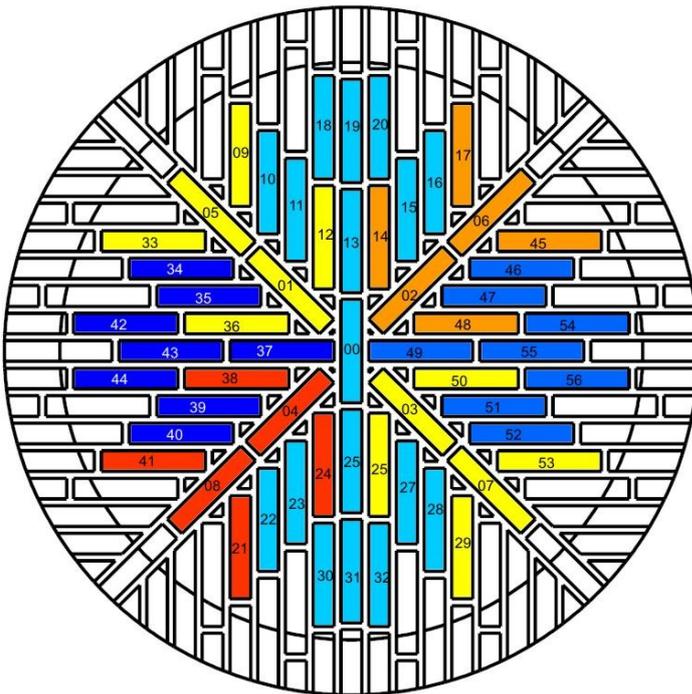
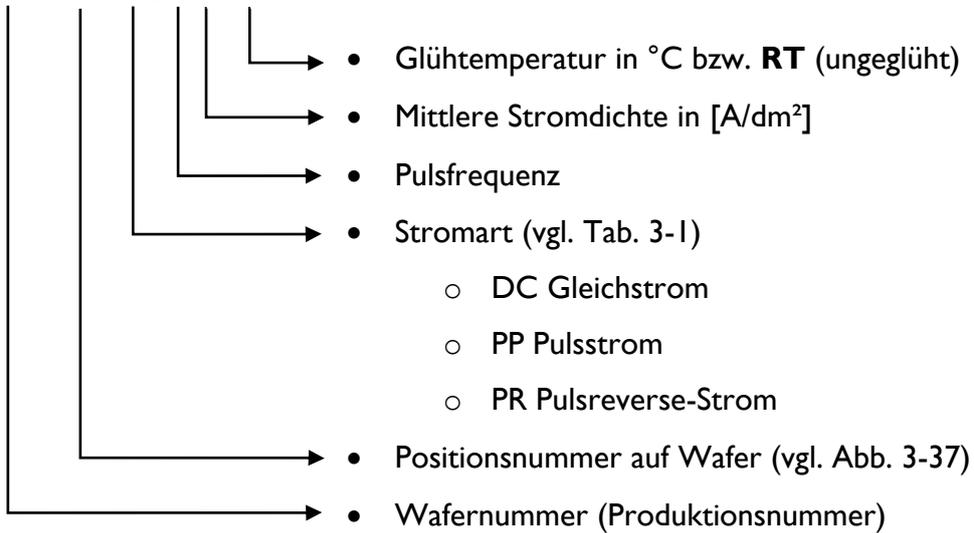
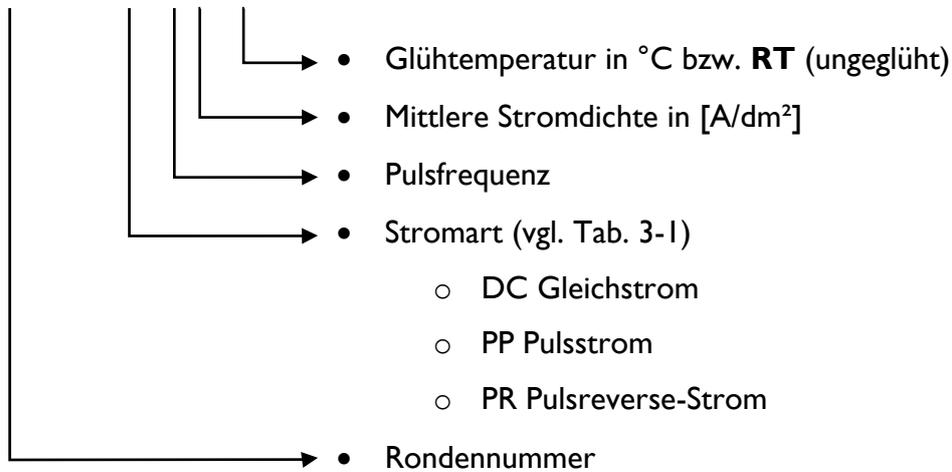


Abb. 3-37: Belegungsplan mit Positionsnummern der Mikroproben auf dem Si-Wafer

Beispiel der Probenbezeichnung, einer Galvanikschicht, die auf einer Kupferronde abgeschieden wurde:

RI10405-DC-0-2-RT



3.5.2 Übersichtsplan

Tab. 3-4: Kupferronden

Probenbez.	Wafer-/ Ronden- Nr.	Stromart	Puls- frequenz [Hz]	Strom- dichte [A/dm ²]	Glühtemp. [°C]
R310305-DC-0-2-RT	R310305	DC	0	2	RT
R310305-DC-0-2-800	R310305	DC	0	2	800
R171005-PP-200-4-800	R171005	PP	200	4	800
RI10405-DC-0-2-800	RI10405	DC	0	2	800
RI61205-DC-0-2-800	RI61205	DC	0	2	800

Tab. 3-5: Wafer 164, 233, 290

Probenbez.	Wafer-/ Ronden- Nr.	Stromart	Puls- frequenz [Hz]	Strom- dichte [A/dm ²]	Glühtemp. [°C]
WI64-X-DC-0-2-RT	WI64	DC	0	2	RT
W233-X-PR-50-2,3-RT	W233	PR	50	2,3	RT
W290-X-PR-200-2,3-RT	W290	PR	200	2,3	RT
W307-X-DC-0-3-RT	W307	DC	0	3	RT
W308-X-DC-0-3-RT	W308	DC	0	3	RT
W322-X-PR-200-2-RT	W322	PR	200	2	RT
W328-X-PR-400-2-RT	W328	PR	400	2	RT
W333-X-PR-200-2-RT	W333	PR	200	2	RT
W335-X-PR-200-1-RT	W335	PR	200	1	RT
W337-X-DC-0-3-RT	W337	DC	0	3	RT

4 Versuchstechnik

4.1 Mikrostrukturelle Untersuchungseinrichtungen

4.1.1 Lichtmikroskopie

Mit einem Lichtmikroskop⁸ (vgl. Abb. 4-1) werden die Gefügestände der unterschiedlich wärmebehandelten NiFe-Legierungen bei Korngrößen größer 2 μm charakterisiert.



Abb. 4-1: Auflichtmikroskop

4.1.2 Rasterkraftmikroskopie

Für hochauflösende Oberflächenaufnahmen ist ein Rasterkraftmikroskop⁹ (vgl. Abb. 4-2) vorhanden. Mit dessen Hilfe können die Gefüge mit Korngrößen zwischen 100 nm und 2000 nm betrachtet werden.

⁸Fa. Zeiss, Typ: Axioplan II

⁹Fa. Quesant, Typ: Q-Scope 250

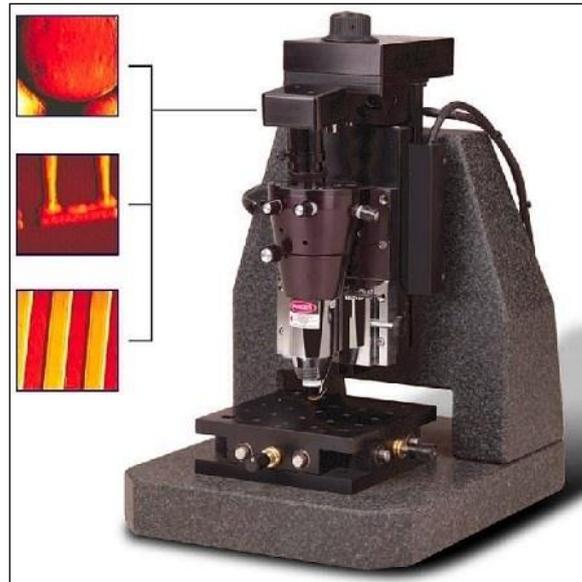


Abb. 4-2: Rasterkraftmikroskop

4.1.3 Rasterelektronenmikroskopie

Für die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen steht das Rasterelektronenmikroskop¹⁰ (REM) mit EDX¹¹ und EBSD¹², des Projektpartners Institut für Oberflächen- und Schichtanalytik GmbH (IFOS), der Universität Kaiserslautern zur Verfügung.

4.1.4 Transmissionselektronenmikroskopie

Die Nanoanalytik wird ebenfalls am Institut für Oberflächen- und Schichtanalytik GmbH (IFOS), der Technischen Universität Kaiserslautern durchgeführt. Dafür ist ein Transmissionselektronenmikroskop¹³ vorhanden.

4.1.5 Röntgendiffraktometrie

Die Bestimmung der Textur und die Ermittlung des mittleren Korndurchmessers bei nanokristallinen Gefügen erfolgt röntgenographisch mit einem ψ -Diffraktometer¹⁴ (vgl. Abb. 4-4). Abb. 4-3 zeigt den schematischen Aufbau. Der Primärstrahl einer Mikrofokus-

¹⁰ Fa. Jeol, Typ: JSM 6460LV (LaB₆-Kathode)

¹¹ EDAX Genesis 7000

¹² TSL 4.6

¹³ Fa. Jeol, Typ: JM 2010 mit EDX

¹⁴ Fa. GE Inspection Technologies, Typ: XRD 3003 PTS μ B

Röntgenröhre ist mit einem Röntgenlichtleiter (eFox → elyptical Fiber Optic for Xray) auf einen Durchmesser von 200 μm ausgeblendet. Alle Messungen erfolgen mit Cu- $K\alpha$ -Strahlung. Ein Halbleiterliniendetektor nimmt die Beugungslinien mit einer Auflösung von 50 μm auf.

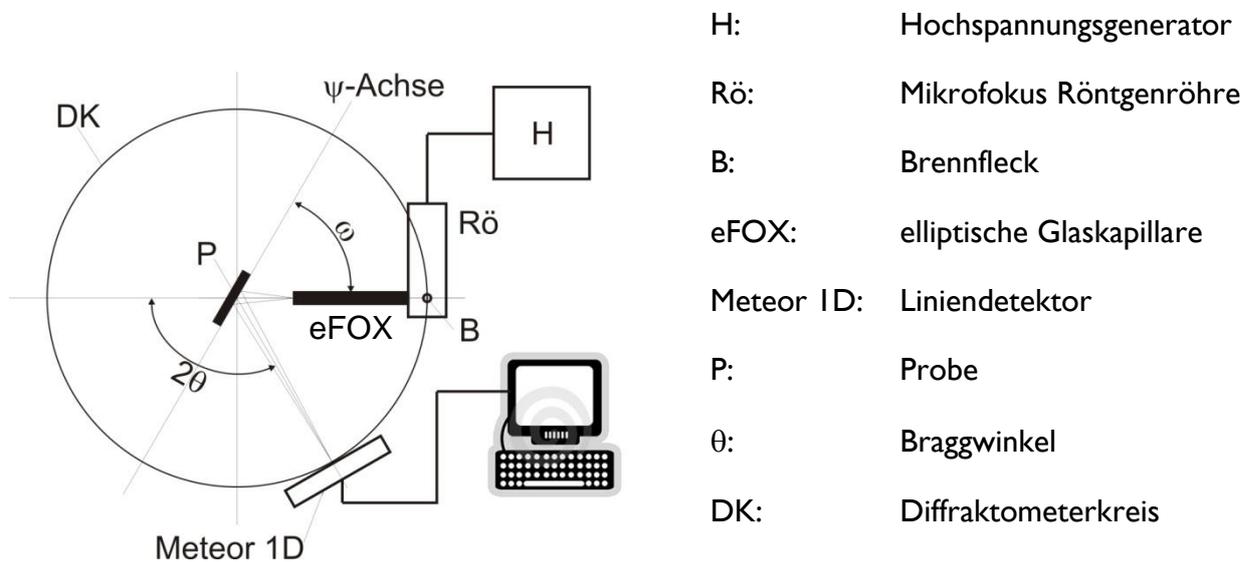


Abb. 4-3: Schematischer Aufbau des Röntgendiffraktometers

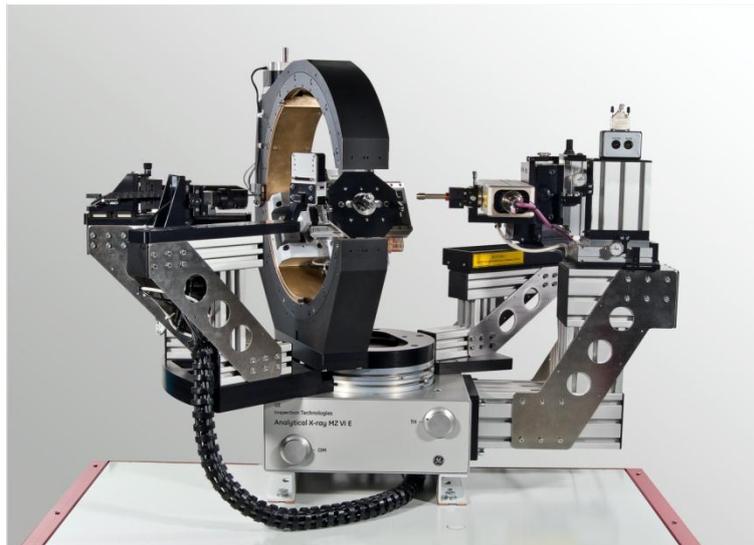


Abb. 4-4: Röntgendiffraktometer

4.2 Mechanisch-technologische Prüfeinrichtung

4.2.1 Instrumentierte Eindringprüfung

Das verwendete instrumentierte Eindringprüfgerät¹⁵ mit Prüfkräften von 0,4 mN bis 1000 mN verfügt über einen programmierbaren X/Y-Kreuztisch und ist rechnergesteuert. Zur Auswertung wird die Software „WinHCU“ verwendet.



Abb. 4-5 : Instrumentiertes Eindringprüfgerät

4.2.2 Mikrozugversuch

Die mechanischen Eigenschaften von den hier verwendeten Werkstoffen werden mit einer Mikrozugprüfmaschine¹⁶ (vgl. Abb. 4-6) ermittelt. Die Prüfmaschine ist bis zu einer maximalen Prüfkraft von 2,5 kN ausgelegt. Zur Messung der Kraft kommt eine 500 N Kraftmessdose zum Einsatz. Die Wegmessung erfolgt sowohl über den Traversenweg mit einer Auflösung von 25 nm als auch mittels Laser-Speckle-Extensometer, das eine Auflösung von 20 nm erreicht.

¹⁵ Fa. Fischer, Typ: Fischerscope HI00C

¹⁶ Fa. Messphysik Typ: μ Stain



Abb. 4-6: Mikrozugprüfmaschine

4.2.3 Mikrobiegeschwingversuch

Für die Durchführung von Mikrobiegeschwingversuchen steht eine von der Partner-Firma SincoTec angepasste Mikrobiegeschwingprüfmaschine¹⁷ zur Verfügung (vgl. Abschnitt 6.3).



Abb. 4-7: Mikrobiegeschwingprüfmaschine

¹⁷ Fa. SincoTec, Typ: µSwingly

5 Gefügecharakterisierungsmethoden

5.1 Bestimmung des Eisengehalts

Die Bestimmung der Eisengehalte der untersuchten Proben erfolgt mittels EDX-Analyse am Institut für Oberflächen- und Schichtanalytik GmbH (IFOS) der Universität Kaiserslautern.

5.2 Bestimmung der Korngröße mittels Linienschnittverfahren aus mikroskopischen Bildern

Bei dem Linienschnittverfahren wird eine Auszählung der Korngrenzen entlang einer Schnittlinie in einem Bild vorgenommen (vgl. Abb. 5-1). Teilt man die „wirkliche“ Linienlänge durch die Anzahl der gezählten Korngrenzen erhält man ein Maß für den mittleren Korndurchmesser D .

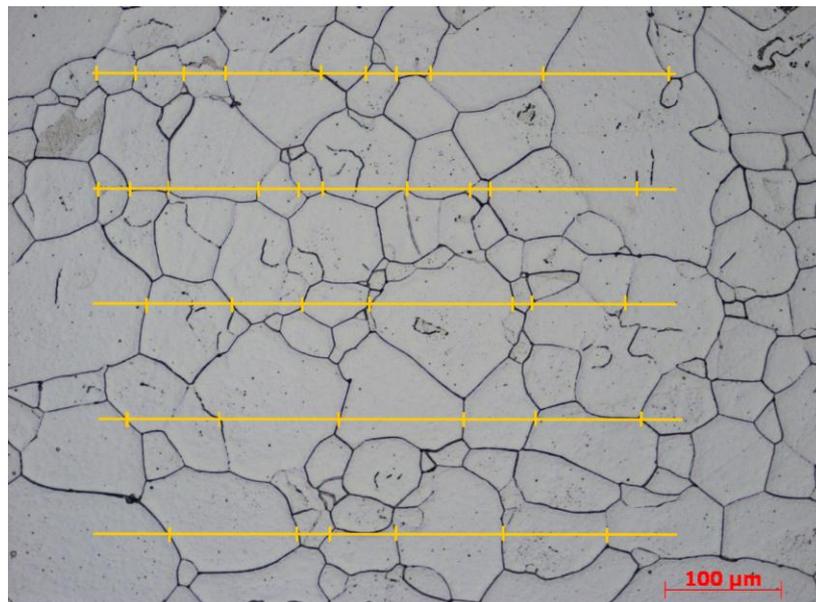


Abb. 5-1: Korngrößenbestimmung mittels Linienschnittverfahren an einer galvanisch hergestellten und bei 800 °C / 2h geglühten NiFe-Schicht: Gesamte Linienlänge: 2500 µm, gezählte Korngrenzen 39, berechneter mittlerer Korndurchmesser 64 µm

5.3 Röntgenografische Bestimmung von Korngröße und Gitterverzerrung

Scharfe Interferenzlinien, die unter großen Beugungswinkeln die Aufspaltung des $K\alpha$ -Duplets zeigen, sind ein Kennzeichen für Kristalle, die weitgehend frei von Gitterstörungen sind. Die Kristalle haben dabei mittlere Korngrößen von größer $1\ \mu\text{m}$ [11].

Für verbreiterte Interferenzlinien können folgende Ursachen maßgebend sein [11]:

1. Kleine Kristallite (5 nm – 200 nm)
2. Kristallite haben infolge von Baufehlern oder Gitterverzerrungen uneinheitliche Gitterparameter

Die sorgfältige Untersuchung der Linienbreiten mit dem jeweils gemessenen Beugungswinkel ermöglicht die Bestimmung der Korngröße und der Gitterverzerrungen. Als Maß für die gemessene Linienverbreiterung B_0 kann die Halbwertsbreite FWHM oder die integrale Breite IB herangezogen werden (vgl. Abb. 5-2). Im Folgenden wird die integrale Breite zur Bestimmung der Linienverbreiterung verwendet ($B_0 = IB$).

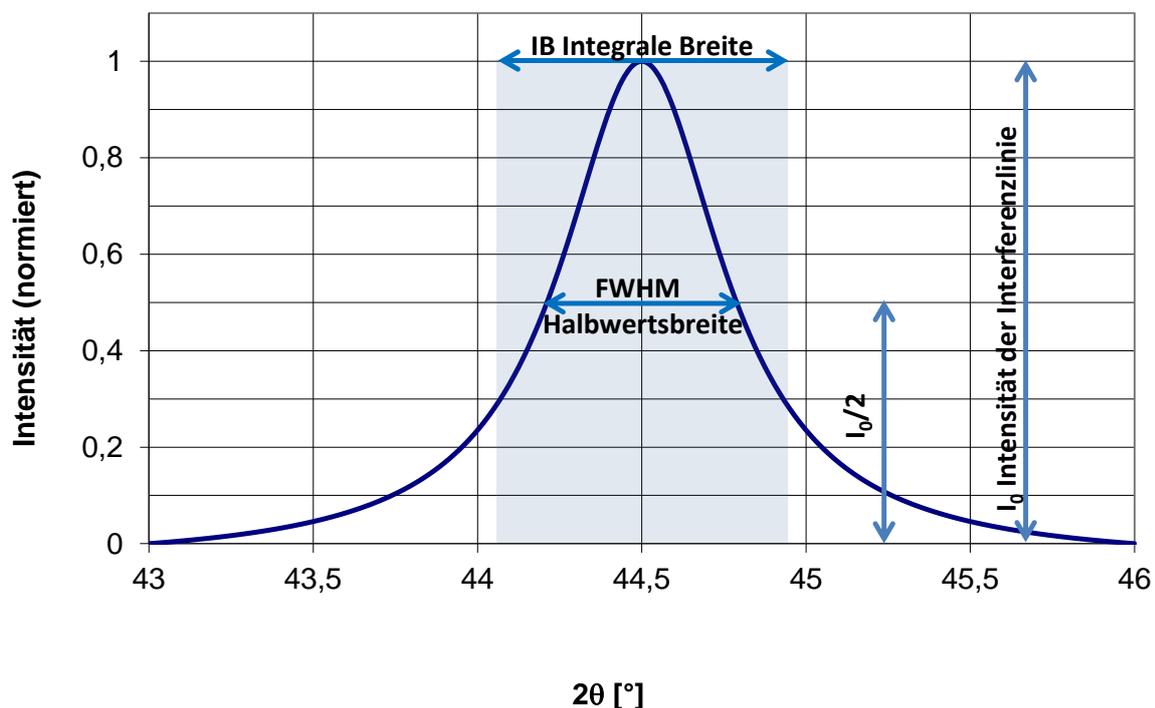


Abb. 5-2: Kenngrößen einer Interferenzlinie: Intensität I_0 , Halbwertsbreite FWHM, integrale Breite IB [12]

Bevor aus den gemessenen Linienbreiten Korngrößen bestimmt werden können, muss zunächst der instrumentelle Fehler ermittelt werden. Ist dieser bekannt, so kann nach der

einfachsten Annahme der instrumentelle Fehler B_i von der gemessenen Linienbreite subtrahiert werden (vgl. Gl. 5-1) [11].

$$B_r = B_0 - B_i \quad \text{Gl. 5-1}$$

Als besserer Ansatz zum Eliminieren der instrumentellen Verbreiterung erweist sich folgende Gleichung [13]:

$$B_r = B_0 - \frac{B_i^2}{B_0} \quad \text{Gl. 5-2}$$

Die Bestimmung der instrumentellen Verbreiterung erfolgt an einer „ungestörten“ Probe, bei der alle Möglichkeiten für Verbreiterungen sorgfältig beseitigt sind. Dabei kommt eine bei 1000 °C gegläute Si-Pulverprobe (Standard Referenz Material 640c) mit einer mittleren Partikelgröße von 4,9 µm zum Einsatz [14].

Eine an der Si-Pulverprobe, mit dem Röntgendiffraktometer gemessene Interferenzlinie ist in Abb. 5-3 dargestellt. Nach Abzug des Untergrunds werden mit der Auswertesoftware des Diffraktometerherstellers die integralen Breiten vermessen. Diese können direkt als instrumentelle Verbreiterung gesehen werden, da alle verbreiternden Einflüsse (Korngröße, Gitterverzerrung) der Probe als vernachlässigbar gesehen werden können (vgl. Tab. 5-1).

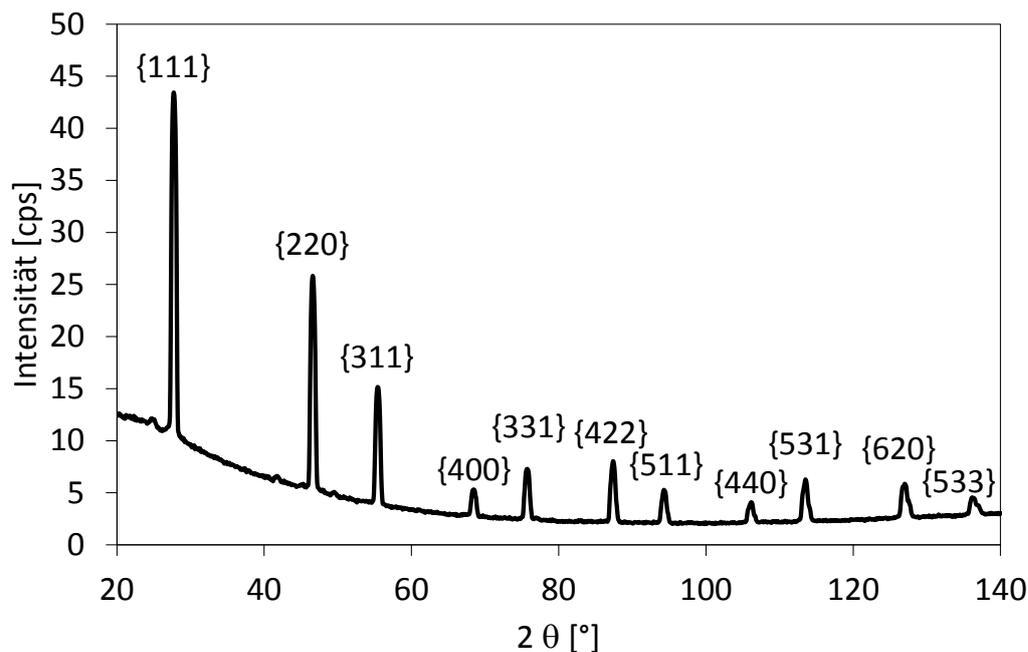


Abb. 5-3: Interferenzlinien an einer Si-Pulverprobe gemessen mit Cu-K α -Strahlung

Tab. 5-1: Instrumenteller Fehler B_i und Braggwinkel 2θ , dargestellt in Abhängigkeit der untersuchten Gitterebenen

h	k	l	2θ [°]	B_i [°]
1	1	1	28,0851	0,7201983
2	2	0	46,9632	0,71264368
3	1	1	55,7897	0,70833333
4	0	0	68,8299	0,72874881
3	3	1	76,1057	0,7145749
4	2	2	87,7519	0,70495673
5	1	1	94,7058	0,73361522
4	4	0	106,4915	0,84948454
5	3	1	113,8934	0,82221007
6	2	0	127,307	0,87022438
5	3	3	136,6149	0,93572084

Da die zu untersuchenden NiFe-Legierungen andere 2θ -Winkel der Beugungspeaks aufweisen, als die zur Bestimmung der instrumentellen Verbreiterung B_i vermessene Si-Pulverprobe, wird versucht eine möglichst einfache lineare Funktion zur Beschreibung des instrumentellen Fehlers zu finden.

$$\cos(\theta) B_i = m \sin(\theta) + b \quad \text{Gl. 5-3}$$

Zeichnet man ein Diagramm mit $\cos(\theta)B_i$ als Ordinatenwerte und $f(\sin(\theta))$ als Abszissenwerte, so liegen alle gemessenen Werte der instrumentellen Fehlerfunktion auf einer Geraden (vgl. Abb. 5-4). Diese Gerade lässt sich dann über zwei Parameter (Steigung m , Ordinatenabschnitt b) beschreiben.

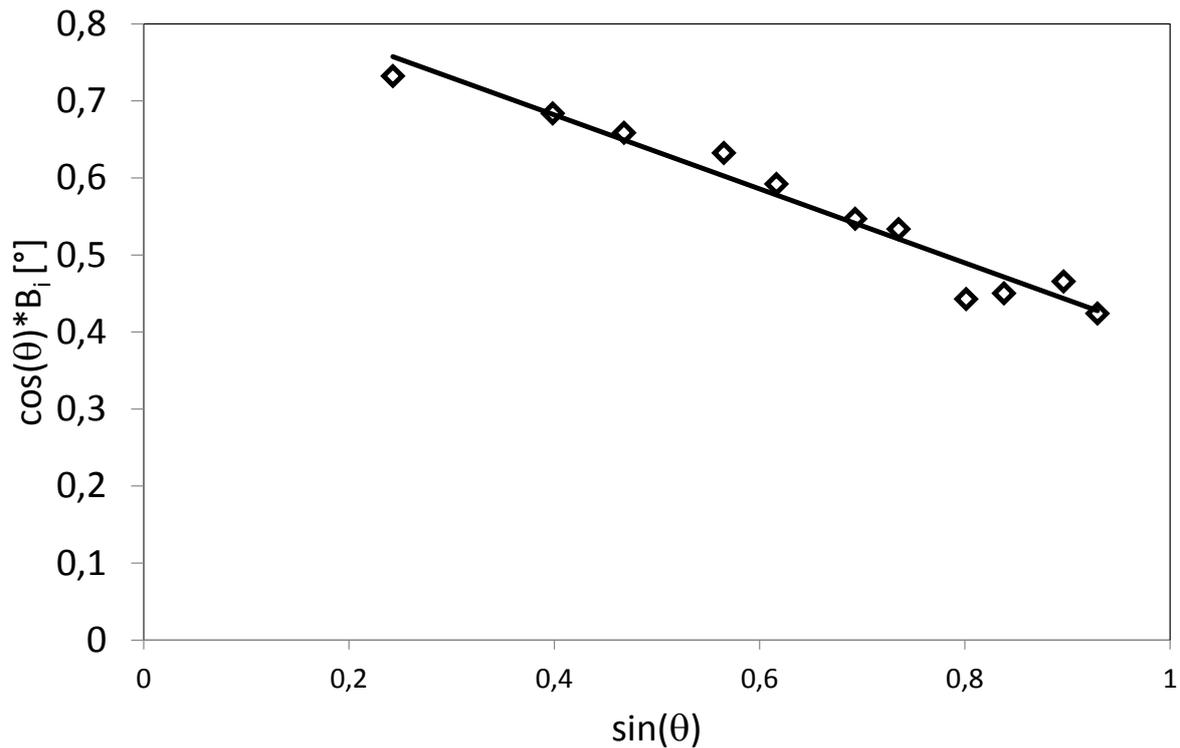


Abb. 5-4: Linearisiert dargestellte Funktion des instrumentellen Fehlers in Abhängigkeit von $\sin(\theta)$, ermittelt aus den Daten in Tab. 5-1 für Si-Pulver

Setzt man die Gleichung 5-3 in Gleichung 5-2 ein, erhält man eine Gleichung mit der man für alle gemessenen Linienbreiten B_0 die physikalische Linienbreite B_r unter Berücksichtigung des instrumentellen Fehlers berechnen kann (vgl. Gl. 5-4).

$$B_r = B_0 - \frac{(m \tan(\theta) + \frac{b}{\cos(\theta)})^2}{B_0} \quad \text{Gl. 5-4}$$

Beispielhaft sind die Interferenzlinien einer NiFe-Mikroprobe in Abb. 5-5 gezeigt. Die daraus ermittelten integralen Breiten IB , die mit Gleichung 5-3 berechneten instrumentellen Fehler B_i und die damit korrigierten physikalischen Linienbreiten B_r (vgl. Gl. 5-4) der Beugungspeaks sind in Tab. 5-2 dargestellt.

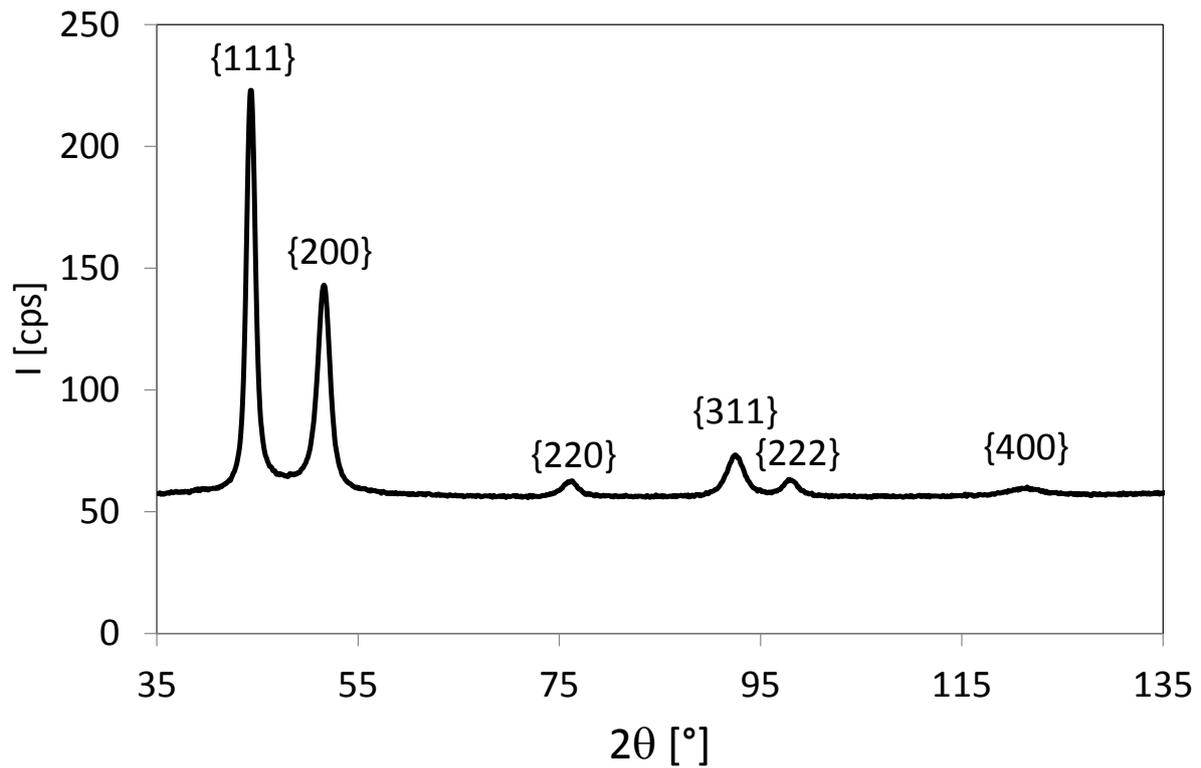


Abb. 5-5: Interferenzlinien einer NiFe-Mikroprobe

Tab. 5-2: Braggwinkel 2θ , integrale Breiten IB , errechnete instrumentelle Fehler B_i und die vom instrumentellen Fehler bereinigten physikalischen Linienbreiten B_r in Abhängigkeit der untersuchten Gitterebenen für eine NiFe-Mikroprobe

h	k	l	2θ [°]	IB [°]	B_i [°]	B_r [°]
1	1	1	44,25	1,43	0,71	1,08
2	0	0	51,44	2,34	0,70	2,13
2	2	0	75,90	2,83	0,71	2,65
3	1	1	92,29	3,07	0,75	2,89
2	2	2	97,73	2,55	0,76	2,32
4	0	0	121,17	6,75	0,87	6,64

Die physikalische Linienbreite B_r setzt sich aus zwei Teilverbreiterungen zusammen, und zwar Verbreiterungseinflüsse aufgrund der Kristallitgröße $B_{\text{crystallite}}$ und den infolge von Gitterverzerrungen auftretenden Verbreiterungen B_{strain} .

$$B_r = B_{\text{crystallite}} + B_{\text{strain}} \quad \text{Gl. 5-5}$$

Die Verbreiterung aufgrund der Kristallitgröße wird mit der Scherrer-Gleichung beschrieben (vgl. Gl. 5-6). Bei Auswertung unter Verwendung der integralen Breite IB benutzt man die Konstante $k = 1$ [11].

$$B_{\text{crystallite}} = \frac{k \lambda}{D \cos(\theta)} \quad \text{Gl. 5-6}$$

Zur Beschreibung des Anteils der Linienbreite infolge der Gitterverzerrungen η findet man den Ansatz in Gleichung 5-7 [15].

$$B_{\text{strain}} = \eta \tan(\theta) \quad \text{Gl. 5-7}$$

Setzt man die Gleichungen 5-6 und 5-7 in Gleichung 5-5 ein erhält man Gleichung 5-8.

$$B_r = \frac{k \lambda}{D \cos(\theta)} + \eta \tan(\theta) \quad \text{Gl. 5-8}$$

Gleichung 5-8 wird zur Linearisierung wie folgt umgeformt.

$$B_r \cos(\theta) = \frac{k \lambda}{D} + \eta \sin(\theta) \quad \text{Gl. 5-9}$$

Zur Bestimmung der Korngröße werden drei Auswertemethoden näher besprochen:

1. Ermittlung durch Wahl eines geeigneten Peaks mit der Scherrer-Gleichung (Gl. 5-6)
2. Ermittlung aus dem Williamson-Hall-Plot
3. Ermittlung aus modifiziertem Williamson-Hall-Plot

Die Scherrer-Gleichung kann zur Bestimmung der Korngröße Verwendung finden, wenn davon ausgegangen werden kann, dass die Linienverbreiterung bedingt durch die Gitterverzerrung vernachlässigbar klein ist. Dies ist entweder der Fall, wenn sehr wenig Gitterverzerrung vorhanden ist, oder wenn der Beugungswinkel des verwendeten Beugungspeaks sehr klein ist. Der Tangens für kleine Winkel ist sehr klein (vgl. Gl. 5-7, 5-8, Abb. 5-6). Durch einen kleinen 2θ -Winkel und eine hohe Intensität ist der Beugungspeak der $\{111\}$ -Ebene am besten geeignet.

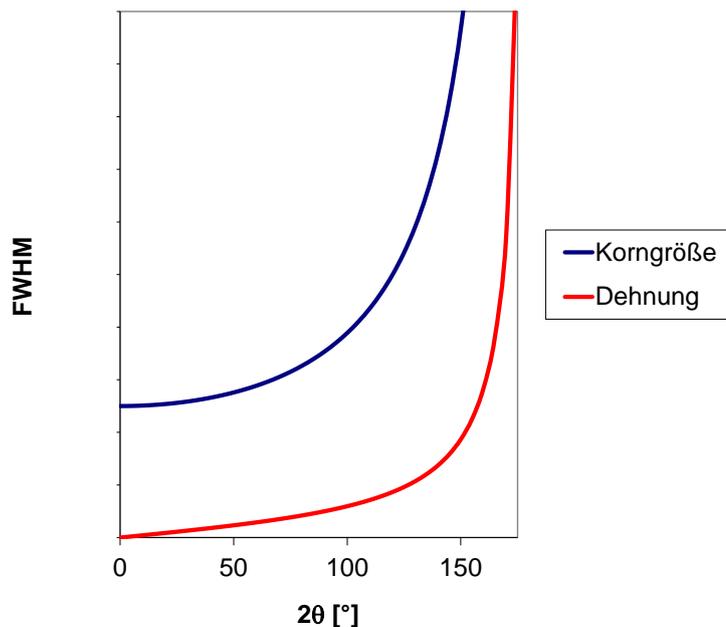


Abb. 5-6: Einfluss des Beugungswinkels auf den Verzerrungsanteil (Dehnung) und Korngrößenanteil der Halbwertsbreite [76]

Der sogenannte Williamson-Hall-Plot [77] wird mit Hilfe der Gl. 5-10 erstellt. Gleichung 5-10 erhält man indem man Gleichung 5-9 durch $(k \lambda)$ teilt. Trägt man die linke Seite der Gleichung 5-10 als Ordinatenwert und für den Abszissenwert $(\sin(\theta)/(k \lambda))$ in ein Diagramm ein, so sollte die Darstellung der Messpunkte auf einer Geraden liegen. Der Ordinatenabschnitt zeigt dann den Kehrwert der Korngröße (vgl. Abb. 5-7). Die Steigung der Geraden kann als Maß für die Gitterverzerrung η gesehen werden.

$$\frac{B_r \cos(\theta)}{k \lambda} = \frac{1}{D} + \frac{\eta \sin(\theta)}{k \lambda} \quad \text{Gl. 5-10}$$

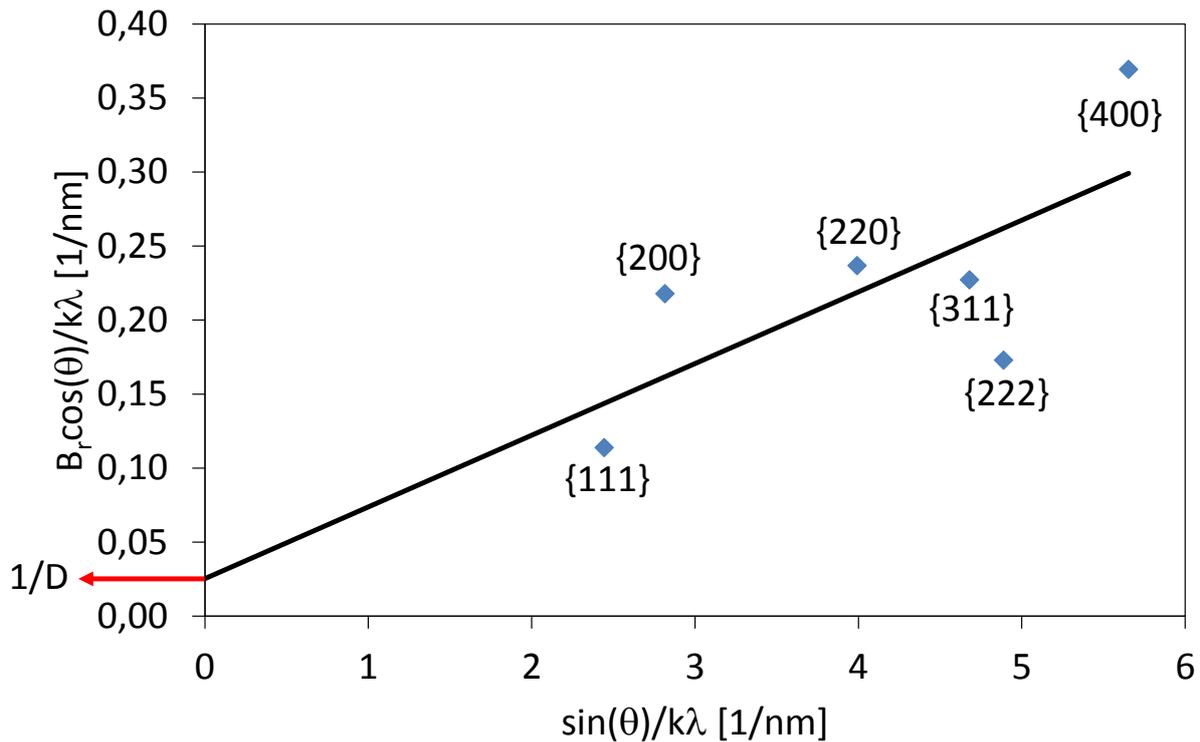


Abb. 5-7: Williamson-Hall-Plot zur Bestimmung der Korngröße und der Gitterverzerrung für eine FeNi-Mikroprobe

Aufgrund der relativ starken Anisotropie der Kristallite der untersuchten Nickel-Eisen-Legierungen kommt es durch Versetzungen im Material zu einer starken Abweichung der Punkte im Williamson-Hall-Plot von der Geraden (vgl. Abb. 5-7) [77].

Eine Modifikation des Williamson-Hall-Plot wird zur Lösung vorgeschlagen [77, 78]. Durch einen vom Werkstoff und der Gitterebenenindizierung abhängigen Kontrastfaktor (dislocation contrast factor) wird eine Korrektur der Verschiebungen vorgenommen. Gleichung 5-11 zeigt die mit dem Kontrastfaktor $C_{\{hkl\}}$ modifizierte Gleichung. Die Bestimmung des Kontrastfaktors erfolgt mit den Methoden aus [78] und wird hier nicht weiter erläutert.

$$\frac{B_r \cos(\theta)}{k \lambda} = \frac{1}{D} + \eta \left(\frac{\sin(\theta)}{k \lambda} \right)^2 C_{\{hkl\}} \quad \text{Gl. 5-11}$$

Trägt man die so modifizierten Werte in ein Diagramm ein, so ergibt sich eine deutlich bessere Näherung der Punkte an eine Gerade (vgl. Abb. 5-8).

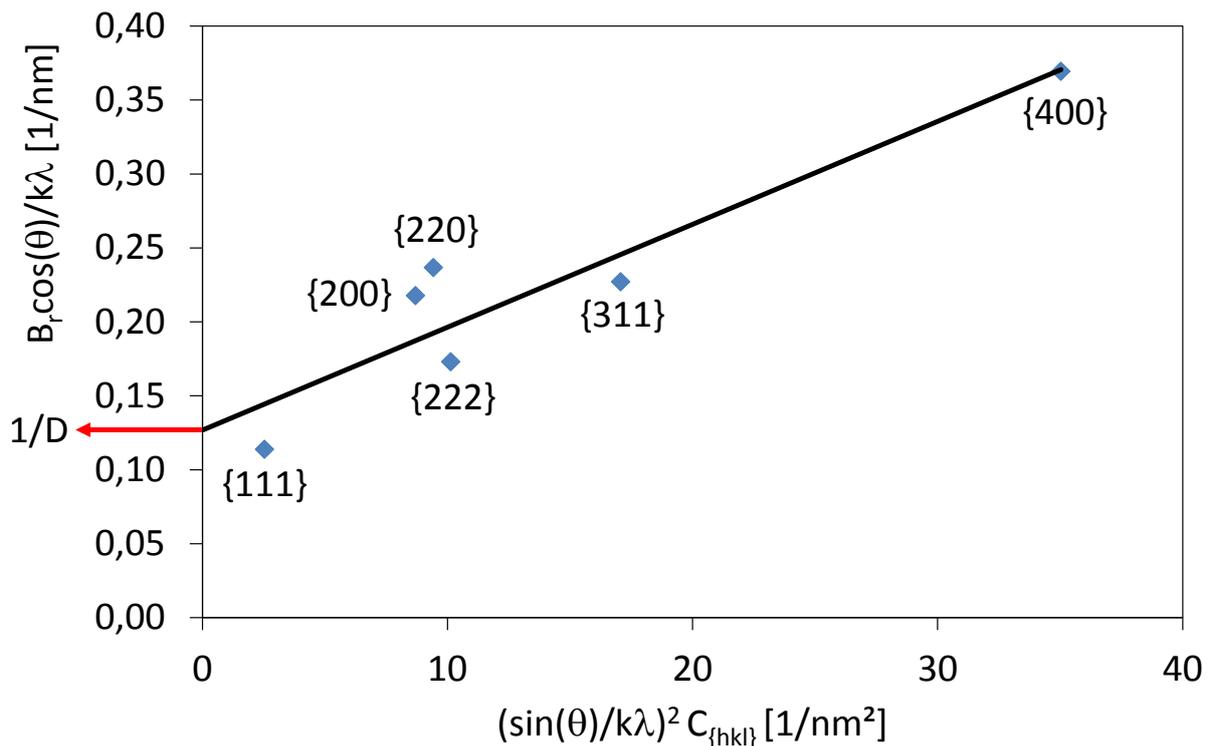


Abb. 5-8: Modifizierter Williamson-Hall-Plot zur Bestimmung der Korngröße und der Gitterverzerrung für eine NiFe-Mikroprobe

Beachtet man folgend, dass Nickel-Eisen-Legierungen im untersuchten Legierungsbereich bei Kristallisation im Gleichgewicht neben der Ni-Phase auch eine FeNi_3 -Phase als Überstruktur (vgl. Abschnitt 3.2) aufweisen können [66, 67], so ist davon auszugehen, dass sich die Interferenzlinien der beiden Phasen gegenseitig beeinflussen. Abb. 5-9 zeigt alle mit $\text{Cu-K}\alpha$ -Strahlung bestimmbar Interferenzlinienlagen der Ni- und der FeNi_3 -Phasen. Schwarz gekennzeichnet sind die Interferenzlinienlagen die überlagert sind.

Diese Überlagerung führt bei vorhandener Überstruktur (FeNi_3) zu einer Erhöhung der bestimmten Integralen Breite. In Abb. 5-8 ist diese Erhöhung an den Punkten der {200}- und der {220}-Gitterebene zu sehen. Werden nur die nicht überlagerten Interferenzlinienlagen ausgewertet, so liegen die drei verbleibenden Punkte genau auf einer Geraden (vgl. Abb. 5-10).

Für die folgend röntgenografisch bestimmten Korngrößen und Gitterverzerrungen wird der modifizierte Williamson-Hall-Plot angewendet. Zur Auswertung werden die Interferenzlinien der {222}-, {311}- und {400}-Gitterebenen verwendet. Die Korngröße wird aus dem Ordinatenabschnitt der Ausgleichsgeraden bestimmt. Die Steigung liefert ein Maß für die Gitterverzerrung.

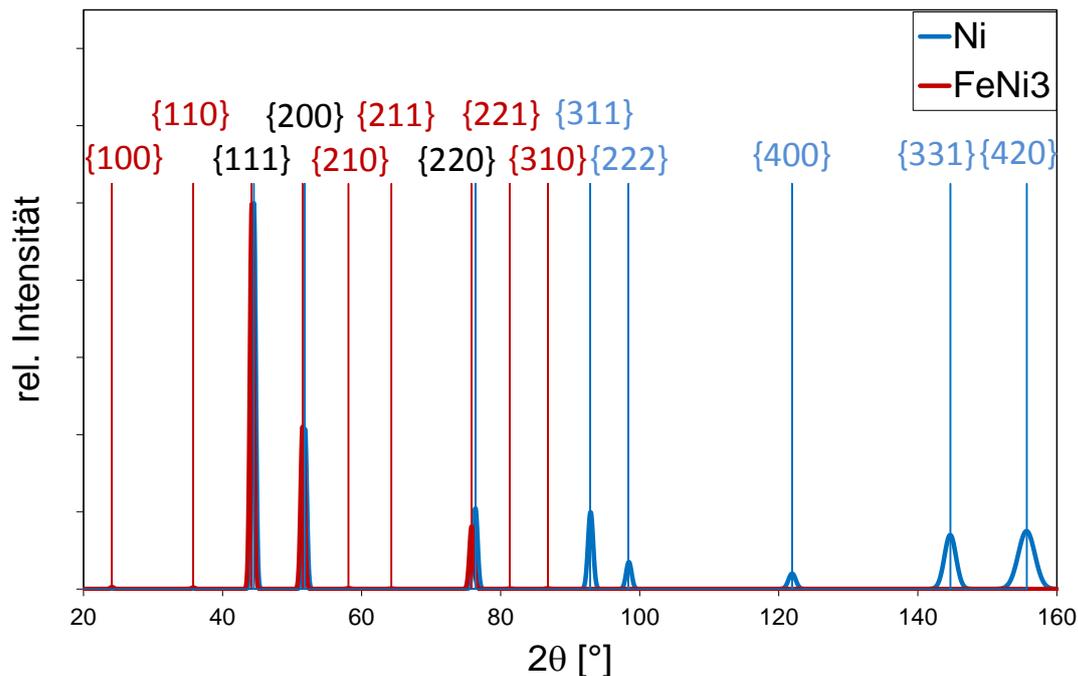


Abb. 5-9: Interferenzlinienlagen der Ni-Phase (blau), der FeNi₃-Phase (rot) und der überlagerten Interferenzlinienlagen (schwarz) [79]

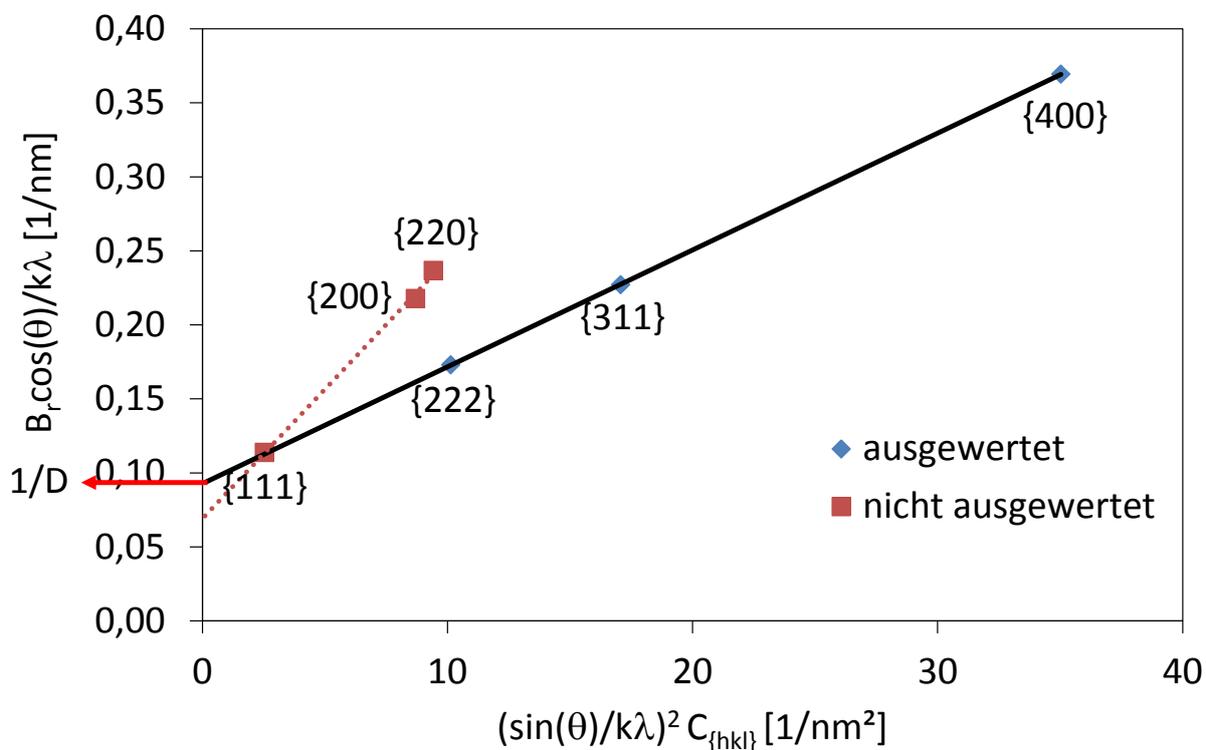


Abb. 5-10: Modifizierter Williamson-Hall-Plot zur Bestimmung der Korngröße und der Gitterverzerrung für eine NiFe-Mikroprobe, ausgewertet sind nur nicht von der FeNi₃-Überstruktur beeinflusste Interferenzlinienlagen

Zur Verifikation der Korngrößenbestimmung werden beim Projektpartner IFOS TEM-Aufnahmen an zwei Mikroproben angefertigt. Der Vergleich zwischen den Aufnahmen und den mit XRD-Messung bestimmten Korngrößen zeigt eine gute Übereinstimmung. Dabei werden für die XRD-Messung Korngrößen von 17 nm für Mikroprobe W335-35-PR-200-I-RT und 11 nm für Mikroprobe W337-37-DC-0-3-RT bestimmt. Abb. 5-11 zeigt die TEM-Aufnahmen der beiden Mikroproben.

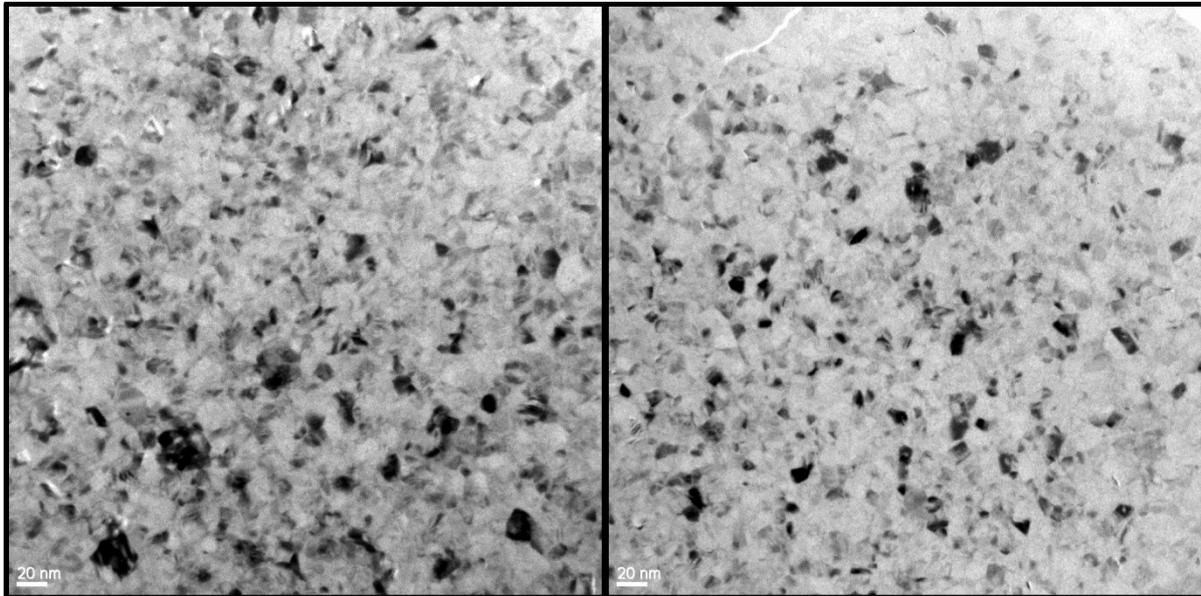


Abb. 5-11: TEM-Aufnahmen der Gefüge von Mikroprobe W335-35-PR-200-I-RT (links) und W337-37-DC-0-3-RT (rechts)

5.4 Röntgenografische Bestimmung der Textur

Zur Bewertung der Orientierungsverteilung der Körner werden röntgenographische Texturmessungen durchgeführt. Die Polfiguren sind an einer Schlieffläche senkrecht zur Galvanisierungsrichtung aufgenommen. Alle untersuchten Proben zeigen eine rotationssymmetrische Polfigur (vgl. Abb. 5-12). Texturen die diese Symmetrie aufweisen werden als Fasertexturen bezeichnet [17].

Fasertexturen ermöglichen eine vereinfachte Betrachtung. Durch die Rotationssymmetrie reicht es aus nur einen Schnitt durch die Polfigur zu untersuchen (vgl. Abb. 5-12). Der hier betrachtete Kippwinkelbereich liegt von 0° bis 80° . Abb. 5-13 zeigt für den Schnitt die Intensität in Abhängigkeit des Kippwinkels.

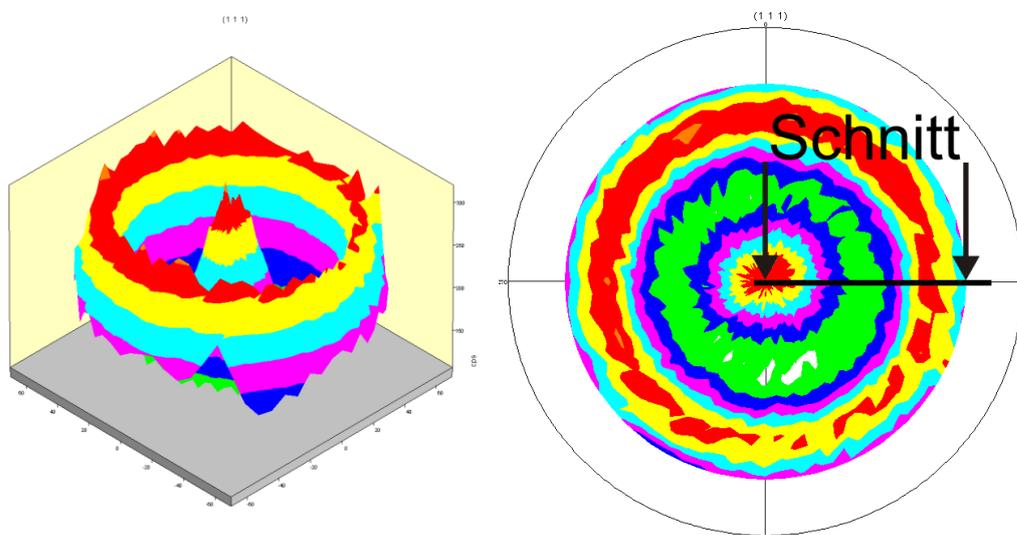


Abb. 5-12: Polfigur $\{111\}$ und Schnitt für Texturdarstellungen; Mikroprobe W307-X-DC-0-2-RT

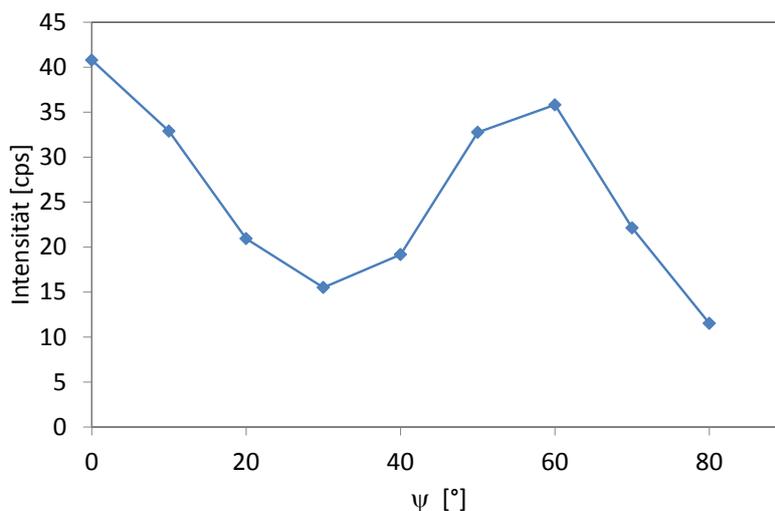


Abb. 5-13: Schnitt durch die Polfigur der $\{111\}$ -Textur; Mikroprobe W307-X-DC-0-2-RT

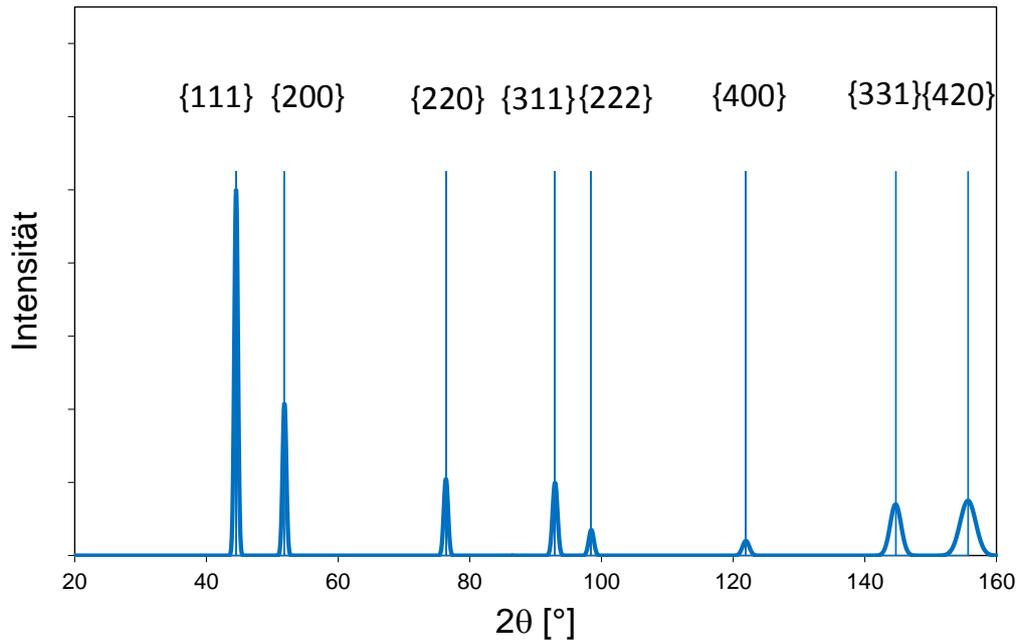


Abb. 5-14: Intensitäten der Nickel-Beugungspeaks einer nicht texturierten Probe (schematisch)

Beugungspeaks unterschiedlicher Gitterebenen von nicht texturierten Proben unterscheiden sich unter anderem in der Intensität (vgl. Abb. 5-14). Vergleicht man die Intensitäten von Polfiguren der $\{111\}$ -, $\{200\}$ -, $\{220\}$ -Ebenen, ohne Berücksichtigung dieser Intensitätsunterschiede, so erscheint die Kurve der $\{111\}$ -Ebene als intensitätsstärkste Kurve (vgl. Abb. 5-15).

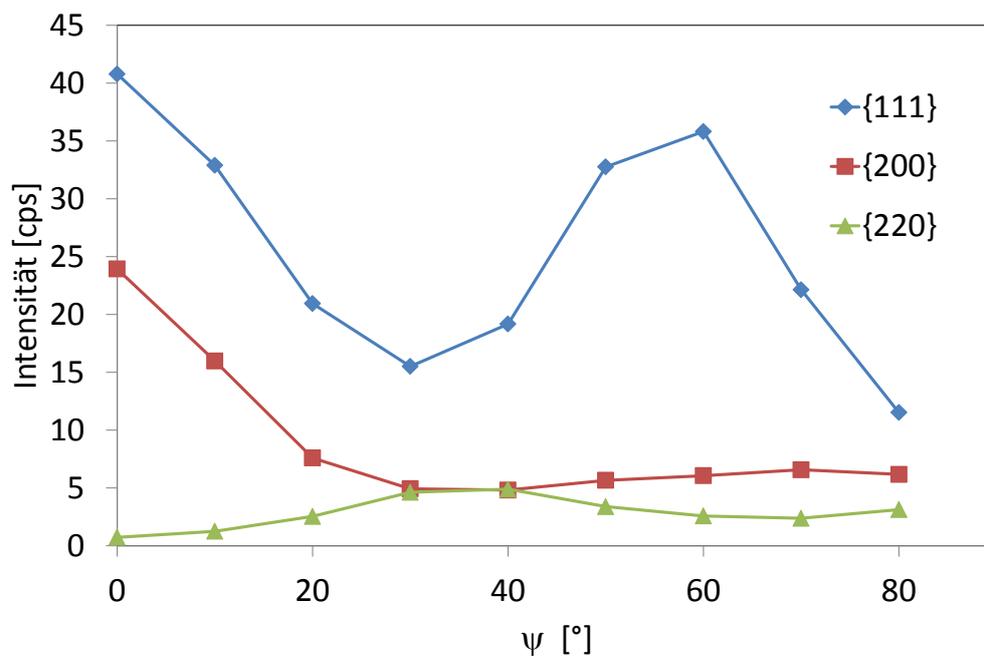


Abb. 5-15: Intensitäten der gemessenen Gitterebenen in Abhängigkeit der Verkippung ψ zur Oberflächennormale für Mikroprobe W307-X-DC-0-2-RT

Zur Bewertung der vorhandenen Texturen sind die in Abb. 5-15 gezeigten Intensitäten nicht ohne weiteres verwendbar. Der Grund liegt darin, dass selbst wenn keine Textur vorliegt Intensitätsunterschiede zwischen den Beugungspeaks auftreten (vgl. Abb. 5-14). Tab. 5-3 zeigt die relativen Intensitäten der Beugungspeaks einer homogenen isotropen Ni-Probe [79].

Tab. 5-3: Relative Intensitäten I^{rel} einer homogenen isotropen Ni-Probe in Abhängigkeit der Ebenenindizierung [79]

h	k	l	I^{rel} [%]	2θ [°]
1	1	1	100	44,507
2	0	0	42	51,846
2	2	0	21	76,370
3	1	1	20	92,944
2	2	2	7	98,446
4	0	0	4	121,930
3	3	1	14	144,669
4	2	0	15	155,653

Berücksichtigt werden die relativen Intensitäten durch Einführung einer gewichteten Intensität $I_{\{hkl\}}^{\text{gew}}$ (vgl. Gl. 5-12). Diese wird aus der gemessenen ($I_{\{hkl\}}^{\text{mess}}$) und der relativen ($I_{\{hkl\}}^{\text{rel}}$) Intensität (vgl. Tab. 5-3) errechnet.

$$I_{\{hkl\}}^{\text{gew}} = \frac{I_{\{hkl\}}^{\text{mess}}}{I_{\{hkl\}}^{\text{rel}}} \quad \text{Gl. 5-12}$$

Ein Vergleich der Kurvenverläufe derselben Messergebnisse wie in Abb. 5-15 lässt, durch die Einbeziehung der gewichteten Intensitäten, die Kurve der {200}-Ebene als intensitätsstärkste Kurve erkennen (vgl. Abb. 5-16). Somit liegt eine {200}-Textur und eine etwas schwächere {111}-Textur parallel zur Oberfläche vor.

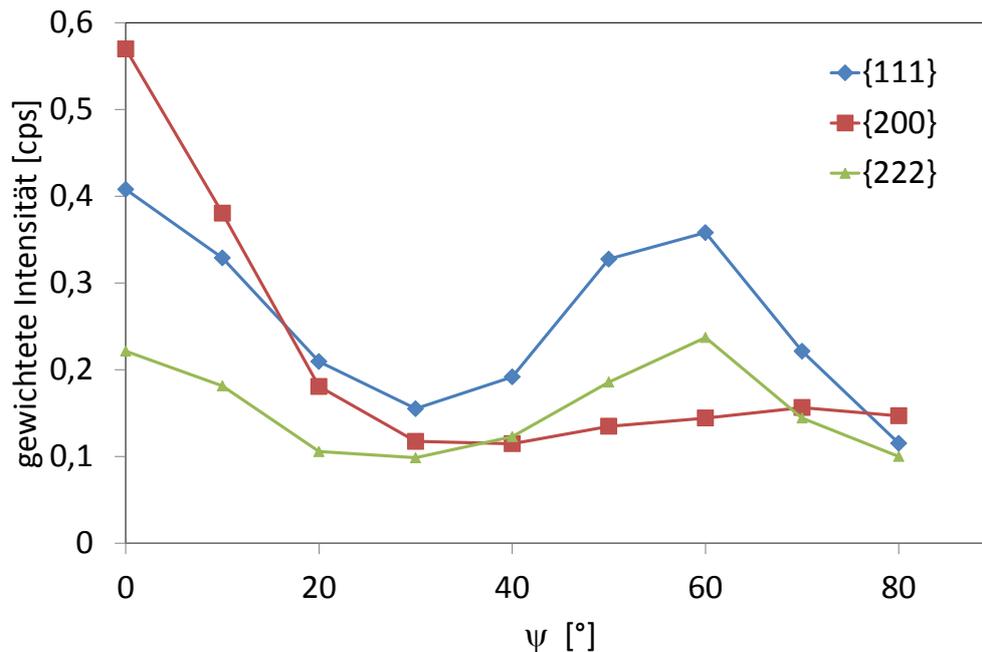


Abb. 5-16: Gewichtete Intensitäten der gemessenen Gitterebenen in Abhängigkeit der Verkippung ψ zur Oberflächennormale für Mikroprobe W307-X-DC-0-2-RT

Der Harris-Texturindex bietet eine einfache Möglichkeit die komplexe Information einer Polfigur auf nur wenige Zahlenwerte zu reduzieren. Die für vergleichende Betrachtungen vorgesehene Größe ist in Gl. 5-13 definiert [19]. Hier werden drei Orientierungen ($\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$) in die Berechnung einbezogen. Somit kann der Wert des Harris-Texturindex einen Wert von 0 bis 3 annehmen. Wenn ein isotroper Werkstoff vorliegt hat der Harris-Texturindex aller drei gemessenen Texturen einen Wert von 1 ($T_{\{111\}}=1$, $T_{\{200\}}=1$, $T_{\{220\}}=1$). Für Werte größer 1 liegt eine Vorzugsorientierung dieser Ebene vor. Die betrachtete Richtung ist in diesem Fall immer parallel zur Oberfläche der Probe. Es werden die Intensitäten, die mit einem Kippwinkel von $\psi=0$ (vgl. Abb. 5-15) gemessen sind, zur Berechnung verwendet.

$$T_{\{hkl\}} = \frac{\frac{I_{\{hkl\}}^{\text{mess}}}{I_{\{hkl\}}^{\text{rel}}}}{\frac{1}{3} \left(\frac{I_{\{111\}}^{\text{mess}}}{I_{\{111\}}^{\text{rel}}} + \frac{I_{\{200\}}^{\text{mess}}}{I_{\{200\}}^{\text{rel}}} + \frac{I_{\{220\}}^{\text{mess}}}{I_{\{220\}}^{\text{rel}}} \right)} \quad \text{Gl.5-13}$$

Beispielhaft ist in Tab. 5-4 der Harris-Texturindex der Mikroprobe W307-DC-0-2-RT wiedergegeben. Diese Probe zeigt eine $\{200\}$ -Textur und eine schwächere $\{111\}$ -Textur.

Tab. 5-4: Harris-Texturindex $T_{\{hkl\}}$ berechnet aus den gemessenen I^{mess} und den relativen I^{rel} Intensitäten von Mikrorobe W307-DC-0-2-RT

h	k	l	2θ [°]	I^{rel} [%]	I^{mess} [cps]	I^{gew} [cps/%]	$T_{\{hkl\}}$
1	1	1	44,507	100	40,78	0,41	1,21
2	0	0	51,846	42	23,93	0,57	1,69
2	2	0	76,370	21	0,73	0,05	0,10

6 Mechanisch-technologische Charakterisierungsmethoden

6.1 Instrumentierte Eindringprüfung

6.1.1 Kenngrößen

Bei der instrumentierten Eindringprüfung (DIN EN ISO 14577) wird ein Eindringkörper (z.B. Vickersdiamant) in den zu prüfenden Werkstoff eingedrückt. Dabei werden Kraft und Weg während der plastischen und elastischen Verformung simultan gemessen. Die Auswertung des vollständigen Prüfzyklus liefert neben weiteren Werkstoffkenngrößen (z.B. Eindringmodul) Härtewerte, die traditionellen Härtewerten (z.B. Vickershärte) äquivalent sind [20, 21].

In Abb. 6-1 (links oben) ist der Eindringkörper unter Belastung dargestellt. Die dort eingetragenen geometrischen Größen dienen zur Berechnung diverser Härtewerte. So kann z.B. aus der Eindringfläche $A_s(h)$ bei bekannter Kraft die Martenshärte HM ermittelt werden. Abb. 6-1 (rechts) zeigt einen gemessenen Kraft-Weg-Zusammenhang des Eindringvorgangs.

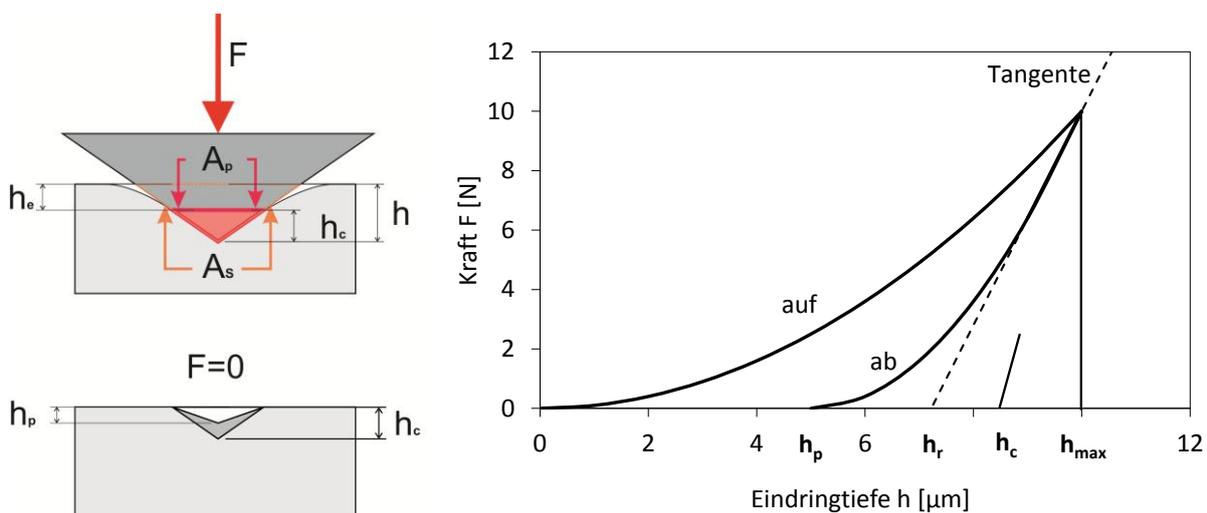


Abb. 6-1: Vereinfachte Darstellung des elastisch-plastischen Eindringvorgangs (links) und der gemessenen Kraft-Weg-Abhängigkeit ("Eindringkurve", rechts) [21]

Mit der instrumentierten Eindringprüfung werden die Werkstoffkenngrößen Martenshärte, Eindringhärte und Eindringmodul ermittelt. Folgend sind die Definitionen dieser Kenngrößen dargestellt.

Martenshärte HM :

$$HM = \frac{F}{A_s(h)} \quad \text{Gl. 6-1}$$

$A_s(h)$ ist die Oberfläche von der Spitze bis zum Abstand $h=h_c+h_e$ [20, 21].

Eindringhärte H_{IT}

$$H_{IT} = \frac{F}{A_p(h_c)} \quad \text{Gl. 6-2}$$

$A_p(h_c)$ ist die projizierte Kontaktfläche des Eindringkörpers bis zum Abstand h_c von der Spitze [20, 21].

Eindringmodul E_{IT} [20, 21]

$$E_{IT} = \frac{1 - (\nu_S)^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - (\nu_i)^2}{E_i}} \quad \text{Gl. 6-3}$$

Mit

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C\sqrt{A_p}} \quad \text{Gl. 6-4}$$

Dabei ist:

- ν_S Poisson-Zahl der Probe
- ν_i Poisson-Zahl des Eindringkörpers (für Diamant 0,07)
- E_r reduzierter Modul des Eindringkontaktes
- E_i E-Modul des Eindringkörpers (für Diamant $1,14 \times 10^6$ N/mm²)
- C Kontaktnachgiebigkeit dh/dF der Kurve für die Prüfkraftrücknahme bei maximaler Prüfkraft (reziproker Wert der Kontaktsteifigkeit)
- A_p projizierte Kontaktfläche

6.1.2 Definition der Messpunktpositionen

Zur Ermittlung von Härtemittelwerten ist eine Matrix am Probenkopf mit 3x3 Härteabdrücken vorgesehen. Die Position des mittleren Abdrucks ist in Abb. 6-2 für Mikrobiageschwingproben und in Abb. 6-3 für Mikrozugproben definiert. Abb. 6-4 zeigt eine Messpunktmatrix mit der Festlegung geeigneter Messpunktstände. Geprüft wird direkt nach der Fertigung, d. h. die Mikroproben sind noch unbeanspruch.

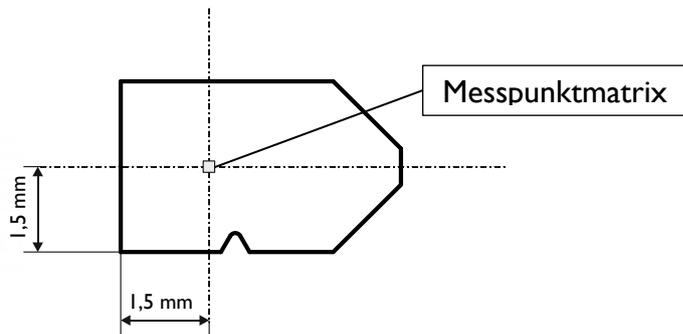


Abb. 6-2: Position der Mitte der Messpunktmatrix für Mikrohärtemessungen am Probenkopf von Mikrobiegeschwingproben

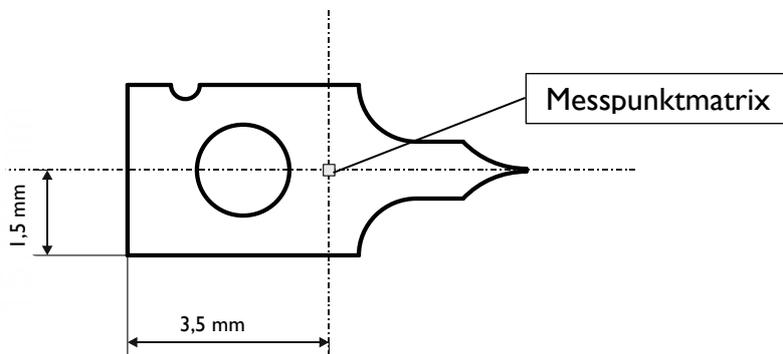


Abb. 6-3: Position der Mitte der Messpunktmatrix für Mikrohärtemessungen am Probenkopf von Mikrozugproben

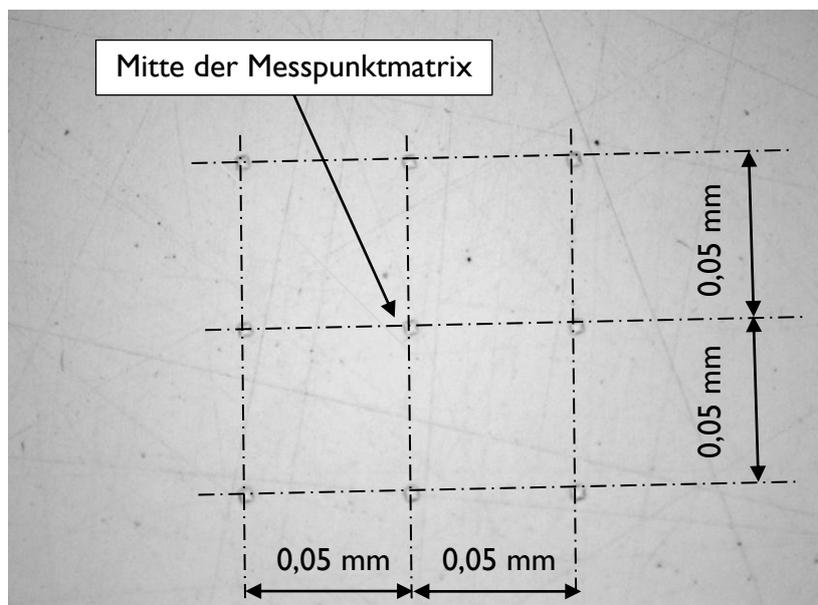


Abb. 6-4: Positionen der neun Messpunkte relativ zur Mitte der Messpunktmatrix

6.2 Mikrozugversuch

Aufgabe des Mikrozugversuchs ist es, den Nennspannungs-Totaldehnungs-Zusammenhang durch zügige Beanspruchung der Mikrozugproben bis zum Bruch zu registrieren. Aus dem Nennspannungs-Totaldehnungs-Zusammenhang werden dann quasistatische mechanische Kenngrößen (R_m , $R_{p0,2}$, E-Modul, $A_{8,98}$) gemäß DIN EN ISO 6892 bestimmt.

Die zu Projektbeginn beschaffte Mikrozugprüfmaschine¹⁸ liefert nach ersten Untersuchungen keine reproduzierbaren Ergebnisse. Eine genauere Untersuchung der Fehlerquellen ergibt, dass das mitgelieferte Spannzeug störende Momente in die Mikrozugprobe einleitet [22, 23]. Dies erfordert eine Optimierung der Mikrozugprüfmaschine.

6.2.1 Optimierung Mikrozugprüfmaschine

Zur Überprüfung der Messgenauigkeit der Mikrozugprüfmaschine werden vergleichende Messungen an „kleinen“ Stahlzugproben (vgl. Abb. 6-5), mit applizierten Dehnungsmessstreifen (DMS), durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen eine deutliche Differenz zwischen den mit der DMS-Messung und den mit dem Laser-Speckle-Extensometer (LSE) der Mikrozugprüfmaschine bestimmten E-Modulen (vgl. Tab. 6-1).

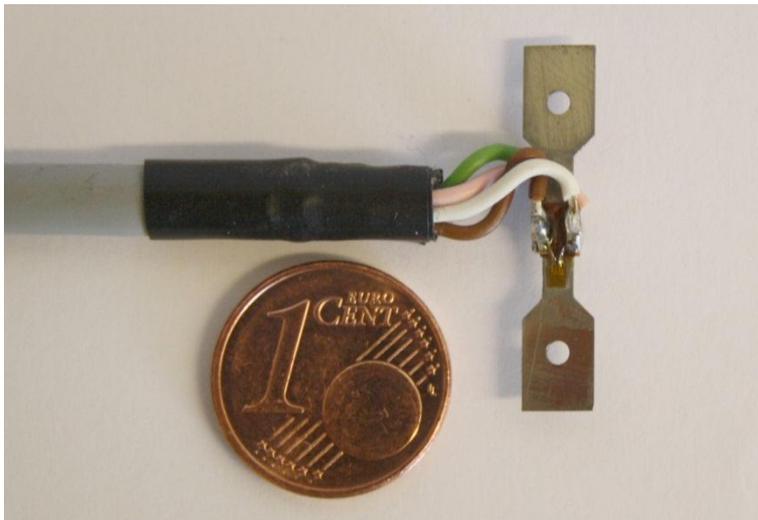


Abb. 6-5: „Kleine“ Stahlzugprobe mit applizierten DMS

Tab. 6-1: Ergebnisse der vergleichenden Messungen zwischen Dehnungsmessstreifen (DMS) und Laser-Speckle-Extensometer (LSE) [23]

Versuch Nr.	1	2	3	4
E-Modul LSE [GPa]	140,2	117,6	98,3	89,43
E-Modul DMS [GPa]	200,5	201,0	201,3	200,7

¹⁸ Fa. Messphysik, Typ: μ Strain

Die Ergebnisse dieser Versuche sind keinesfalls befriedigend. Zur Findung der Fehlerquelle werden zwei Komponenten der Mikrozugprüfmaschine überprüft. Als Erstes wird das Spannzeug (vgl. Abb. 6-6) auf momentenfreie Probeneinspannung untersucht. Es folgt als Zweites eine genauere Überprüfung der Dehnungsmessung mit dem Laser-Speckle-Extensometer.

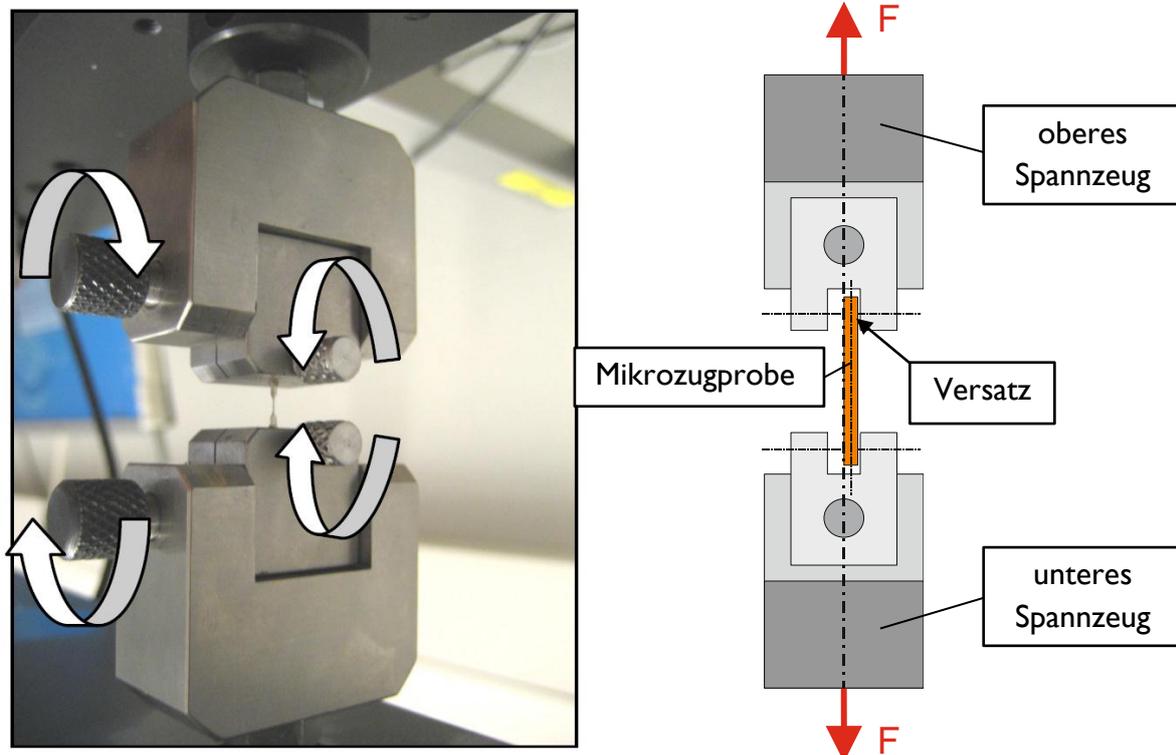


Abb. 6-6: Bewegungs­möglichkeiten des Spann­zeugs (links); Versatz der Mittellinie des Spann­zeugs zur Mittellinie der Mikro­zug­probe (schematisch, rechts)

Eine genaue Betrachtung des Spann­zeugs ergibt, dass die zum Ausgleich von Momenten gedachten „kardanischen“ Gelenke der Probeneinspannung zu relativ hohen Momenten führen (vgl. Abb. 6-6). Diese Momente entstehen durch einen Versatz zwischen Probenmittellinie und Spann­zeugmittellinie (Abb. 6-6, rechts). Wegen der kleinen Probenabmessungen der Mikro­zug­proben reicht schon ein kleiner Versatz aus um Momente zu erzeugen, die den Spannungszustand maßgeblich beeinflussen. Zudem kommt es bei den Ausgleichsbewegungen der Gelenke zum Ruck-Gleiten in diesen [43]. Somit ist eine Neukonstruktion des Spann­zeugs notwendig.

Das neu konstruierte Spann­zeug ist so ausgelegt, dass dieses eine sehr exakte Ausrichtung der Spann­flächen des oberen und unteren Spann­zeugs ermöglicht. Des Weiteren ist die Spann­kraft mit einem Drehmomentschlüssel exakt einstellbar. Abb. 6-7 zeigt das CAD-Modell der Neukonstruktion.

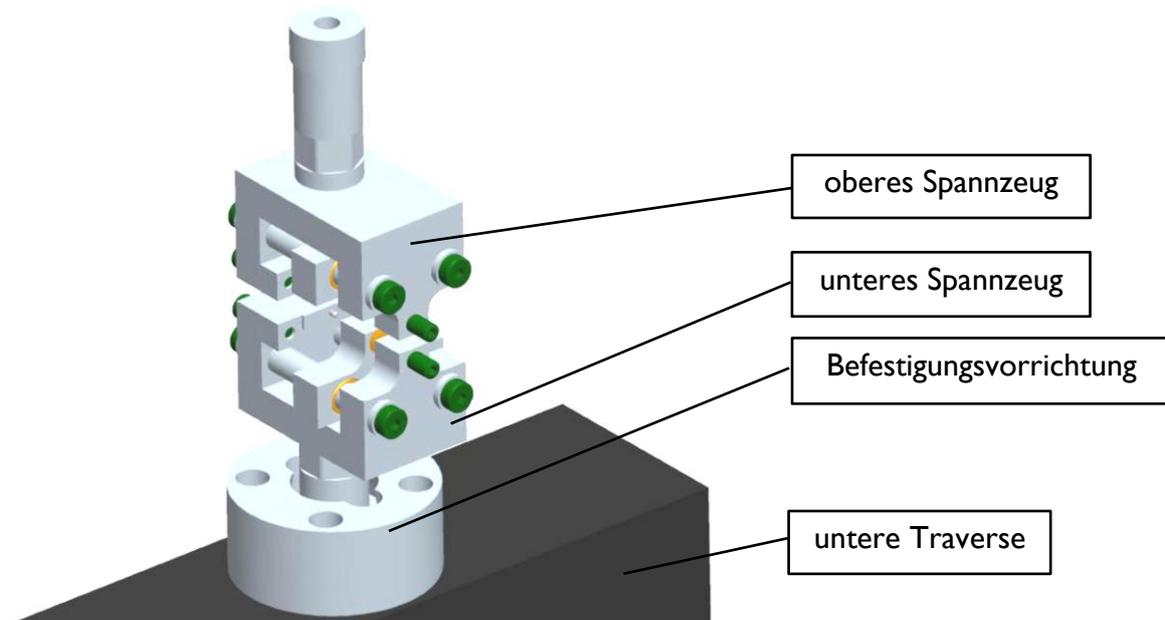


Abb. 6-7: CAD-Modell der Neukonstruktion des Spannzeugs

Die exakte Ausrichtung der beiden Spannzeuge erfolgt unter Verwendung einer Justierlehre (vgl. Abb. 6-9). Dabei sind folgende Montageschritte durchzuführen (vgl. Abb. 6-8):

- Oberes Spannzeug fest mit der Kraftmessdose der oberen Traverse verschrauben
- Justierlehre an die Anschlagflächen des oberen Spannzeugs anlegen und das Spannzeug mit definierter Kraft schließen. Definiertes Anzugsmoment wird dabei über einen Drehmomentschlüssel eingestellt.
- Anschließend das untere Spannzeug an die Justierlehre anschlagen und das Spannzeug mit definierter Kraft schließen. Zusätzlich wird eine Befestigungsvorrichtung auf die untere Traverse angeschraubt (noch keine Verbindung mit unterem Spannzeug erstellt).
- Befestigungsvorrichtung mit Epoxidharz ausgießen und Verbindung zwischen unterem Spannzeug und unterer Traverse herstellen (dabei entstehen keine Kräfte durch das Anziehen von Schrauben).

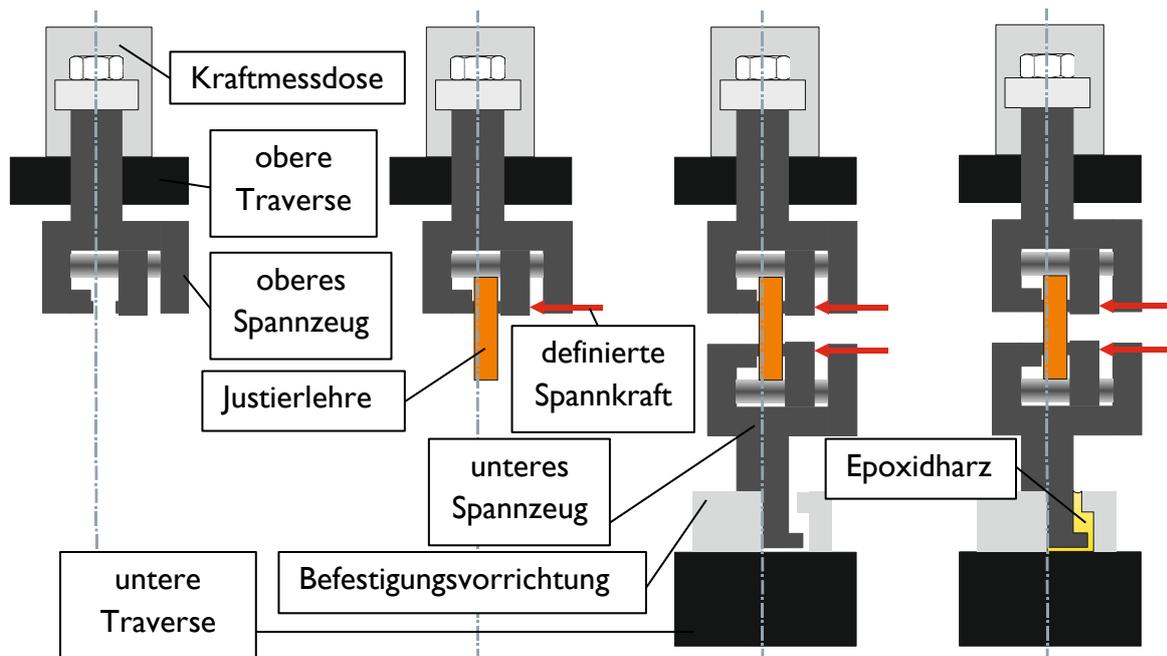


Abb. 6-8: Montageschritte zum exakten Ausrichten der Spannzeuge

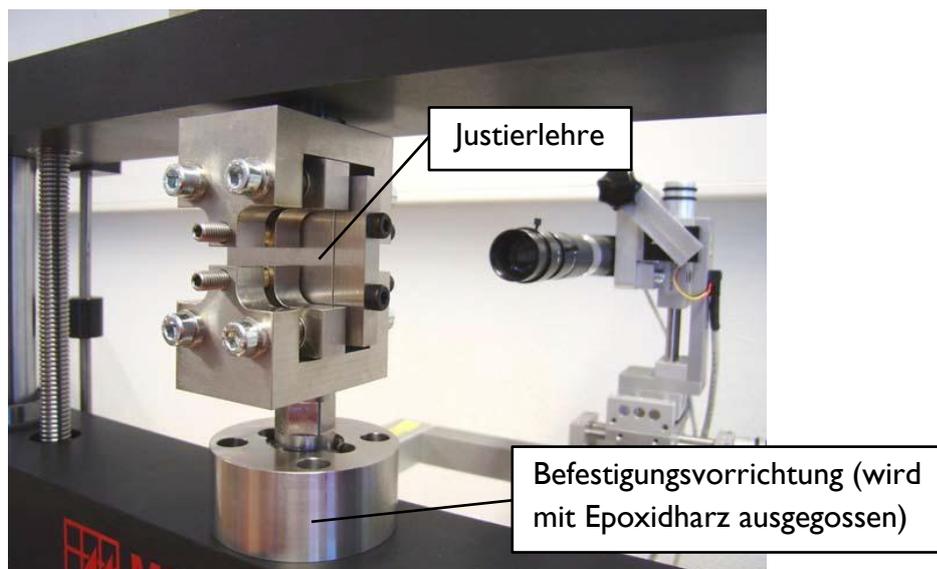


Abb. 6-9: Neu konstruiertes Spannzeug mit Justierlehre

Mit dem ausgerichteten Spannzeug sind jetzt genauere Untersuchungen der Dehnungsmessung möglich. Die mit Dehnungsmessstreifen applizierte Stahlzugprobe kommt hier ebenfalls zum Einsatz (vgl. Abb. 6-5). Zur Findung der optimalen Messlänge L_0 (vgl. Abb. 6-10), für die Laser-Speckle-Dehnungsmessung, wird diese variiert ($L_0 = \{0,5; 1; 2; 3; 4\}$ mm). Mit den oben genannten Messlängen wird dann durch elastische Beanspruchung der Stahlzugprobe der E-Modul mittels Laser-Speckle-Dehnungsmessung bestimmt und mit der

DMS-Messung verglichen (vgl. Abb. 6-11). Der mit DMS ermittelte E-Modul beträgt für alle 5 Messungen 201 GPa.

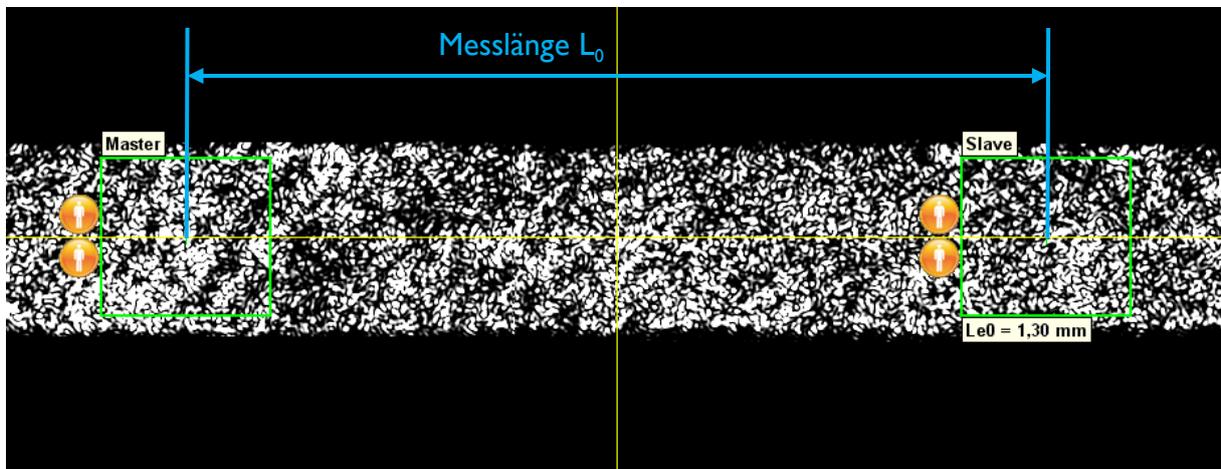


Abb. 6-10: Messlänge L_0 eingezeichnet in ein Laser-Speckle-Bild

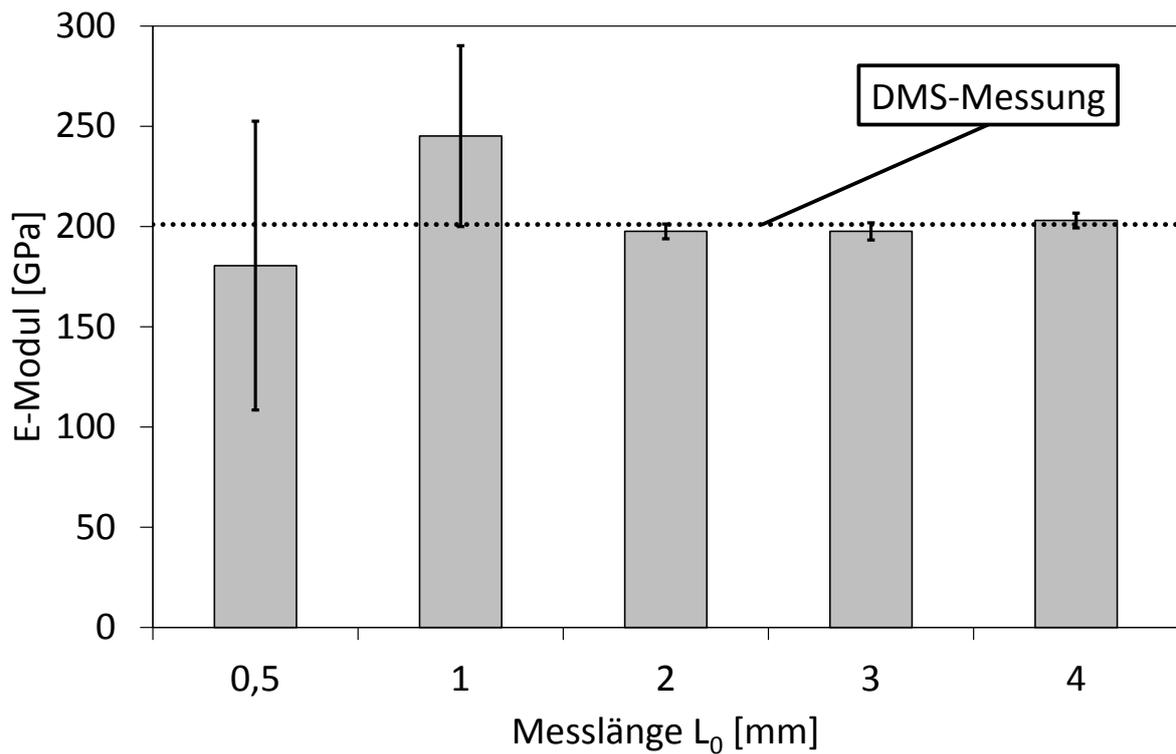


Abb. 6-11: Mit verschiedenen Messlängen L_0 (vgl. Abb. 6-10) bestimmte E-Module einer mit DMS bestückten Stahlzugprobe (vgl. Abb. 6-5) im Vergleich zu Laser-Speckle-Dehnungsmessungen

Der Vergleich der mit unterschiedlichen Messlängen der Laser-Speckle-Dehnungsmessung bestimmten E-Module zeigt, dass ab einer Messlänge von 2 mm die Ergebnisse gut mit der DMS-Messung übereinstimmen.

Die verwendeten Mikrozugproben haben jedoch eine parallele Länge von nur 1,2 mm. D. h. die Mindestmesslänge, die durch die Ergebnisse an Stahlzugproben gefordert wird, kann nicht eingehalten werden.

Da die Mikrozugproben insgesamt kleinere Abmessungen besitzen als die Stahlzugproben und die E-Module von galvanischem Nickel-Eisen kleiner ausfallen als die von Stahl [23] ist eine qualitativ brauchbare Bestimmung des E-Moduls möglich.

Folgend wird die Reproduzierbarkeit der E-Modul-Bestimmung an NiFe-Mikrozugproben mit dem Laser-Speckle-Extensometer überprüft. Hierzu wird eine NiFe-Mikrozugprobe mehrfach eingespannt, anschließend elastisch gedehnt, entlastet und ausgespannt ($L_0 = 1,1$ mm). Aus dem elastischen Spannungs-Dehnungs-Zusammenhang bestimmt man dann den E-Modul. Dieser Vorgang wird 10-mal wiederholt. Abb. 6-12 zeigt die ermittelten E-Module der 10 Wiederholungen.

Die Standardabweichungen der an den NiFe-Mikrozugproben ermittelten E-Module zeigen eine ähnliche Qualität wie an den Stahlzugproben mit einer Messlänge von 2 mm. Für die folgend getätigten Zugversuche wird eine Messlänge $L_0 = 1,1$ mm festgelegt.

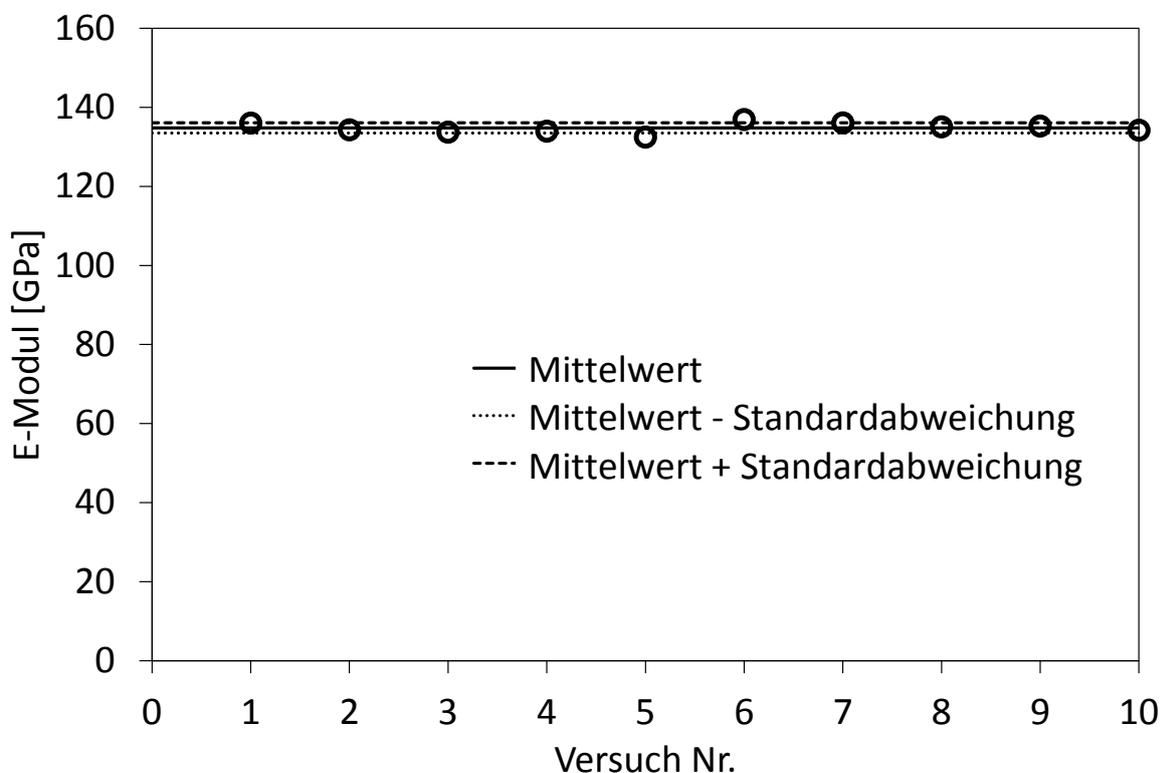


Abb. 6-12: Reproduzierbare Bestimmung des E-Moduls einer NiFe-Mikrozugprobe mit dem Laser-Speckle-Extensometer

6.2.2 Kenngrößen Mikrozugversuch

Zur Auswertung der Zugversuche kommt die Auswertesoftware des Mikrozugprüfmaschinenherstellers¹⁹ zum Einsatz. Diese ermittelt aus dem, während des Zugversuchs registrierten, Nennspannungs-Totaldehnungs-Zusammenhang mechanische Kenngrößen. Dabei werden folgende für die mechanische Charakterisierung notwendigen Kenngrößen gemäß DIN EN ISO 6892 bestimmt (vgl. Abb. 6-13):

- E-Modul E
- Dehngrenze $R_{p0,2}$
- Zugfestigkeit R_m
- Bruchdehnung $A_{8,98}$

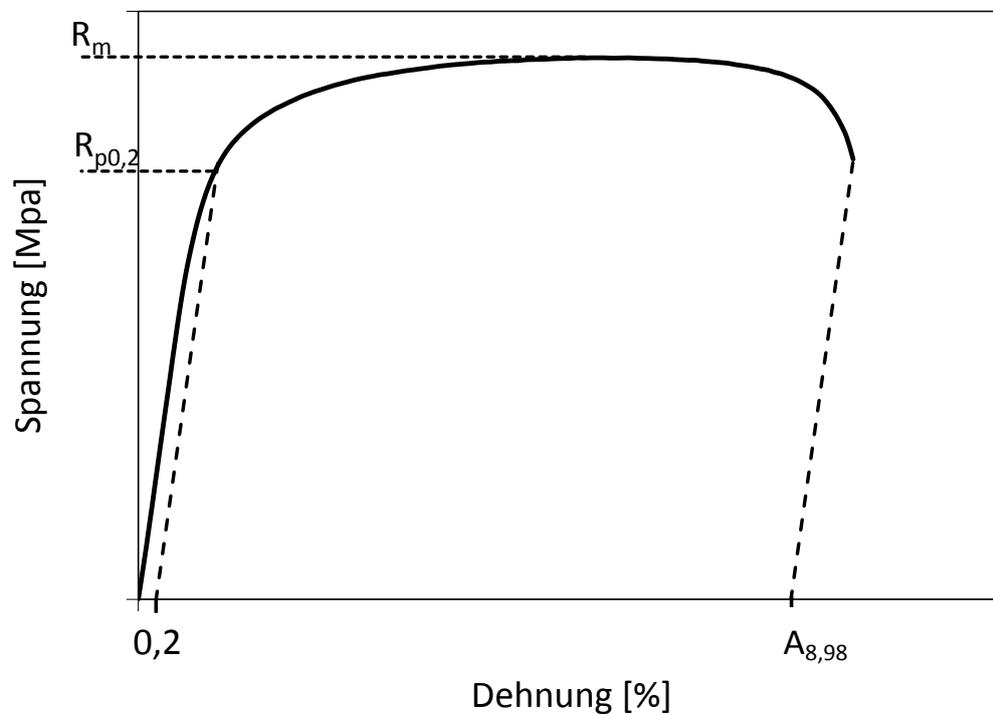


Abb. 6-13: Nennspannungs-Totaldehnungs-Diagramm, schematisch

¹⁹ Fa. Messphysik

6.3 Mikrobiegeschwingversuch

6.3.1 Modifikation Mikrobiegeschwingprüfmaschine

Die Modifizierung der Prüftechnik für Mikrobiegeschwingversuche ist Teilaufgabe des Projektes. Hierbei gilt es Mikrobiegeschwingproben (vgl. Abschnitt 3.1.2) so zu belasten, dass diese ohne störende Nebenkräfte zyklisch auf Biegung beansprucht werden. Eine mechanische Lasteinleitung kann bei den vorhandenen Prüfquerschnitten (0.015 mm^2) schon durch Einspannung und Eigengewicht der Lasteinleitungselemente zu kritischen Nebenkräften führen.

Die vom Projektpartner SincoTec modifizierte Mikrobiegeschwingprüfmaschine leitet die Kraft über ein induktiv erzeugtes wechselndes Kraftfeld ein (vgl. Abb. 6-14, Abb. 6-15). Dabei wird die Mikrobiegeschwingprobe in Eigenfrequenz zum Schwingen gebracht. Dies ist aufgrund der hervorragenden weichmagnetischen Eigenschaften des zu untersuchenden Nickel-Eisen-Werkstoffs möglich.

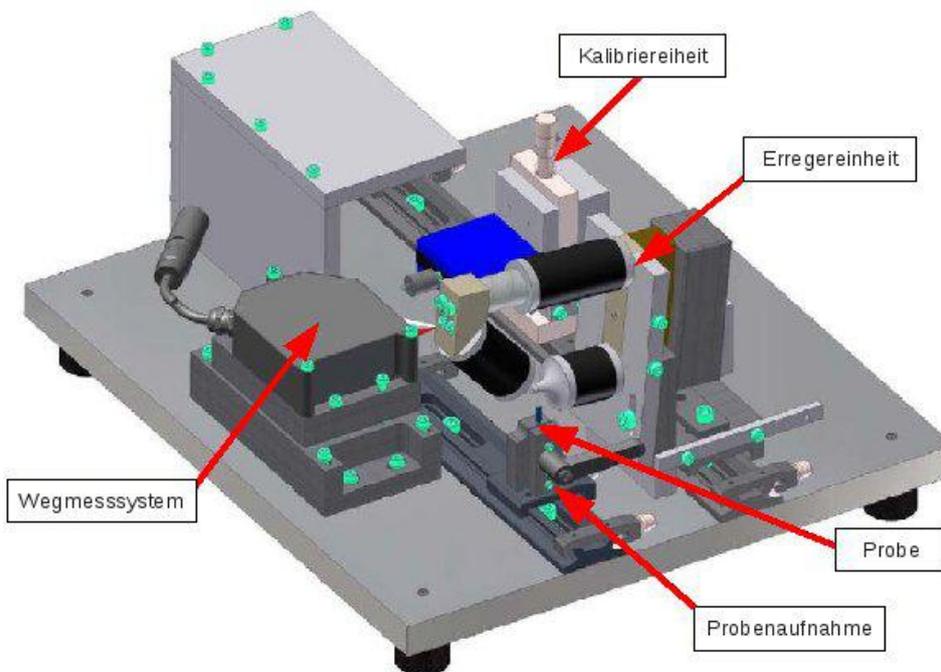


Abb. 6-14: Erster Aufbau der Mikrobiegeschwingprüfmaschine, schematisch [24]

Abb. 6-15 zeigt schematisch die Anordnung von Wegmesssystem, Mikrobiegeschwingprobe, und Erregereinheit. Aufgrund der horizontalen Ausrichtung des Wegmesssystems kann der Schwingkopf nicht vollständig in das Kraftfeld der Erregereinheit eintauchen. Erste Untersuchungen zeigen, dass ausreichend große Amplituden mit dieser Anordnung nicht möglich sind [25, 26].

Eine Drehung des Wegmesssystems um 45° und die Verwendung der 45° -Flanke der Mikrobiegeschwingprobe zur Auslenkungsbestimmung ermöglichen ein vollständiges Eintauchen des Probenkopfes in das Kraftfeld (vgl. Abb. 6-16, Abb. 6-17).

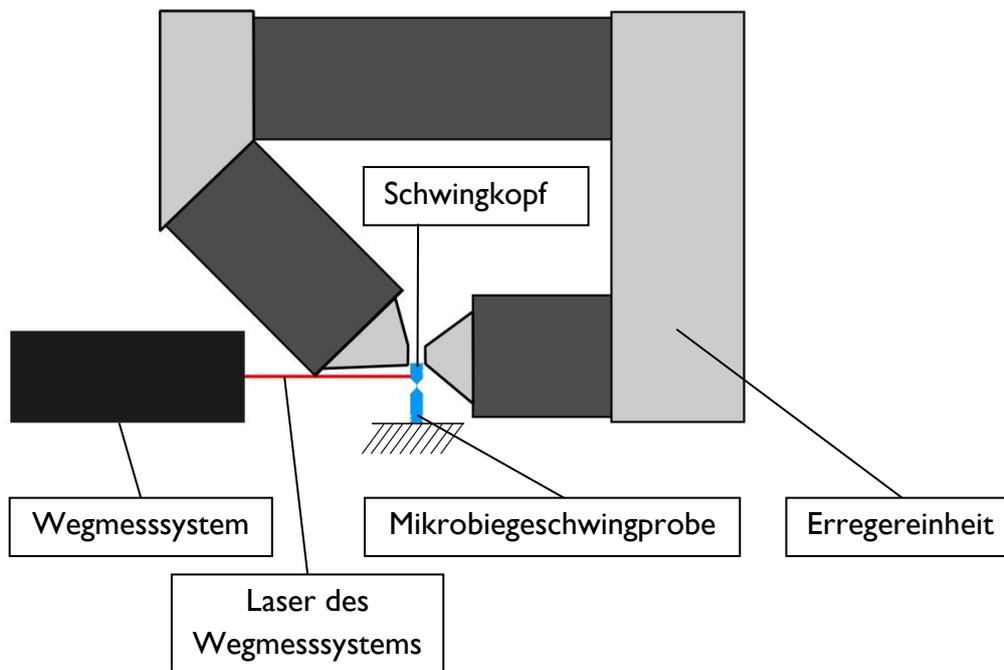


Abb. 6-15: Von SincoTec gelieferte Anordnung von Erregereinheit und Wegmesssystem zur Krafteinleitung in Mikrobiegeschwingprobe; Schwingkopf der Mikrobiegeschwingprobe taucht nicht vollständig in Kraftfeld der Erregereinheit ein

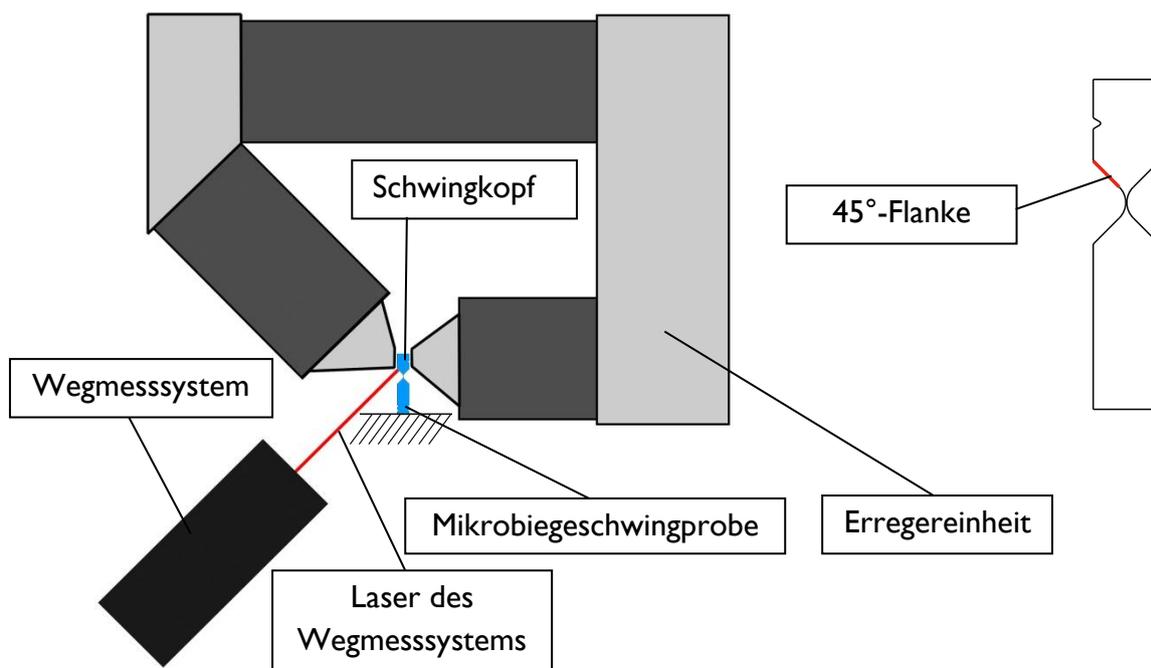


Abb. 6-16: Neue Anordnung von Erregereinheit und Wegmesssystem zur Krafteinleitung in Mikrobiegeschwingprobe; Schwingkopf der Mikrobiegeschwingprobe taucht vollständig in Kraftfeld der Erregereinheit ein

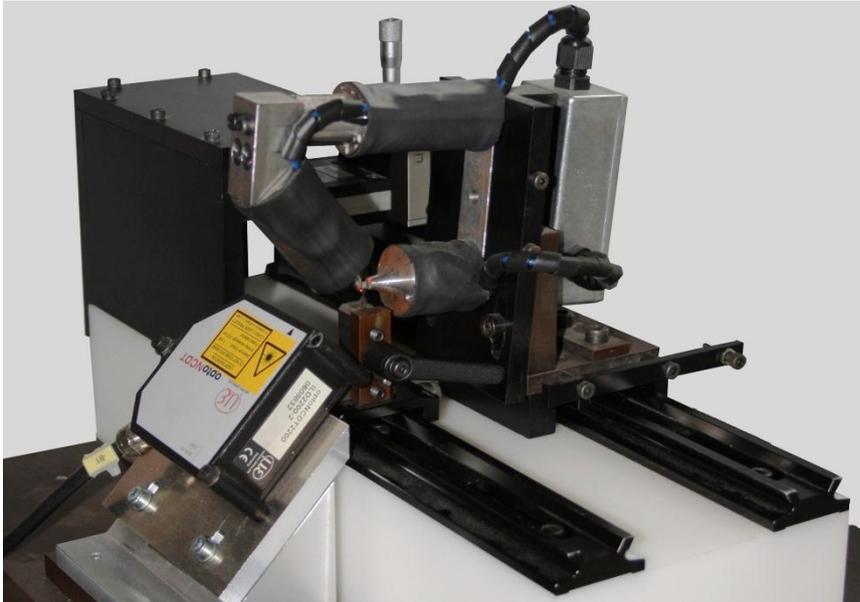


Abb. 6-17: Neuer Aufbau der Mikrobiegeschwingprüfmaschine

Vergleicht man die Strombedarfsfunktionen zwischen alter und neuer Anordnung so ergibt sich eine Verbesserung der Leistungsausbeute um den Faktor 4,6 (vgl. Abb. 6-18).

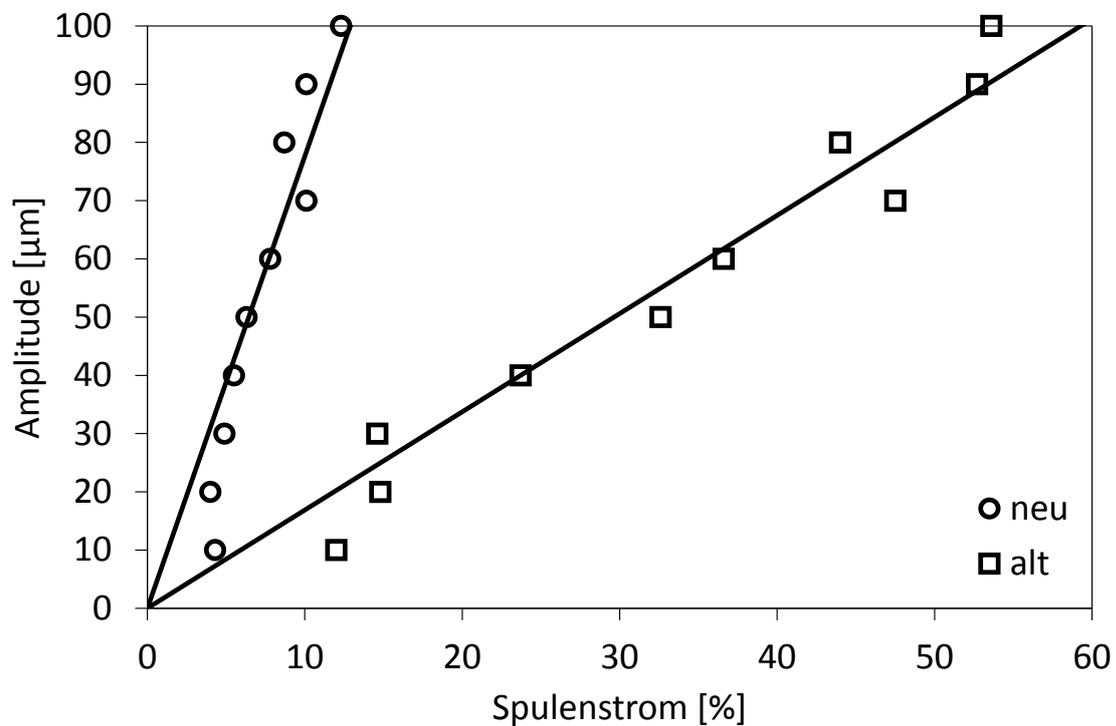


Abb. 6-18: Vergleich der Strombedarfsfunktion zwischen alter und neuer Anordnung. Neue Anordnung benötigt erheblich weniger Strom zum Erreichen einer Amplitude.

6.3.2 Kraft-Weg-Kalibrierung

Die über das induktive Kraftfeld eingeleitete Kraft ist nicht aus dem Spulenstrom bestimmbar. Somit ist es notwendig vor Beginn der Schwingprüfung jede Probe stufenweise bis zur Prüfkraft über eine zusätzliche Krafteinleitungsvorrichtung zu belasten. Bei jedem Belastungsschritt wird die Auslenkung über das Wegmesssystem gemessen (vgl. Abb. 6-19). Nach Erreichen der Prüfkraft wird der Vorgang durch stufenweises Entlasten fortgesetzt.

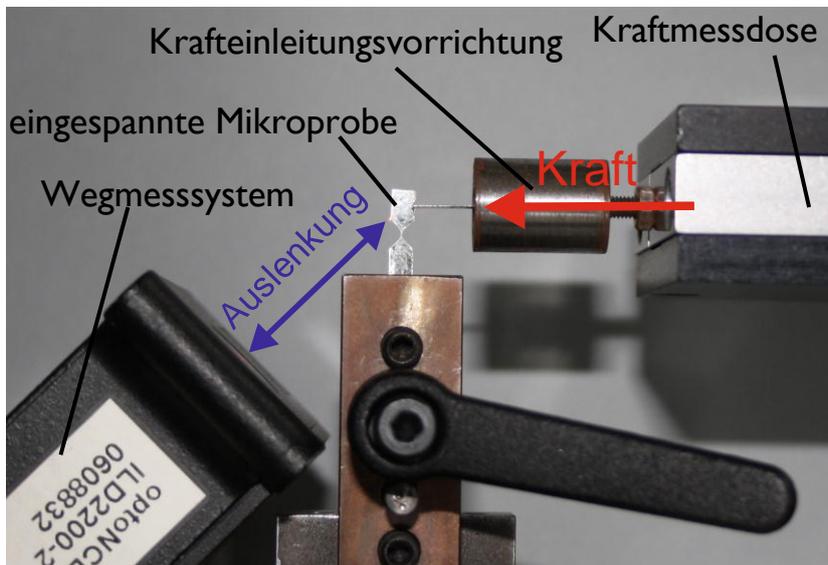


Abb. 6-19: Für die Kraft-Weg-Kalibrierung benötigte Komponenten (Wegmesssystem, Kraftmessdose)

Ein damit erhaltener Kraft-Auslenkungs-Zusammenhang ist in Abb. 6-20 dargestellt. Dieser wird zum Einstellen der Auslenkungsamplitude benötigt.

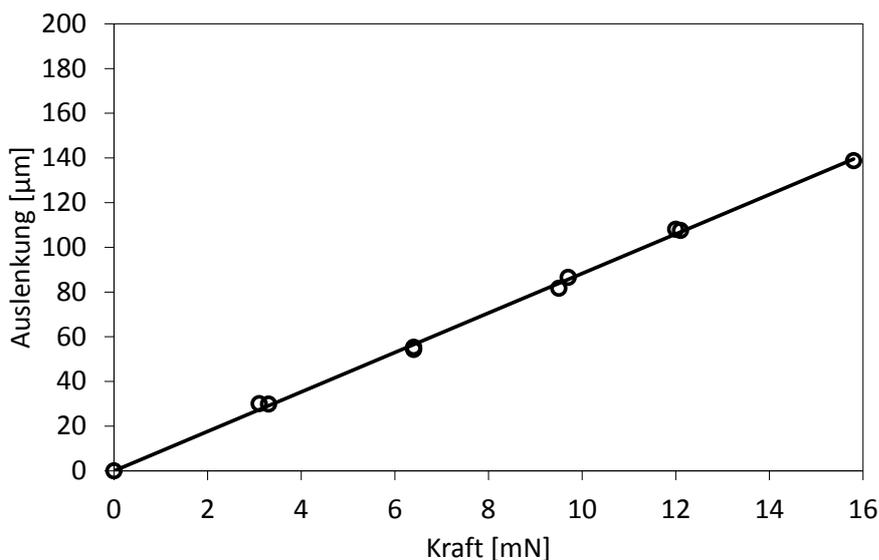


Abb. 6-20: Mit der Mikrobiegeschwingprüfmaschine ermittelter Kraft-Auslenkung-Zusammenhang beim Be- und Entlastender Mikrobiegeschwingprobe W328-18-PR-400-2-RT

6.3.3 Auswerteverfahren Mikrobiegeschwingversuch

Mit dem in Abschnitt 6.3.2 bestimmten Kraft-Auslenkungs-Zusammenhang kann jetzt jeder gemessenen Auslenkung eine Kraft zugeordnet werden. Aus dieser ist das Biegemoment im Prüfquerschnitt bestimmbar (vgl. Gl. 6-5, Abb. 6-21).

$$M_b = FL \quad \text{Gl. 6-5}$$

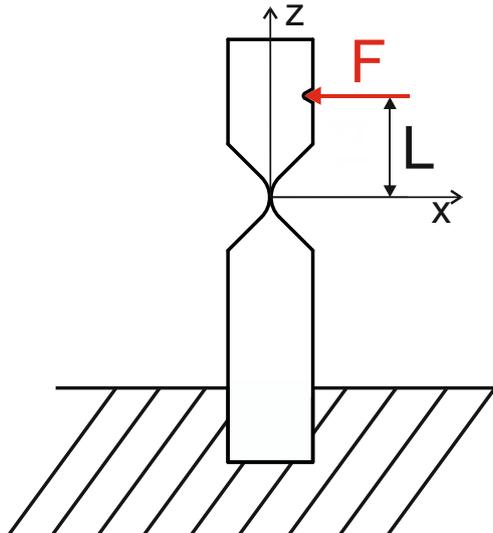


Abb. 6-21: Definition von Krafteinleitungsposition und Hebelarm

Ist die Prüfquerschnittsgeometrie bekannt, so kann aus ihr und dem Biegemoment die Biegespannung bzw. Randspannung berechnet werden (vgl. Gl. 6-6).

$$\sigma_{R,a} = \frac{M_{b,a}}{I_{yy}} y_{max} \quad \text{Gl.6-6}$$

Mit $y_{max} = B/2$ (vgl. Abb. 6-22).

Bei überelastischer Biegung gilt die fiktive Randspannung.

$$\sigma_{R,a}^* = \frac{M_{b,a}}{I_{yy}} y_{max} \quad \text{Gl.6-7}$$

Die Vermessung der vorhandenen Probenquerschnitte ergibt, dass die Proben eine trapezförmige Geometrie besitzen (vgl. Abb. 6-22, Abb. 6-23). Zur Berechnung des

Flächenträgheitsmomentes I_{xx} kann deswegen nicht von einer Rechteckgeometrie des Prüfquerschnitts ausgegangen werden. Zudem streuen die Abmessungen stark (vgl. Abb. 6-23). Eine genaue Vermessung jeder Probe und die anschließende Berechnung des Flächenträgheitsmomentes sind somit notwendig.

Mit den oben beschriebenen Zusammenhängen kann jetzt eine Mikrobiegeschwingprobe mit definierter Spannungsamplitude $\sigma_{R,a}$ bzw. $\sigma_{R,a}^*$ zyklisch beansprucht werden. Mit ausreichender Probenzahl können nun Wöhlerkurven im Zeit- und Wechselfestigkeitsbereich bestimmt werden.

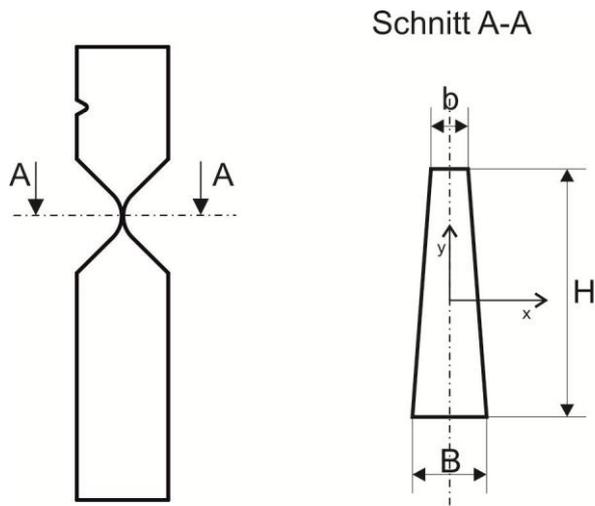


Abb. 6-22: Schematische Darstellung der Ist-Querschnittsgeometrie einer Mikrobiegeschwingprobe

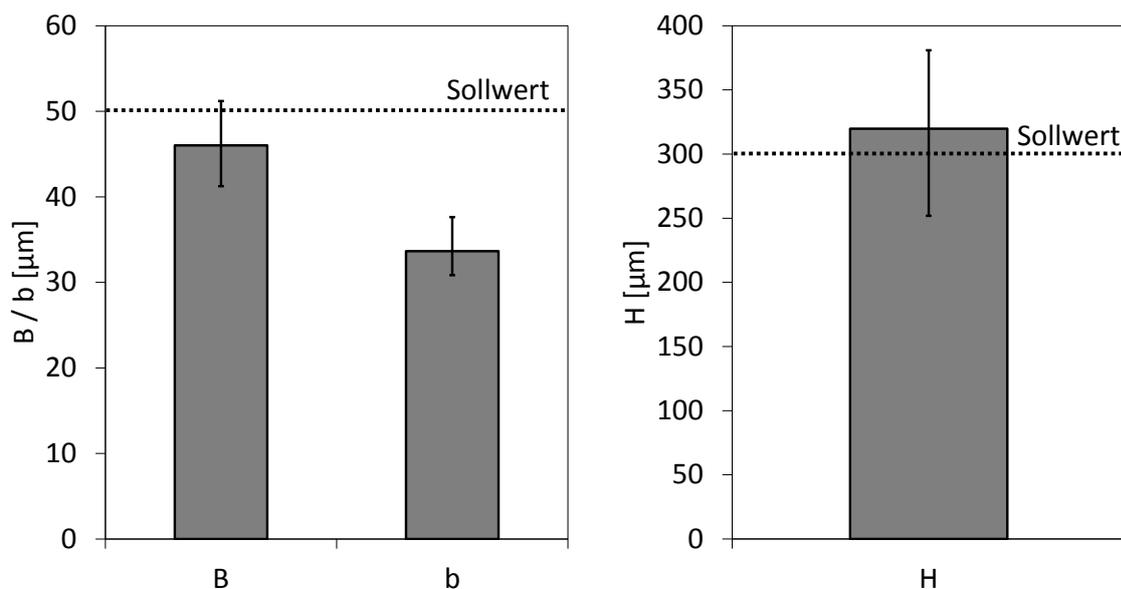


Abb. 6-23: Soll / Ist –Vergleich der Probenabmessungen von Mikrobiegeschwingproben der Serie W328-X-PR-400-2-RT

7 Ergebnisse

7.1 Gefüge unterschiedlich gefertigter Mikroproben

Zur Charakterisierung der Gefüge werden von jeder Fertigungscharge einige Probenköpfe entnommen und untersucht (vgl. Abschnitt 3.4). Die Gefüge sind zum Teil durch eine vorangegangene Glühbehandlung variiert (vgl. Abschnitt 3.4.1). Die Position, an denen die Gefügeparameter bestimmt sind, entsprechen der Mitte der Messpunktmatrix der instrumentierten Eindringprüfung (vgl. Abschnitt 6.1.2).

7.1.1 Eisengehalt der Mikroproben

Eisengehalte werden mittels EDX-Messung beim Projektpartner IFOS bestimmt (vgl. Abschnitt 5.1). Die gemessenen Eisengehalte können zum Teil lokal stark variieren (vgl. z.B. Abschnitt 8.2). D.h. die hier angegebenen Eisengehalte sind nur für den Messpunkt und die gemessene Probe repräsentativ, jedoch nur bedingt auf die gesamte Probe bzw. die Probencharge anwendbar.

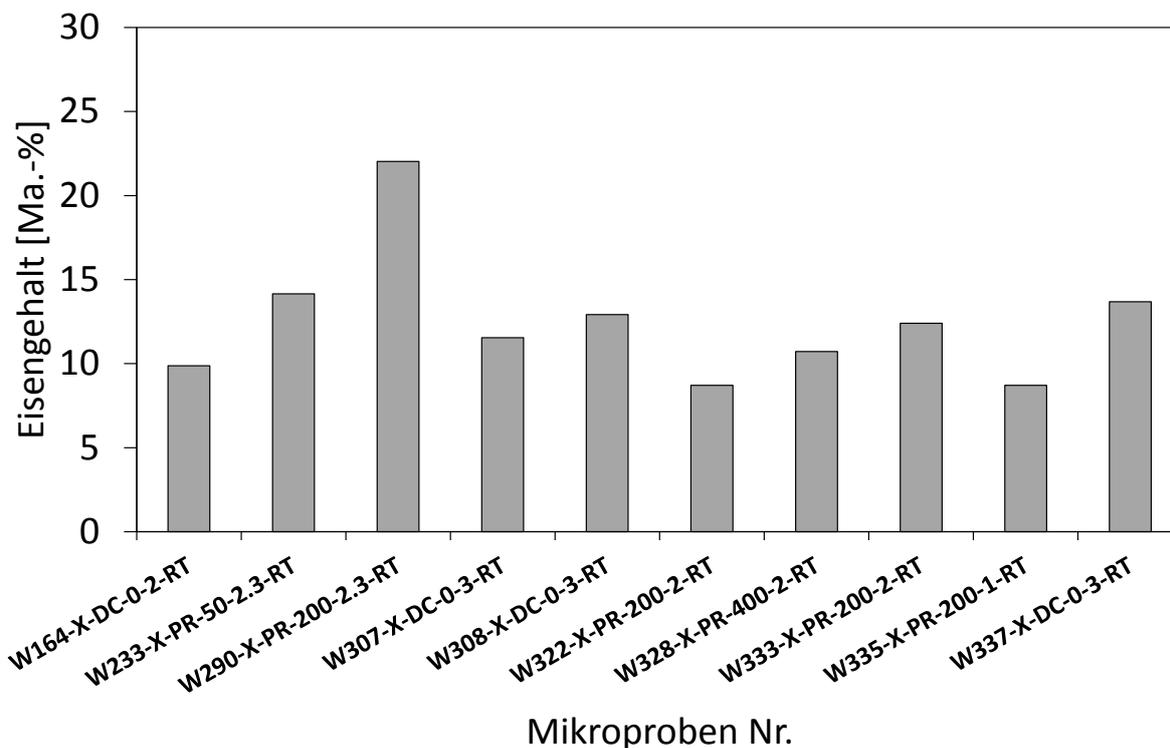


Abb. 7-1: Eisengehalte der Mikroprobenserien an Probenköpfen nicht wärmebehandelter Mikroproben mittels EDX-Messung bestimmt

7.1.2 Korngröße der Mikroproben

Die meist mittels XRD-Messung bestimmten Korngrößen der nicht geglühten Mikroproben sind in Abb. 7-2 dargestellt. Hier ist anzumerken, dass die ersten drei Chargen (vgl. Abb. 7-2, von links), wie sich nach dem Abscheiden gezeigt hat, mit einem verunreinigten Elektrolyten abgeschieden sind. Die Mikroprobe W233-X-PR-50-2.3-RT ist mit dem Pulsstromverfahren (vgl. Abschnitt 3.3) bei einer relativ niedrigen Frequenz von 50 Hz galvanisiert. Auffällig ist

hier die nicht mehr durch XRD-Messung bestimmbare große Korngröße von 1150 nm. Die Korngröße ist mittels EBSD-Untersuchung beim Projektpartner IFOS ermittelt (vgl. Abb. 7-3).

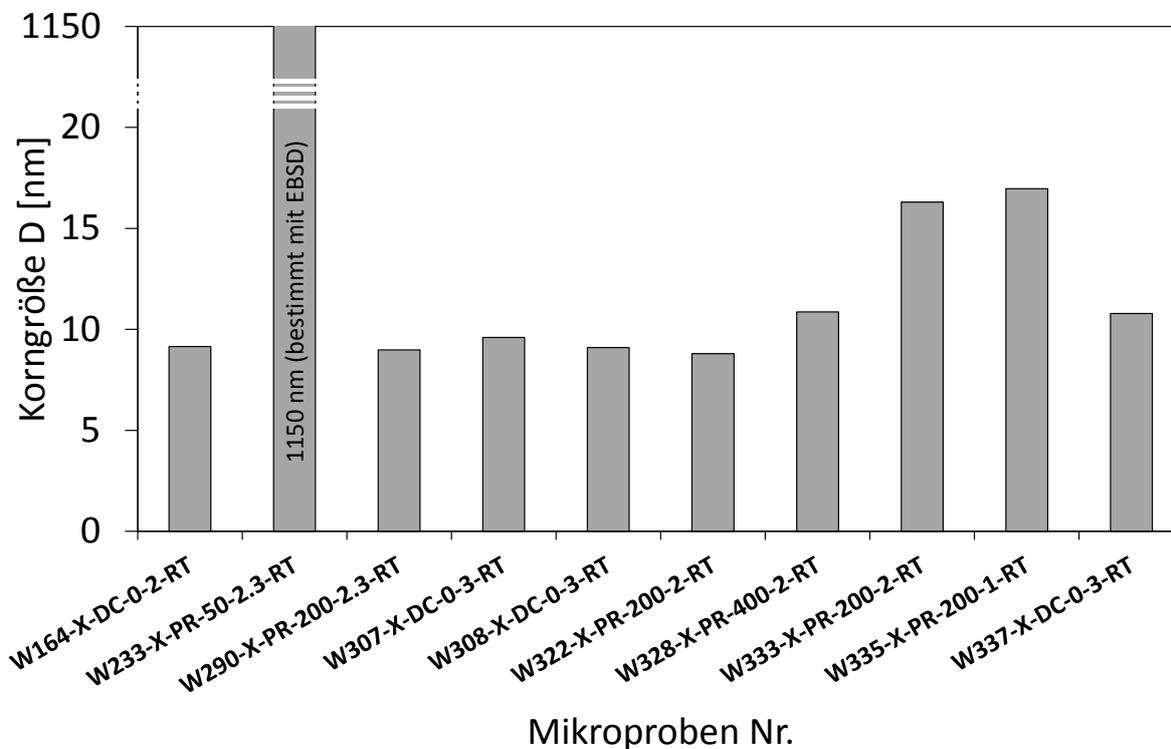


Abb. 7-2: Korngrößen der Mikroprobenserien an Probenköpfen nicht wärmebehandelter Mikroproben mittels XRD bestimmt

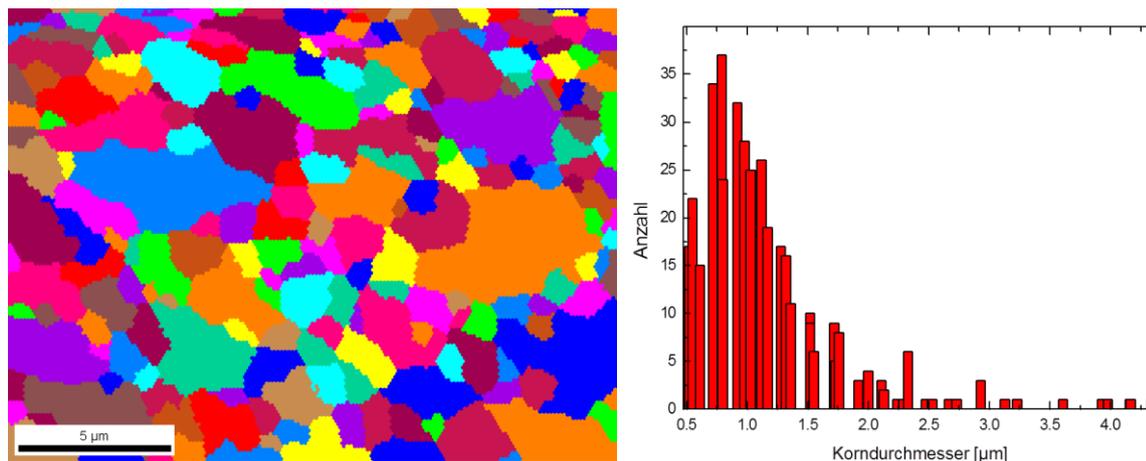


Abb. 7-3: EBSD-Aufnahme und daraus ermittelte Korngrößenverteilung von der Mikroprobe W233-X-PR-50-2.3-RT ($D = 1,15 \mu\text{m} \pm 0,6$)

7.1.3 Gitterverzerrung der Mikroproben

In Abb. 7-4 sind, soweit bestimmbar, die mit XRD-Messung ermittelten Gitterverzerrungen der verschiedenen Probenchargen verglichen. Bei der Mikroprobe W233-X-PR-50-2.3-RT kann wegen der stark ausgeprägten Textur und der großen Korngröße keine Gitterverzerrung berechnet werden.

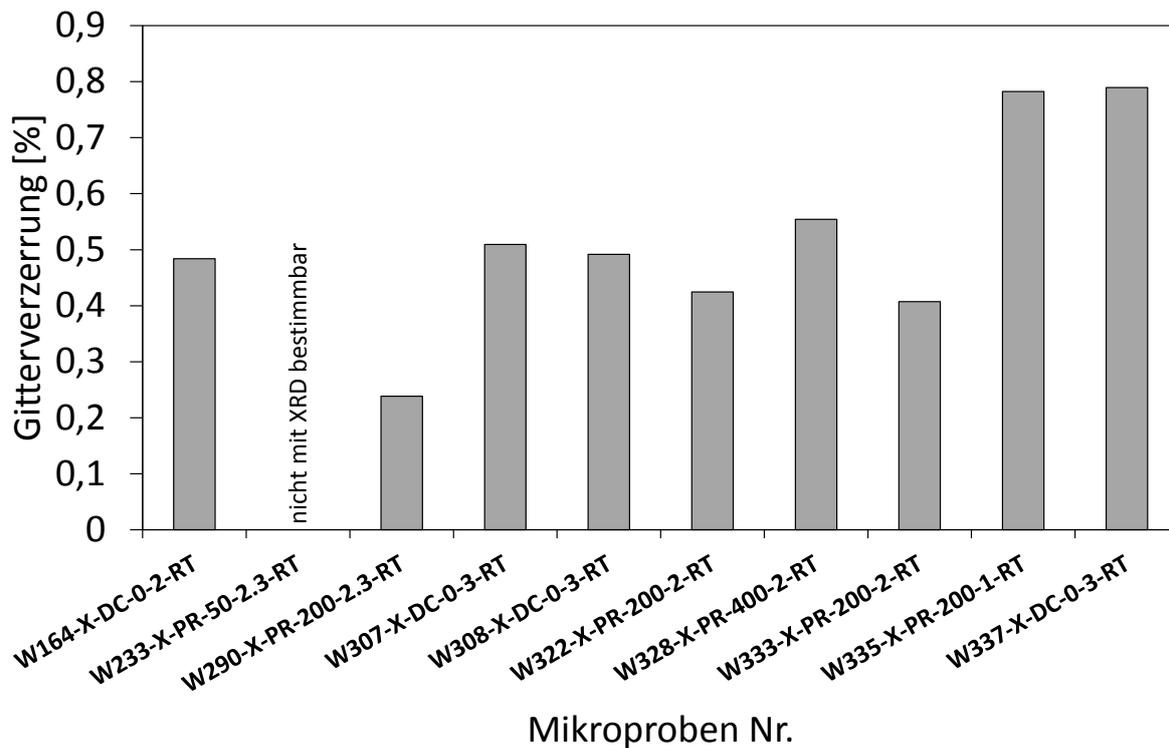


Abb. 7-4: Gitterverzerrungen der Mikroprobenserien an Probenköpfen nicht wärmebehandelter Mikroproben mittels XRD bestimmt

7.1.4 Textur der Mikroproben

Ein Vergleich aller Texturen der nicht geglühten Mikroprobenserien (am Probenkopf bestimmt) ist in Abb. 7-5 dargestellt. Es zeigen sich zwei unterschiedliche Texturausprägungen.

Zum einen eine $\{200\}$ -Textur, die dadurch gekennzeichnet ist, dass nur der Wert des Harris-Texturindex der $\{200\}$ -Ebene $T_{\{200\}}$ größer eins ist. Diese Textur tritt bei den ersten drei, mit dem verunreinigten Elektrolyten abgeschiedenen, Probenserien auf (vgl. Abb. 7-5, von links). Ebenfalls ist diese Ausprägung an der Mikroprobe W333-X-PR-200-2-RT, die mit dem Elektrolyten der FH-Kaiserslautern am Standort Zweibrücken galvanisiert ist, zu beobachten.

Zum anderen liegt eine gepaarte Textur der $\{111\}$ -, und der $\{200\}$ -Ebene vor. Hier sind die Werte des Harris-Texturindex der beiden Ebenen größer eins ($T_{\{111\}} > 1$, $T_{\{200\}} > 1$). Diese Proben sind alle mit dem Elektrolyten des Projektpartners Micromotion gefertigt (vgl. Abb. 7-5).

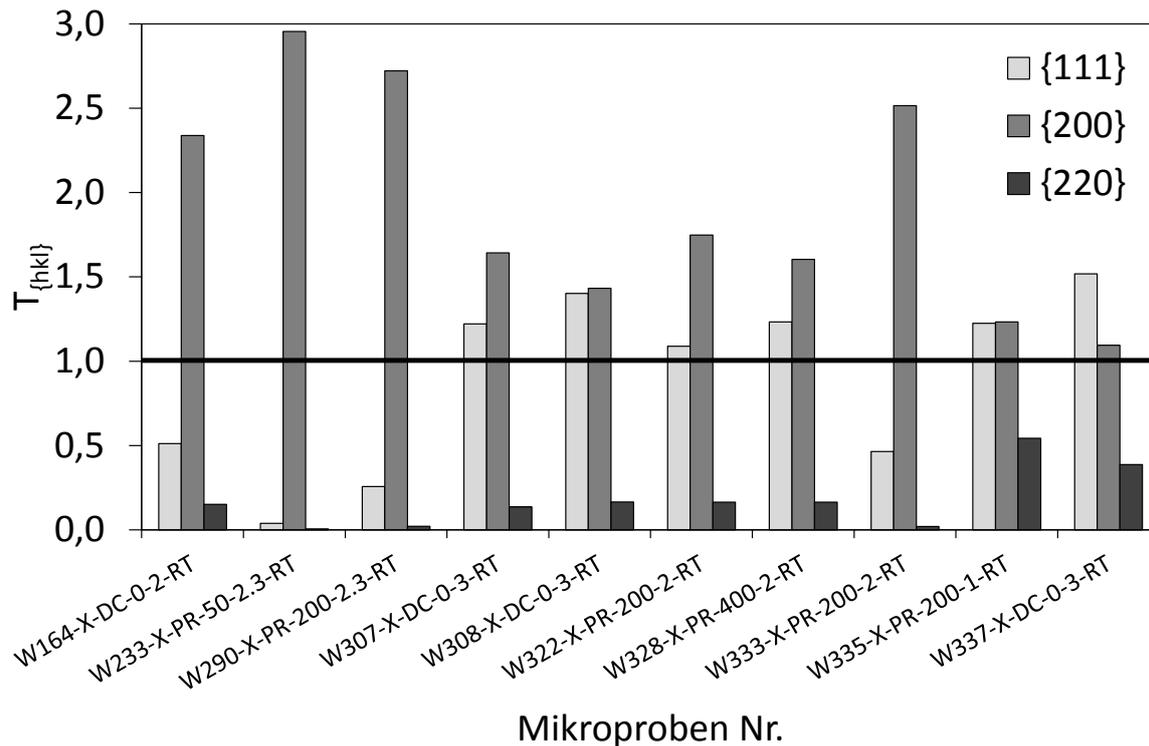


Abb. 7-5: Harris-Texturindizes der Gitterebenen $\{111\}$, $\{200\}$ und $\{220\}$ der Mikroprobenserien an Probenköpfen nicht wärmebehandelter Mikroproben mittels XRD bestimmt

7.1.5 Korngröße geglühter Mikroproben

Mit galvanischen Verfahren lassen sich die Korngrößen der Mikrobauteile in einem eher engen Bereich variieren. Zum besseren Verständnis des Korngrößeneinflusses auf die mechanisch-technologischen Eigenschaften des Werkstoffes werden einige der entnommenen Probenköpfe vor der Untersuchung unter Variation der Temperatur geglüht (vgl. Abschnitt 3.4.1.). Durch das Glühen sollen größere Körner erzeugt werden.

Die Bestimmung der Korngröße kann nicht mit einem Verfahren für alle Größenbereiche erfolgen. Sehr kleine Korngrößen ($D = 5-100$ nm) werden mittels XRD-Messung (XRD) bestimmt (vgl. Abschnitt 5.3). Kleine Körner ($D = 100-1000$ nm) werden anhand rasterkraftmikroskopischer Aufnahmen (AFM) und große Körner ($D > 1$ μm) mit lichtmikroskopischen Aufnahmen (LM) ermittelt (vgl. Abschnitt 5.2). Beispielhaft sind in Abb. 7-6 die Korngrößen von Probenköpfen unter Variation der Glühtemperatur dargestellt. Dort sind die unterschiedlichen Bestimmungsmethoden gekennzeichnet.

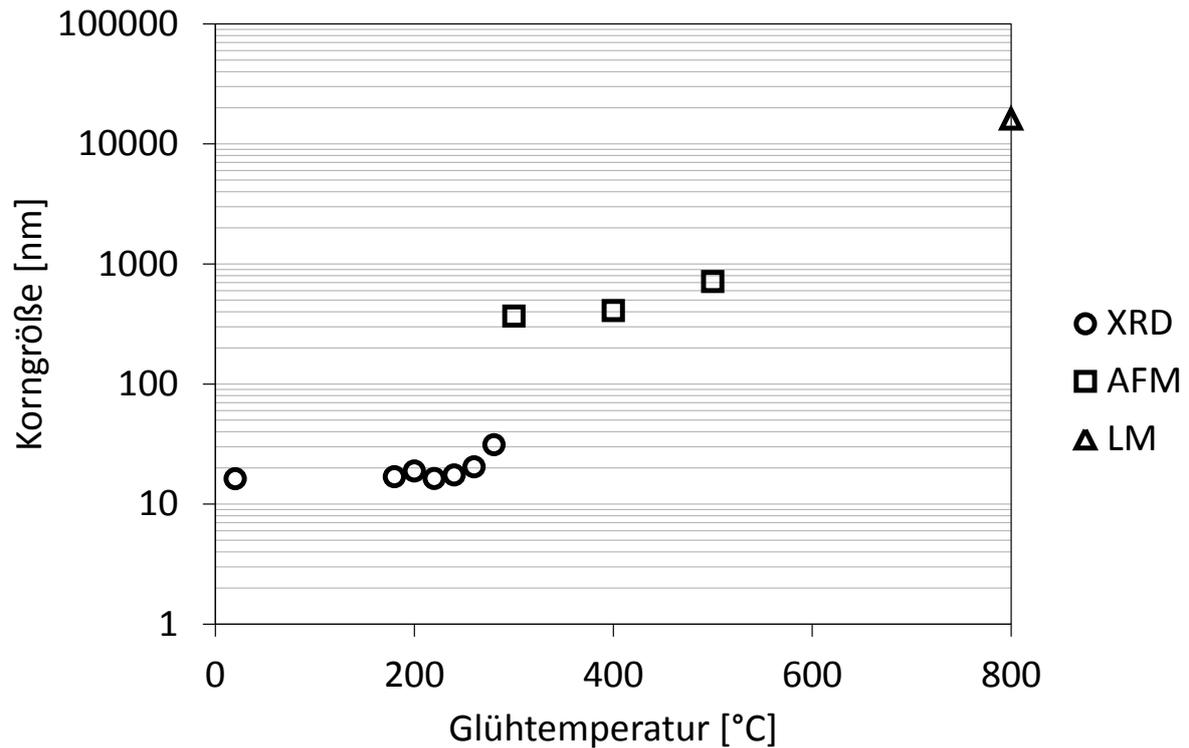


Abb. 7-6: Korngröße in Abhängigkeit der Glühtemperatur der Probenserie W333-X-PR-200-2; unterschieden werden die Bestimmungsmethoden: Röntgendiffraktion (XRD), Rasterkraftmikroskop (AFM) und Lichtmikroskop (LM)

Alle durch Glühen behandelten Probenserien zeigen eine beginnende erste Rekristallisation (Kornwachstum) bei einer Glühtemperatur von etwa 280 °C (vgl. Abb. 7-7 und Abb. 7-8). Korngrößen zwischen 300 nm und 700 nm stellen sich ab einer Temperatur von 300 °C ein. Danach ändert sich die Korngröße bis 500 °C kaum. Eine Glühtemperatur von 800 °C führt zu Korngrößen (zweite Rekristallisation) über 10 µm, zum Teil größer 50 µm.

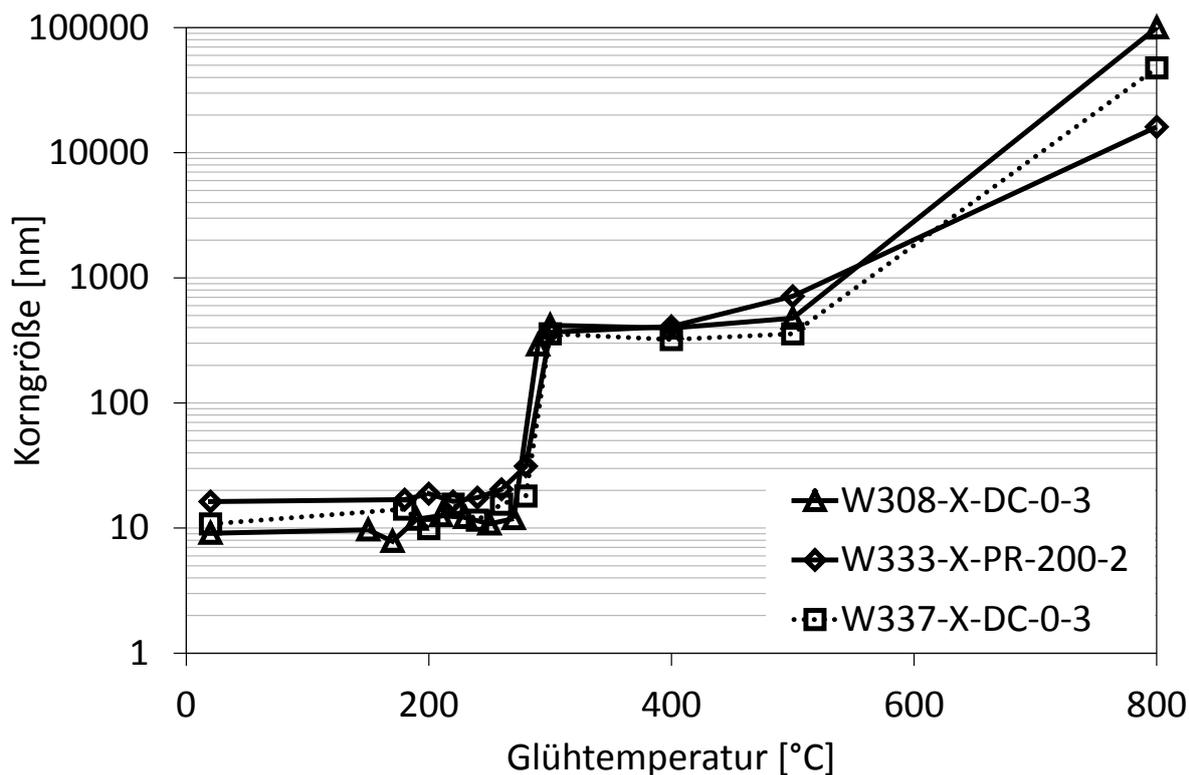


Abb. 7-7: Korngröße in Abhängigkeit der Glüh Temperatur der Probenserien W308-X-DC-0-3, W333-X-PR-200-2 und W337-X-DC-0-3

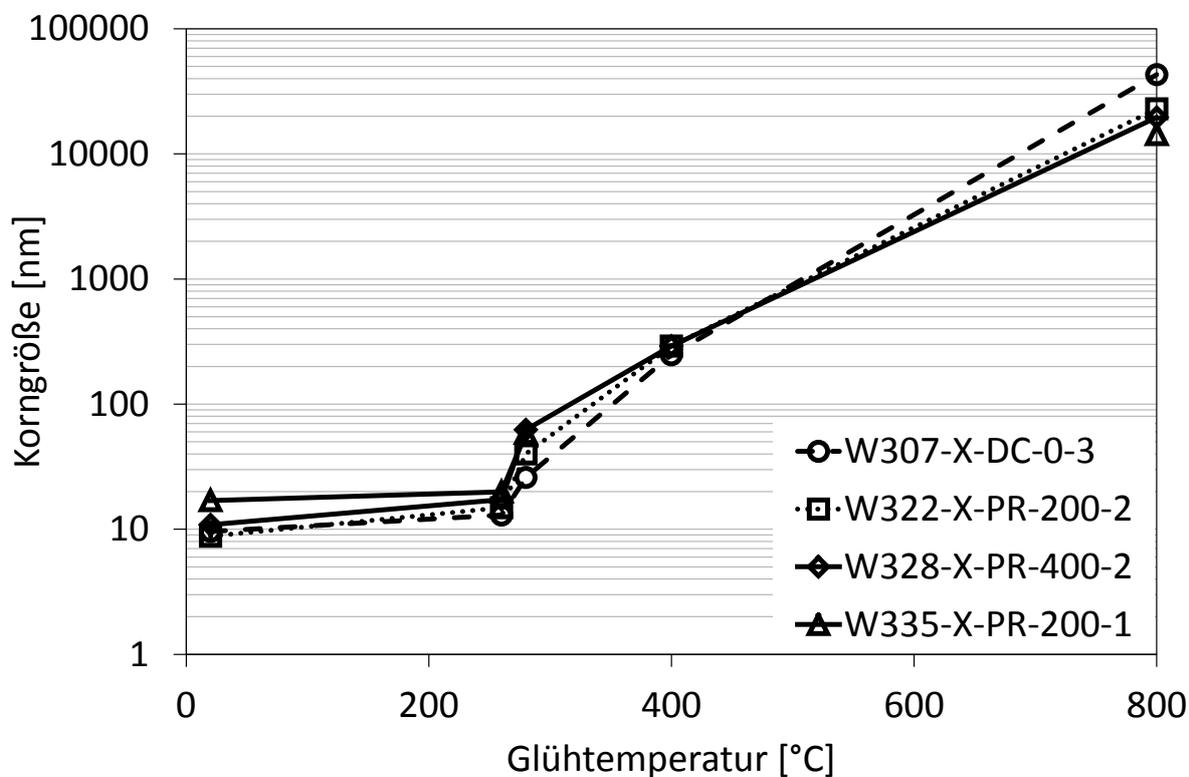


Abb. 7-8: Korngröße in Abhängigkeit der Glüh Temperatur der Probenserien W307-X-DC-0-3, W322-X-PR-200-2, W328-X-PR-400-2 und W335-X-PR-200-1

7.1.6 Gitterverzerrung geglühter Mikroproben

Die mit Hilfe der Röntgendiffraktion bestimmten Gitterverzerrungen (vgl. Abschnitt 5.3) der geglühten Probenserien sind in Abb. 7-9 und Abb. 7-10 ersichtlich. Es kann nicht für alle Proben eine Gitterverzerrung bestimmt werden. Wenn die Korngröße zu groß wird oder die Textur des Materials so extrem wird, dass nicht mehr genügend Interferenzlinien auswertbar sind, ist eine Bestimmung der Gitterverzerrung nicht möglich.

Vergleicht man die Entwicklung der Gitterverzerrung mit der Entwicklung der Korngröße über die Glüh Temperatur, so erkennt man eine Veränderung der Gitterverzerrungswerte bei niedrigeren Temperaturen als die Starttemperatur der ersten Rekristallisation (vgl. Abschnitt 7.1.5). Dabei ist eine Reduzierung der Gitterverzerrung zum Teil schon ab einer Temperatur von 200 °C zu beobachten (vgl. Abb. 7-9, W337-X-DC-0-3). Ab dieser Temperatur nehmen die Gitterverzerrungen bis zur beginnenden Rekristallisation kontinuierlich ab (vgl. Abschnitt 7.1.5.). Ursache sind vermutlich Erholungsvorgänge.

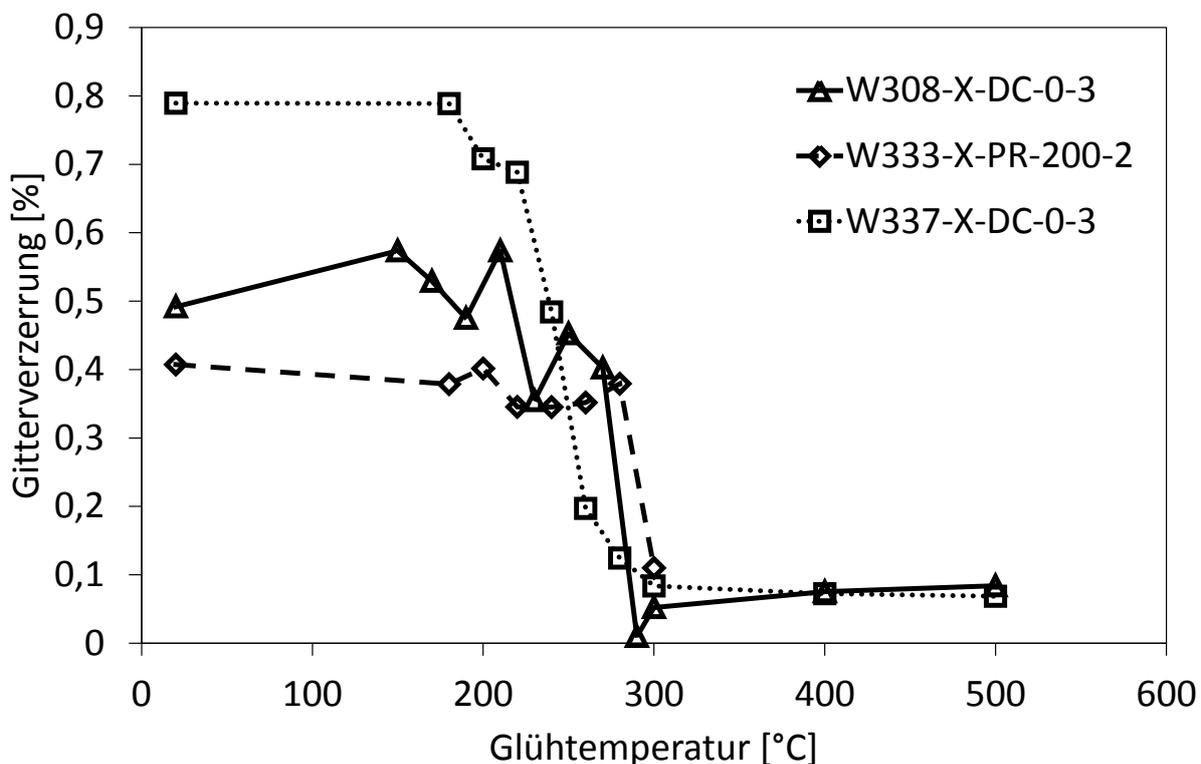


Abb. 7-9: Gitterverzerrung in Abhängigkeit der Glüh Temperatur der Probenserien W308-X-DC-0-3, W333-X-PR-200-2 und W337-X-DC-0-3 (Gitterverzerrung teilweise bei höheren Temperaturen nicht bestimmbar)

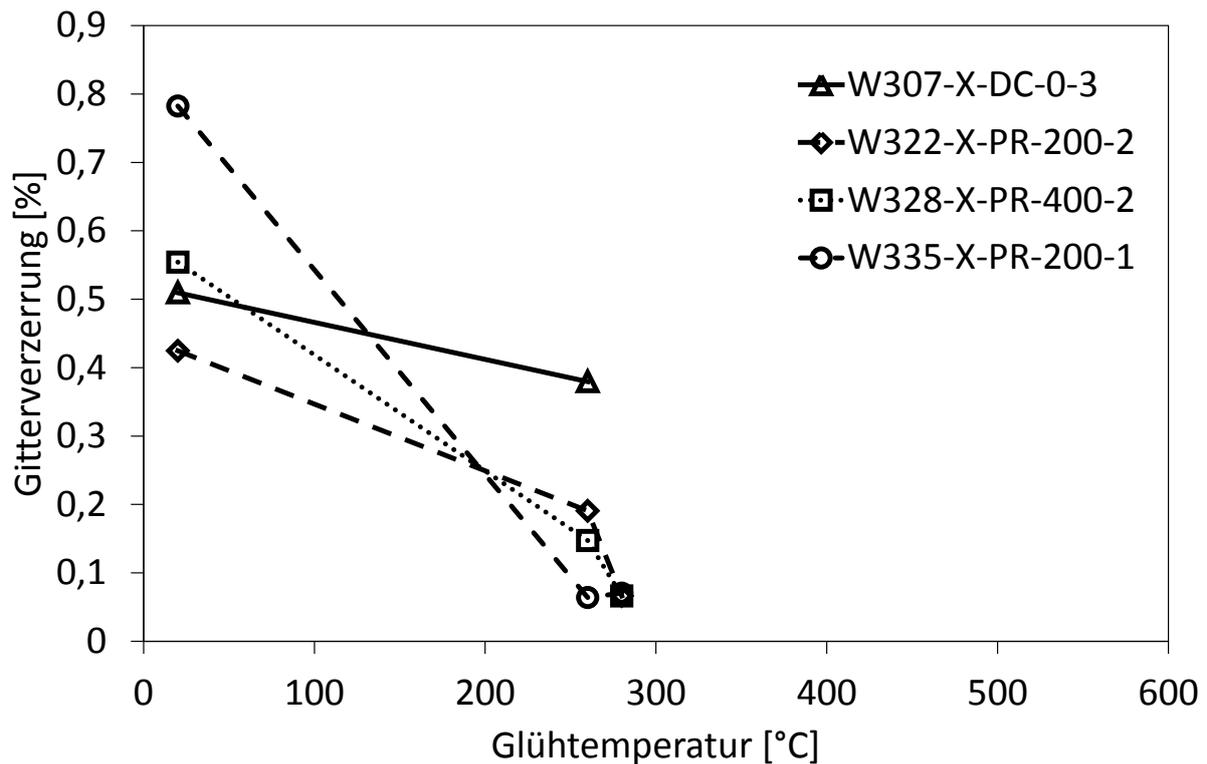


Abb. 7-10: Gitterverzerrung in Abhängigkeit der Glühtemperatur der Probenserien W307-X-DC-0-3, W322-X-PR-200-2, W328-X-PR-400-2 und W335-X-PR-200-1 (Gitterverzerrung teilweise bei höheren Temperaturen nicht bestimmbar)

7.1.7 Textur geglühter Mikroproben

Durch das Glühen der Mikroproben kommt es zum Wechsel der Texturausprägung. Die Änderung der Texturausprägung erfolgt bei den Temperaturen, die auch zum Beginn der ersten Rekristallisation führen (vgl. Abb. 7-6 mit Abb. 7-11, Abb. 7-12, Abb. 7-13).

Texturen an Proben, die mit 800 °C geglüht sind, können aufgrund der sehr großen Körner nicht bestimmt werden. Die verwendete Röntgenoptik bestrahlt nur eine Fläche mit einem Durchmesser von 200 µm. Dabei werden zu wenig Körner für eine ausreichende Kornstatistik betrachtet.

Die hier untersuchten drei Probenserien weisen alle eine Texturänderung auf, die mit dem Beginn der ersten Rekristallisation (vgl. Abschnitt 7.1.5) anfängt und bei einer Temperatur zwischen 300 °C und 400°C im Wesentlichen abgeschlossen ist (vgl. Abb. 7-11, Abb. 7-12, Abb. 7-13). Nach der ersten Rekristallisation stellen sich bei den verschiedenen Probenserien unterschiedliche Texturen ein. Eine mögliche Änderung der Textur bei 800 °C kann nicht ermittelt werden.

Zwischen dem ungeglühten Zustand und der bis 500 °C geglühten Proben ändert sich die Textur von Probenserie W308-X-DC-0-3 von einer gepaarten $\{111\}$ - und $\{200\}$ -Textur zu einer reinen $\{200\}$ -Textur (vgl. Abb. 7-11). Probenserie W333-X-PR-200-2 wandelt sich von einer $\{200\}$ -Textur zu einer $\{111\}$ -Textur (vgl. Abb. 7-12). Keine grundsätzliche Änderung in der Vorzugsorientierung ist bei Probenserie W337-X-DC-0-3 zu beobachten. Dort ist nur eine Änderung in der Stärke der Ausprägung zu erkennen (vgl. Abb. 7-13).

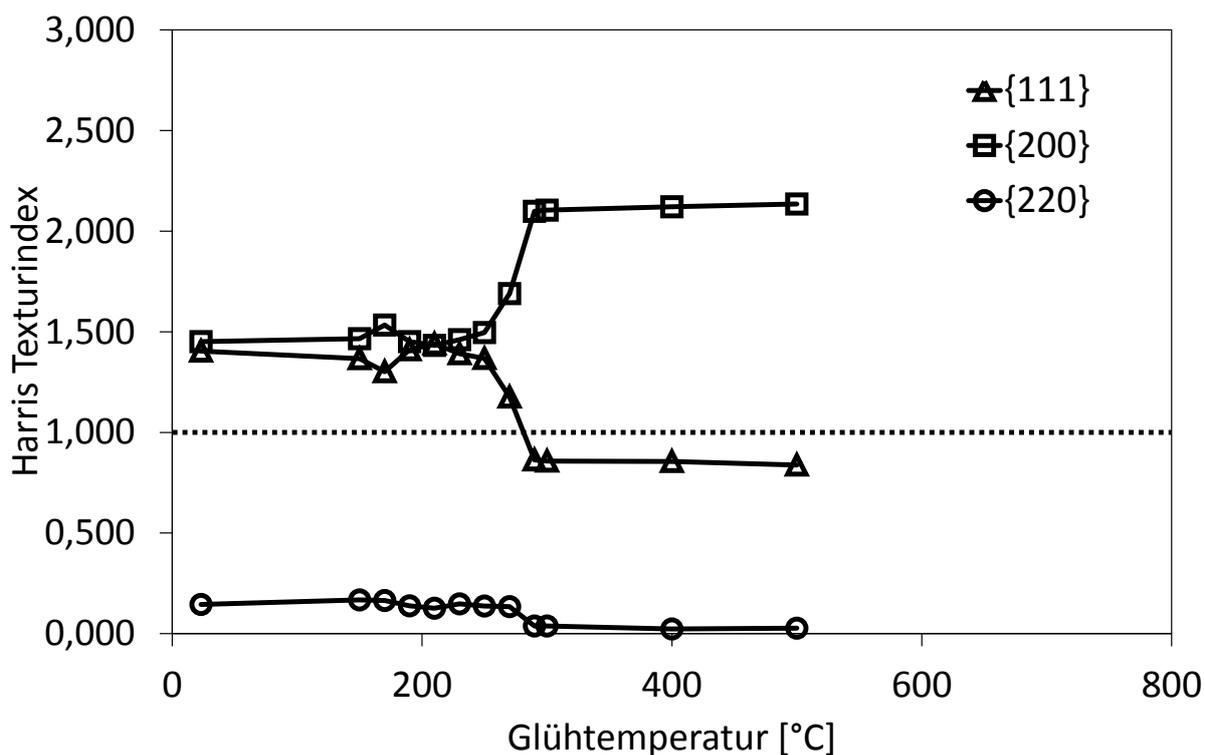


Abb. 7-11: Harris-Texturindex der Gitterebenen $\{111\}$, $\{200\}$ und $\{220\}$ in Abhängigkeit der Glühtemperatur der Probenserie W308-X-DC-0-3

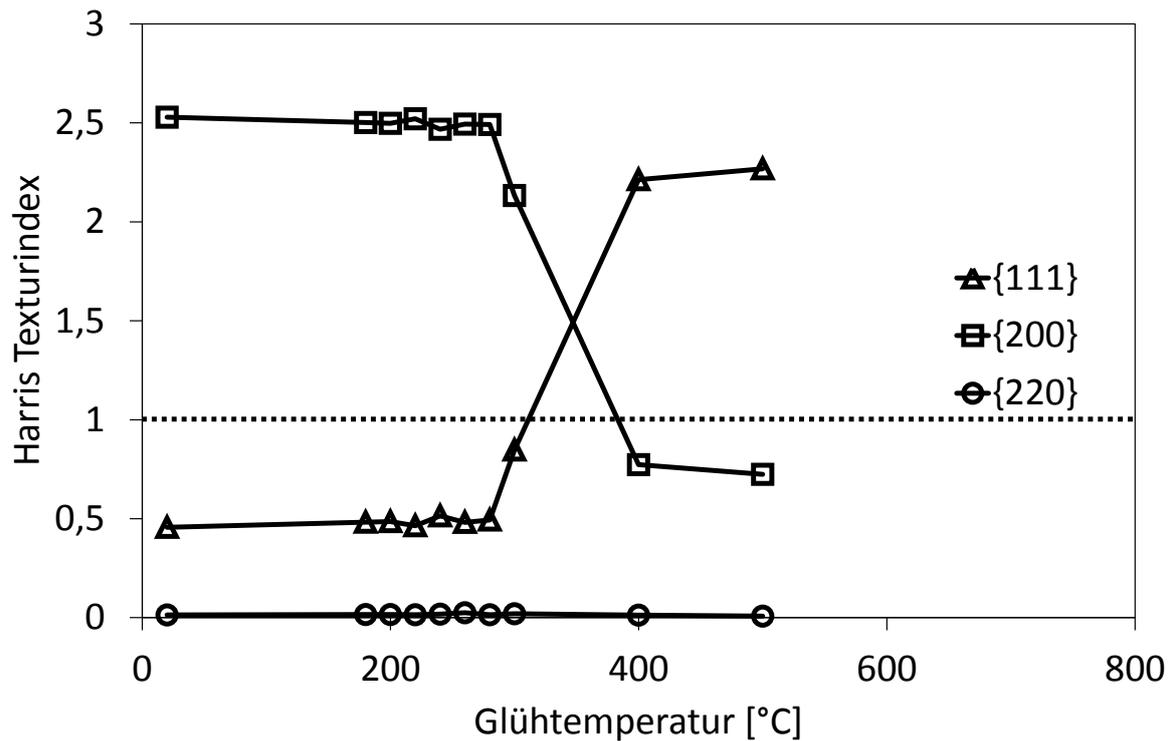


Abb. 7-12: Harris-Texturindex der Gitterebenen $\{111\}$, $\{200\}$ und $\{220\}$ in Abhängigkeit der Glüh Temperatur der Probenserie W333-X-PR-200-2

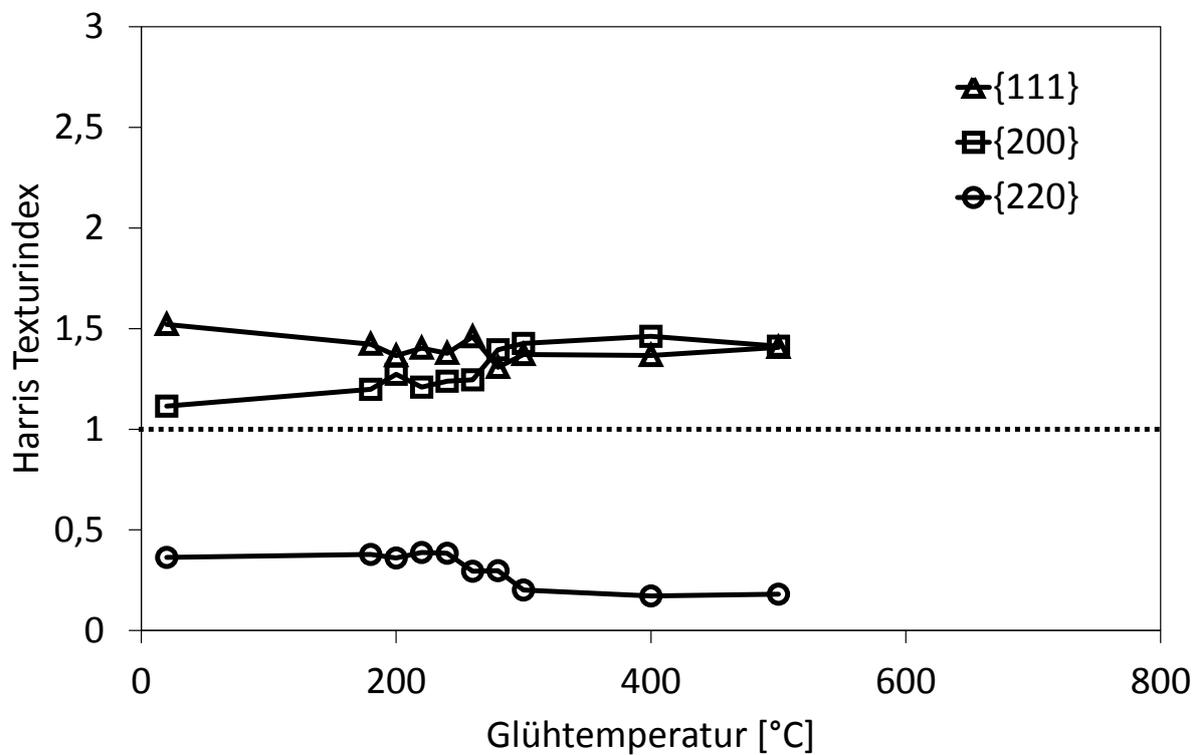


Abb. 7-13: Harris-Texturindex der Gitterebenen $\{111\}$, $\{200\}$ und $\{220\}$ in Abhängigkeit der Glüh Temperatur der Probenserie W337-X-DC-0-3

7.2 Mikrohärtezustände und Eindringmodul

7.2.1 Martenshärte und Eindringmodul der Mikroproben

Die instrumentierte Eindringprüfung wird an denselben Proben, die für die Gefügecharakterisierung Verwendung finden, durchgeführt (vgl. Abschnitt 7.1). Dabei werden die in Abschnitt 6.1.2 definierten Messpunktdefinitionen verwendet.

Folgend sind die Ergebnisse der instrumentierten Eindringprüfung, die an den nicht geätzten Probeköpfen der untersuchten Probenserien bestimmt sind, dargestellt. Die Martenshärte der gemessenen Proben zeigt vorwiegend Mittelwerte zwischen 5000 und 6000 N/mm². Die Proben W233-X-PR-50-2.3-RT und W333-X-PR-200-2-RT zeigen geringere Martenshärtemittelwerte (vgl. Abb. 7-14). Die Standardabweichungen liegen immer unter 200 N/mm².

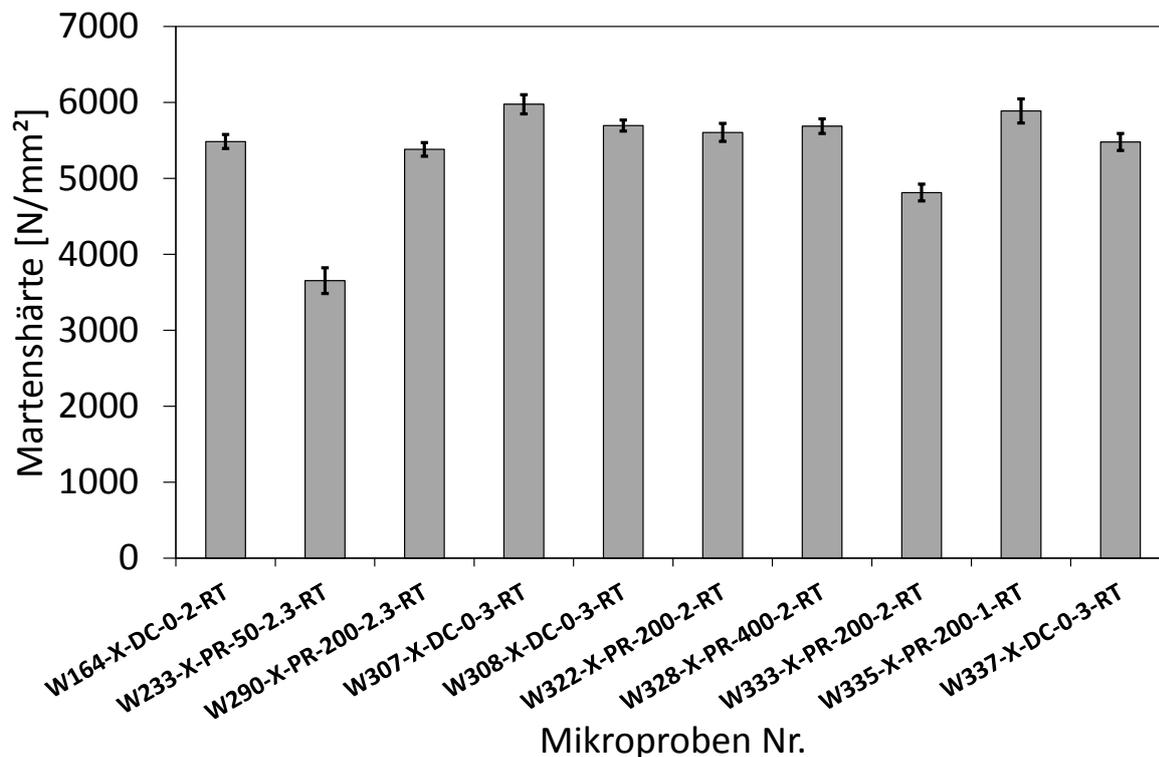


Abb. 7-14: Martenshärte aller Mikroprobenserien an Einspannköpfen nicht wärmebehandelter Mikroproben mittels instrumentierter Eindringprüfung bestimmt

Die ermittelten Eindringmodule haben Mittelwerte in einem Bereich von 166 bis 208 GPa mit Standardabweichungen die kleiner 8 GPa sind (vgl. Abb. 7-15). Lässt man die ersten drei Proben außer Betracht (verunreinigter Elektrolyt, vgl. Abb. 7-15 von links) liegen die Eindringmodule in einem noch engeren Bereich (173 bis 189 GPa).

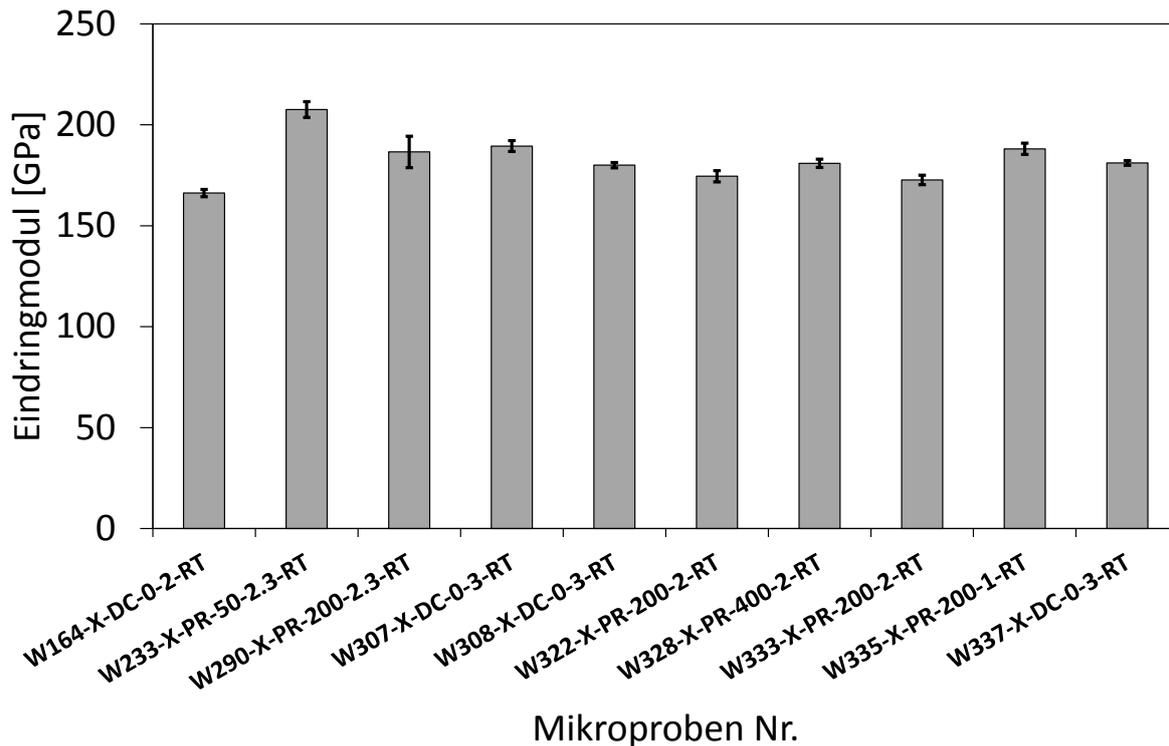


Abb. 7-15: Eindringmodul aller Mikroprobenserien an Einspannköpfen nicht wärmebehandelter Mikroproben mittels instrumentierter Eindringprüfung bestimmt

7.2.2 Martenshärte geglühter Mikroproben

Betrachtet man die Martenshärte der geglühten Mikroprobenserien über die Glüh­temperatur (vgl. Abschnitt 3.4.1.), so zeigen sich die in Abb. 7-16 und Abb. 7-17 dargestellten Martenshärte-Temperatur-Zusammenhänge. Darin ist zu beobachten, dass die Martenshärte ab einer Temperatur von etwa 200°C zu steigen beginnt. Alle geglühten Probenserien weisen ein Maximum der Martenshärte im Glüh­temperaturbereich von 260 bis 280 °C auf. Glüh­temperaturen größer 280°C führen zu abnehmenden Martenshärte­werten.

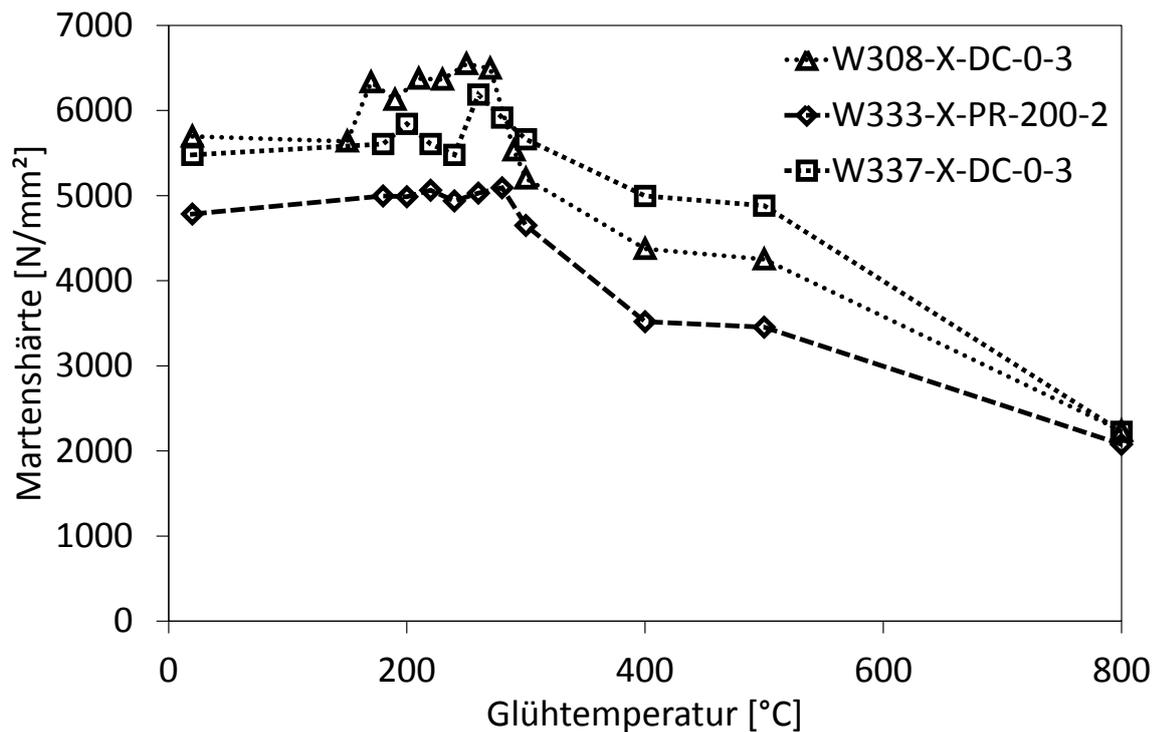


Abb. 7-16: Martenshärte in Abhängigkeit der Glühtemperatur der Probenserien W308-X-DC-0-3, W333-X-PR-200-2 und W337-X-DC-0-3

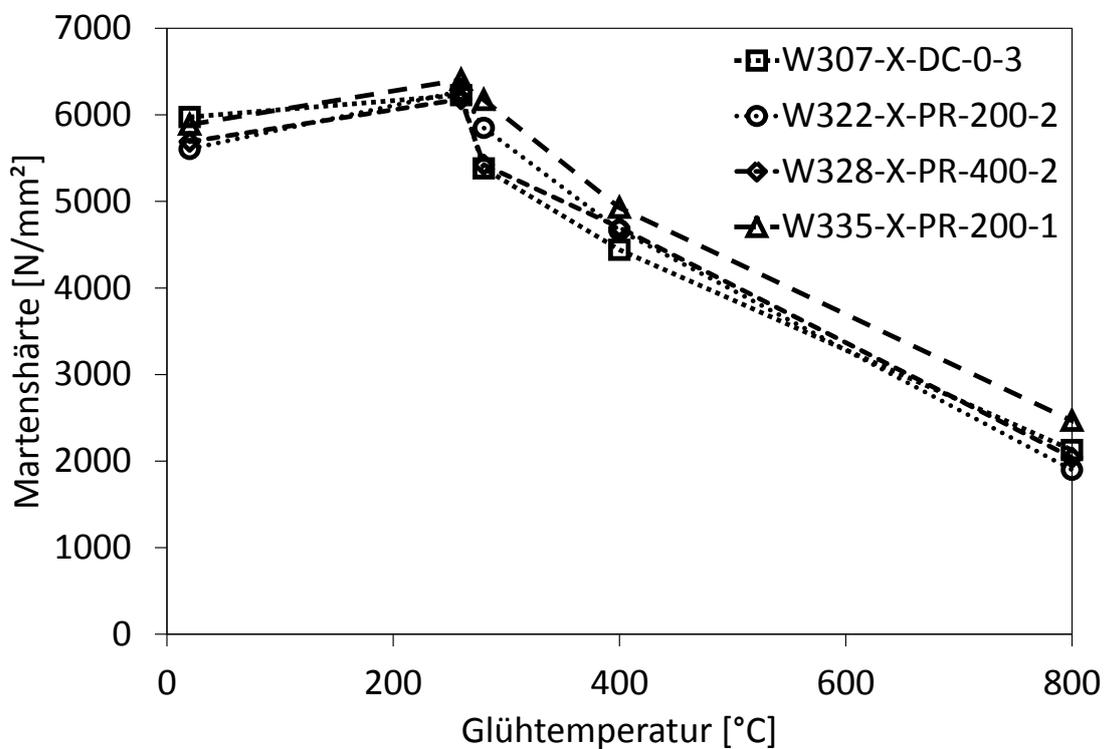


Abb. 7-17: Martenshärte in Abhängigkeit der Glühtemperatur der Probenserien W307-X-DC-0-3, W322-X-PR-200-2, W328-X-PR-400-2 und W335-X-PR-200-1

7.2.3 Untersuchungen an Mikrozahnradern

Mit Hilfe der instrumentierten Eindringprüfung sollen lokale Unterschiede der Materialeigenschaften im Bauteilvolumen von Mikrozahnradern erkannt werden. Die ermittelten Werte dienen später zum Vergleich der z.B. im Zugversuch ermittelten Eigenschaften. Die Bestimmung der Härteverteilung im Zahnradvolumen erfolgt an den Mikrozahnradern, die jeweils am Rand der Wafer jeder Probenserie galvanisiert sind. Dort stehen zwei Mikrozahnradgeometrien (Planetenrad, Flexspline) zur Verfügung (vgl. Abb. 7-18). An den unterschiedlichen Mikrozahnradgeometrien werden verschiedene Untersuchungen durchgeführt.



Abb. 7-18: Planetenrad und Flexspline (eingebettet)

Zunächst werden Härtematrizen auf einen Zahn eines Planetenrades aufgebracht. Dabei wird ein eingebettetes Zahnrad, welches angeschliffen und poliert ist (vgl. Abschnitt 3.4.3), verwendet. Dort ist die untersuchte Seite des Zahnrades die Seite, die dem Si-Wafer zugewandt war.

Nach dem Aufbringen der ersten Härtematrix wird die untersuchte Oberfläche durch Schleifen abgetragen und anschließend wieder poliert. Damit werden Abträge von etwa 0,07 mm erreicht. Nach dem Abtragen folgt das Messen einer weiteren Härtematrix. Insgesamt sind durch Wiederholen des Vorgangs 4 Abtragtiefen (T1-T4) gemessen. Abb. 7-19 zeigt die Lage der Matrix und der Abträge.

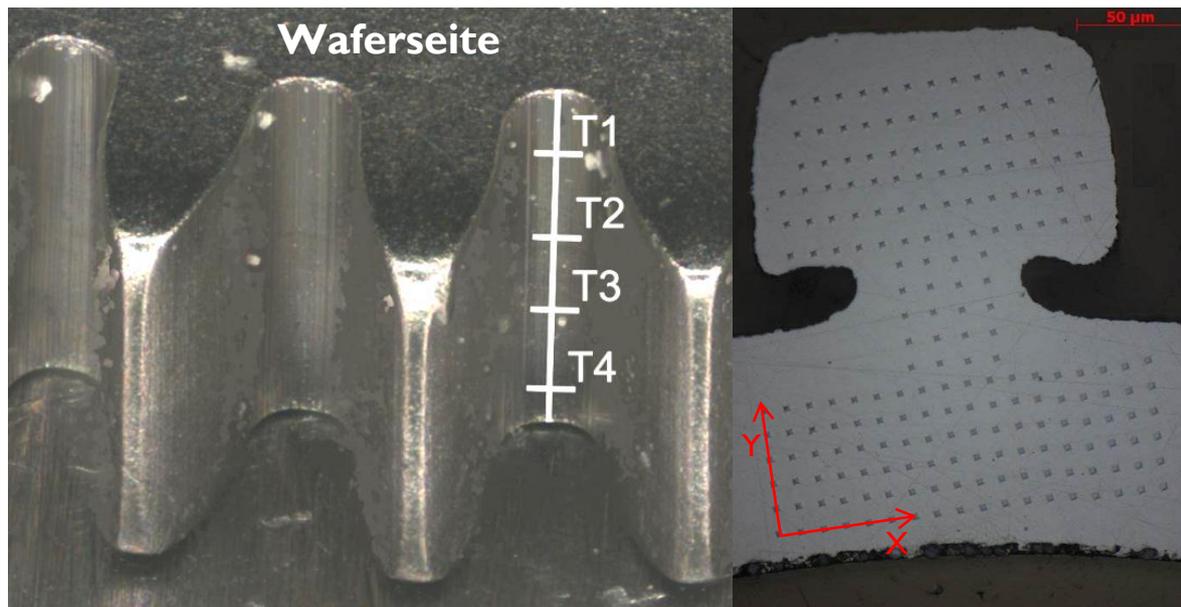


Abb. 7-19: Definition der Abträge (links) und der Lage der Härtematrix (rechts) auf einem Mikroplanetenrad

Die beispielhaft ausgewählten Bilder des jeweils ersten Abtrages eines Planetenrades der Probenserien W307-X-DC-0-3 und W322-X-PR-200-2 sind folgend besprochen (vgl. Abb. 7-20, Abb. 7-21). Die grafische Darstellung der Härtematrizen lässt deutlich erkennen, dass die Härtewerte in der betrachteten Schlieffläche deutlich schwanken. Insbesondere fallen die Härtewerte, die sich in Nähe der Zahnflanken befinden, niedriger aus als solche in Zahnmitte.

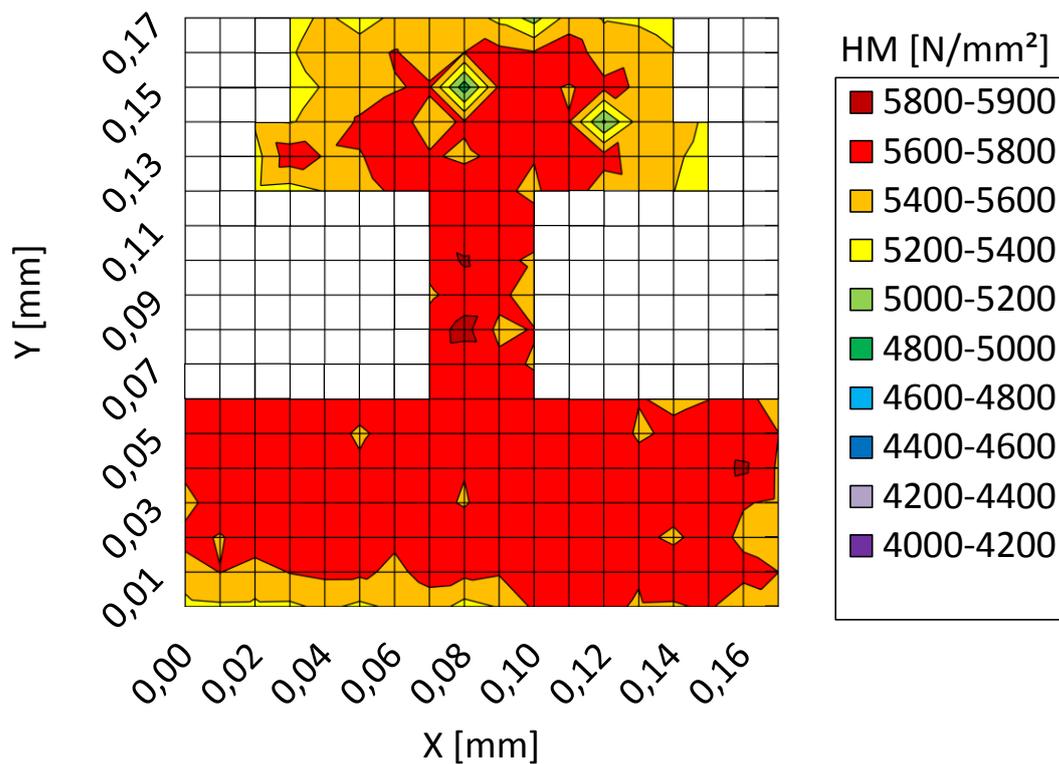


Abb. 7-20: Mikrohärtematrix auf einem Planetenrad der Probenserie W307-X-DC-0-3 bei der Abtragtiefe T1

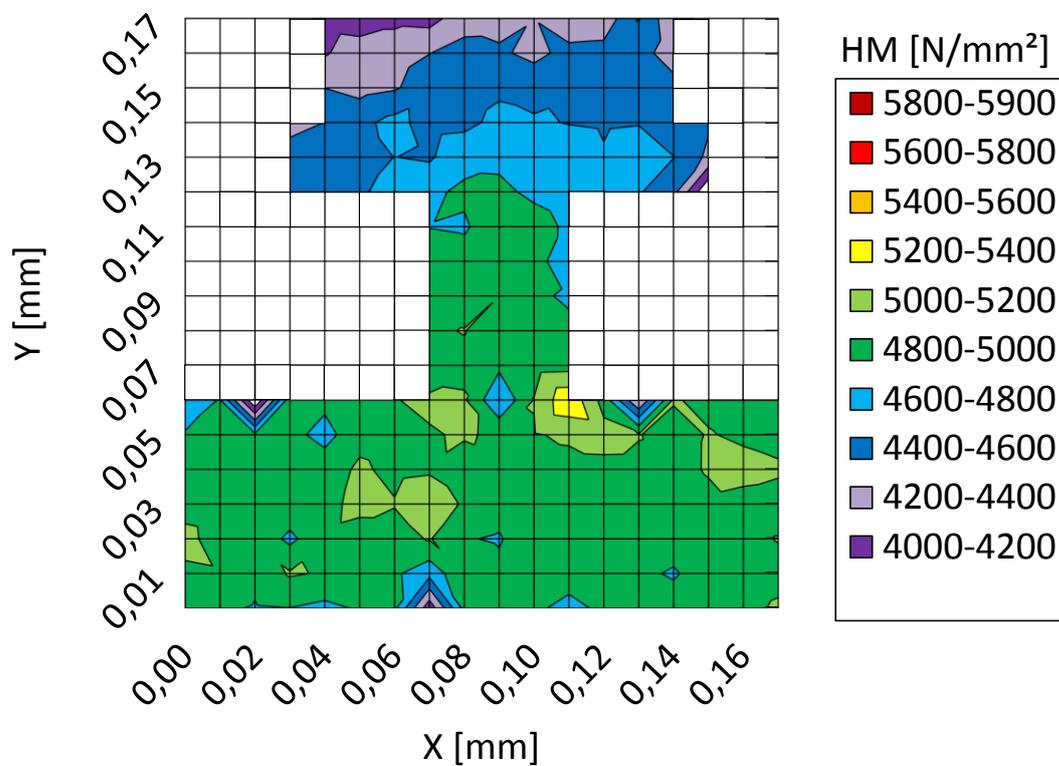


Abb. 7-21: Mikrohärtematrix auf einem Planetenrad der Probenserie W322-X-PR-200-2 bei der Abtragtiefe T1

Folgend sind die Martenshärtemittelwerte, die jeweils über alle Messpunkte einer Matrix gemittelt sind, in Abhängigkeit der Abtragtiefe der beiden oben besprochenen Probenserien verglichen (vgl. Abb. 7-22). Hier ist zu erkennen, dass die Martenshärtemittelwerte des Planetenrades von Wafer W307-X-DC-0-3 höhere Beträge als die von Wafer W322-X-PR-200-2 aufweisen. Ebenfalls ist die Streuung der Werte über der Schliifffläche und Abtragtiefe von Wafer W307-X-DC-0-3 wesentlich geringer als die von Wafer W322-X-PR-200-2.

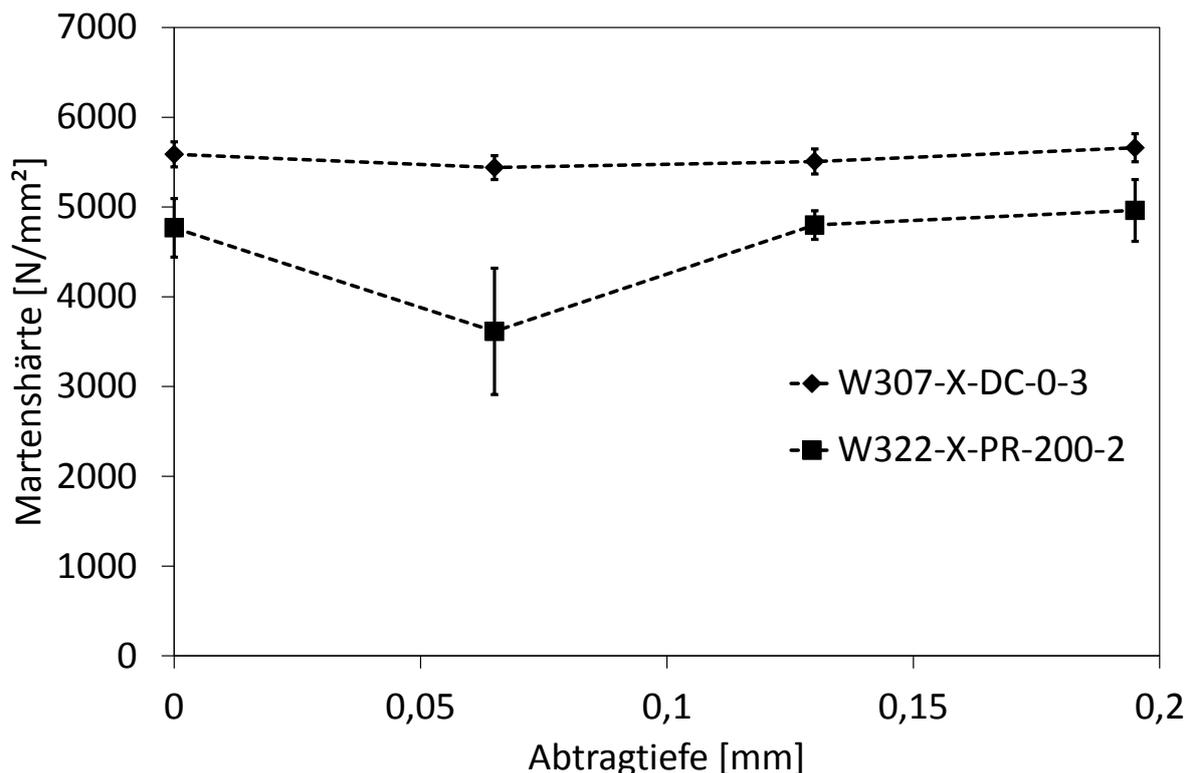


Abb. 7-22: Martenshärtemittelwerte der verschiedenen Abtragtiefen gemessen an Planetenrädern der Probenserien W307-X-DC-0-3 und W322-X-PR-200-2

Mikrozahnräder, die durch einen galvanischen Prozess (vgl. Abschnitt 3.3.2) hergestellt sind, können lokal variierende Eigenschaften aufweisen. Dies ist darauf zurückzuführen, dass aufgrund von unterschiedlichen Aspektverhältnissen und vom Elektrolyt unterschiedlich angeströmter Formgeometrien, die Stofftransportbedingungen auf dem Si-Wafer, für den Materialaufbau lokal stark variieren.

Das Flexspline ist ein Mikrozahnrad mit hohem Aspektverhältnis. Folgend werden Flexsplines von vier Probenserien in verschiedenen Betrachtungsorientierungen untersucht. Auch hier wird das Zahnrad vor der instrumentierten Eindringprüfung eingebettet, angeschliffen und poliert. Die Lage der Betrachtungsorientierungen ist in Abb. 7-23 und die Definition des Messkoordinatensystems in Abb. 7-24 gezeigt.

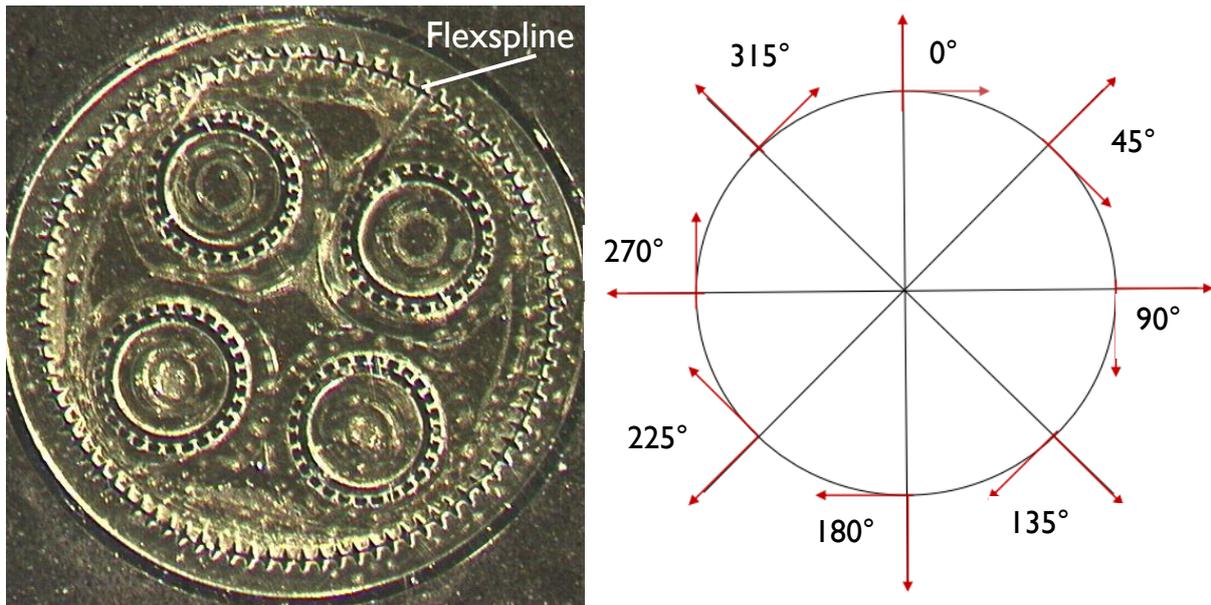


Abb. 7-23: Lage der Messpunktkoordinatensysteme für Mikrohärtemessungen am Flexspline (großes innen- und außenverzahntes Zahnrad)

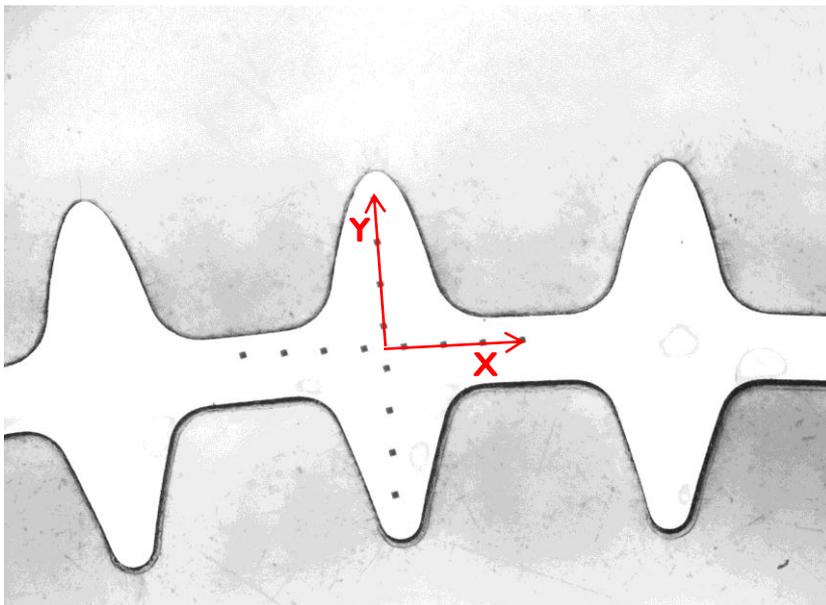


Abb. 7-24: Definition eines Messpunktkoordinatensystems für Mikrohärtemessungen am Flexspline

An jeder der acht Orientierungen werden jeweils acht Härteabdrücke in X- und Y-Richtung aufgebracht (vgl. Abb. 7-24). Nachfolgend werden nur die Messergebnisse der Y-Richtung besprochen.

Beispielhaft sind in Abb. 7-25 die Härteverläufe der unterschiedlichen Orientierungen der Probenserie W335-X-PR-400-2-RT gezeigt. Dabei ist zu erkennen, dass die Martenshärte der Messpunktfolgen an den beiden Zahnsitzen ein Minimum aufweisen. Die Lagen der einzelnen Messpunktfolgen variieren zum Teil stark.

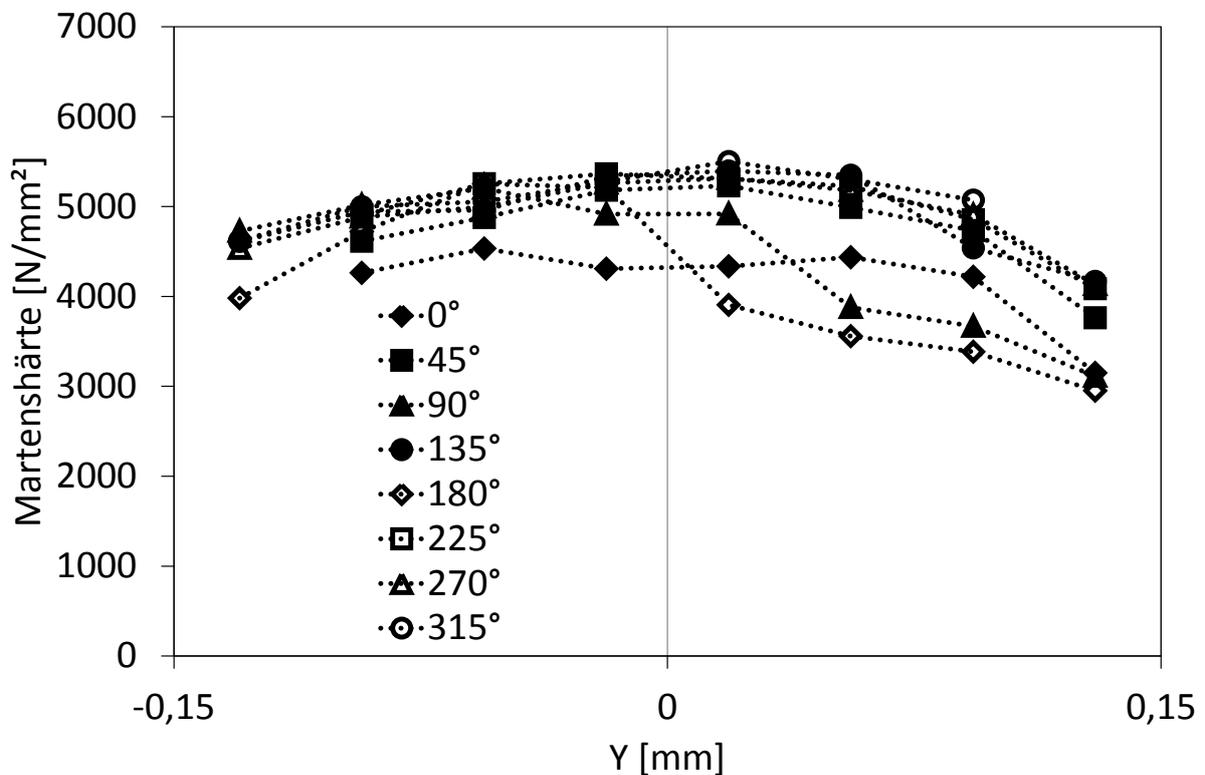


Abb. 7-25: Martenshärten unterschiedlich orientierter Härtereihen gemessen von Zahnsitze der Innenverzahnung zu Zahnsitze der Außenverzahnung eines Flexsplines von Probenserie W335-X-PR-400-2-RT

Zum Vergleich der einzelnen Probenserien untereinander werden die Mittelwerte und die Standardabweichungen der einzelnen Messreihen gegenübergestellt (vgl. Abb. 7-26). Dort ist festzustellen, dass die Martenshärtemittelwerte der Probenserien, die mit Gleichstromabscheidung galvanisiert sind (ungefüllte Symbole), relativ hohe Martenshärtemittelwerte mit geringer Standardabweichung zeigen. Die Probenserien, die mit Pulsstromabscheidung galvanisiert sind (gefüllte Symbole), weisen geringere Martenshärtemittelwerte mit großen Standardabweichungen auf.

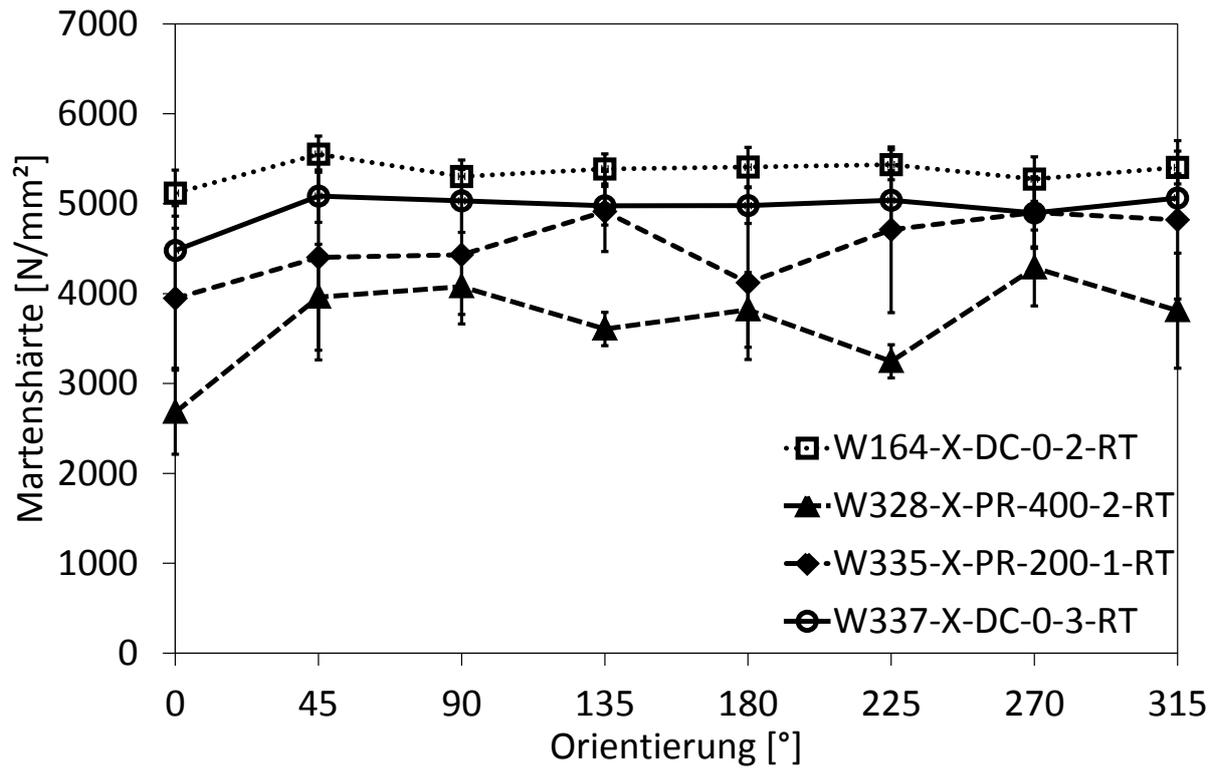


Abb. 7-26: Mittelwerte der Martenshärte in Abhängigkeit der Orientierung der Abdruckreihe von den Probenserien W164-X-DC-0-2-RT, W328-X-PR-400-2-RT, W335-X-PR-200-1-RT und W337-X-DC-0-3-RT,

7.3 Mikrozugversuch

Die ersten drei gefertigten Probenserien liefern keine brauchbaren Mikrozugproben, da der neu eingesetzte Elektrolyt eine Verunreinigung vom Elektrolythersteller aufwies. Die Mikroproben der Probenserien W307-DC-0-3-RT und W308-DC-0-3-RT sind für die Erprobung der Spannzeuge verbraucht (vgl. Abschnitt 6.2.1). Die hier dargestellten Ergebnisse des Zugversuchs sind an den verbleibenden fünf Probenserien ermittelt. Zur Bestimmung der Mittelwerte standen zwischen 5 und 11 Proben zur Verfügung

Ein Vergleich der im Zugversuch bestimmten E-Module zeigt Werte zwischen 142 und 164 GPa mit Standardabweichungen zwischen 20 und 33 GPa (vgl. Abb. 7-27).

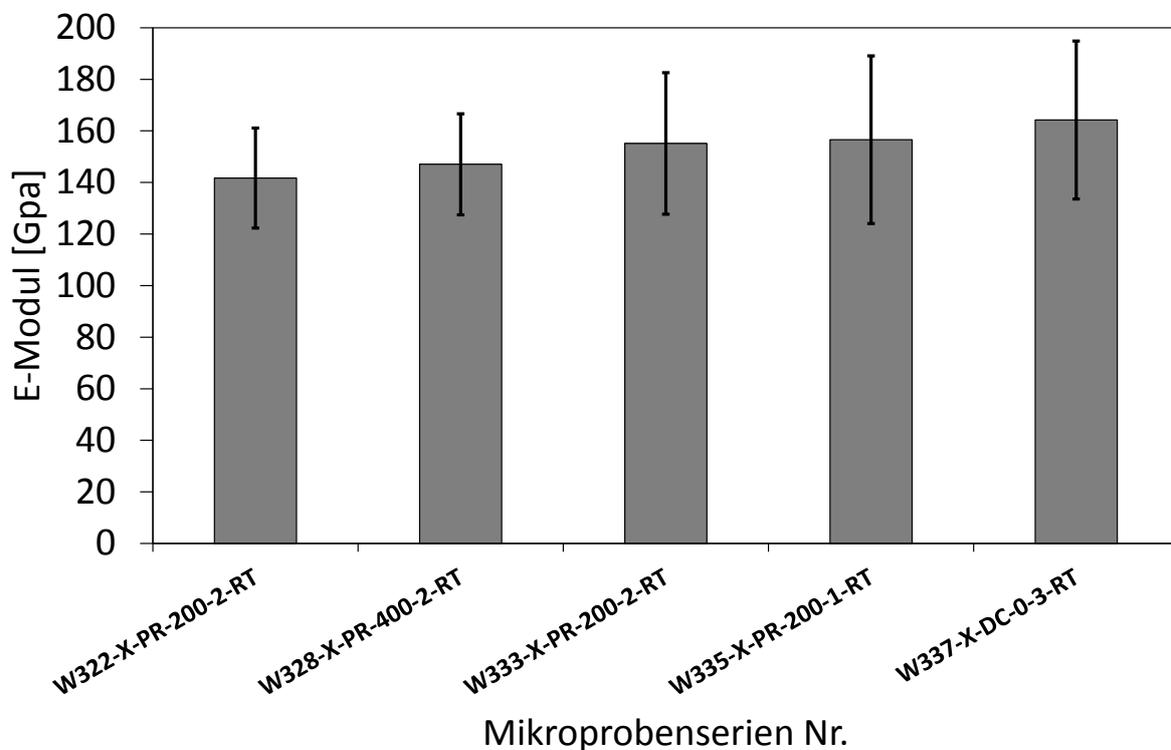


Abb. 7-27: Mittelwerte der E-Module der untersuchten Probenserien

Betrachtet man die ermittelten 0,2 %-Dehngrenzen $R_{p,0,2}$ so werden Mittelwerte zwischen 802 MPa und 1314 MPa gemessen (vgl. Abb. 7-28). Diese weisen zum Teil Standardabweichungen bis zu 530 MPa auf.

Mittelwerte zwischen 1239 MPa und 1913 MPa zeigen die bestimmten Zugfestigkeiten (vgl. Abb. 7-29). Dabei betragen die ermittelten Standardabweichungen bis zu 542 MPa.

Den höchsten Mittelwert der Zugfestigkeit weist die mit Gleichstrom abgeschiedene Probenserie W337-DC-0-3-RT auf. Die geringste Standardabweichung zeigt die mit dem

Elektrolyten der FH Kaiserslautern am Standort Zweibrücken galvanisierte Probenserie W333-PR-200-2-RT. Dort wird ebenfalls die niedrigste Zugfestigkeit gemessen.

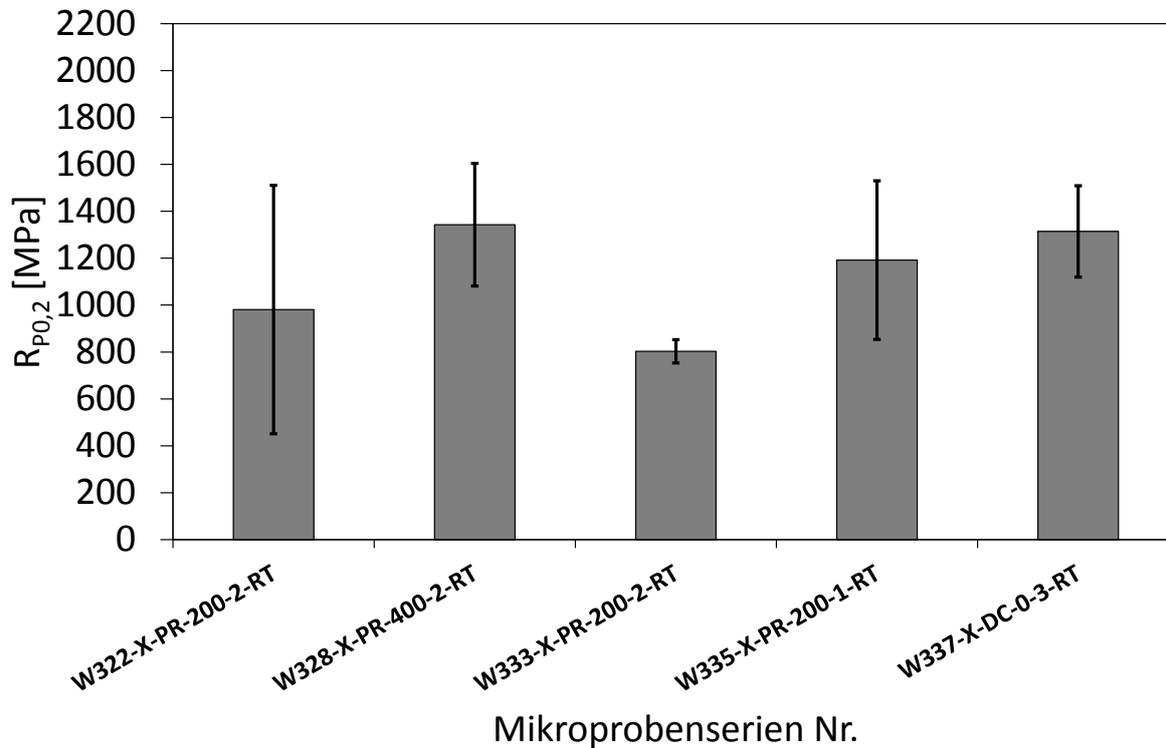


Abb. 7-28: Mittelwerte der Dehngrenze $R_{p0,2}$ der untersuchten Probenserien

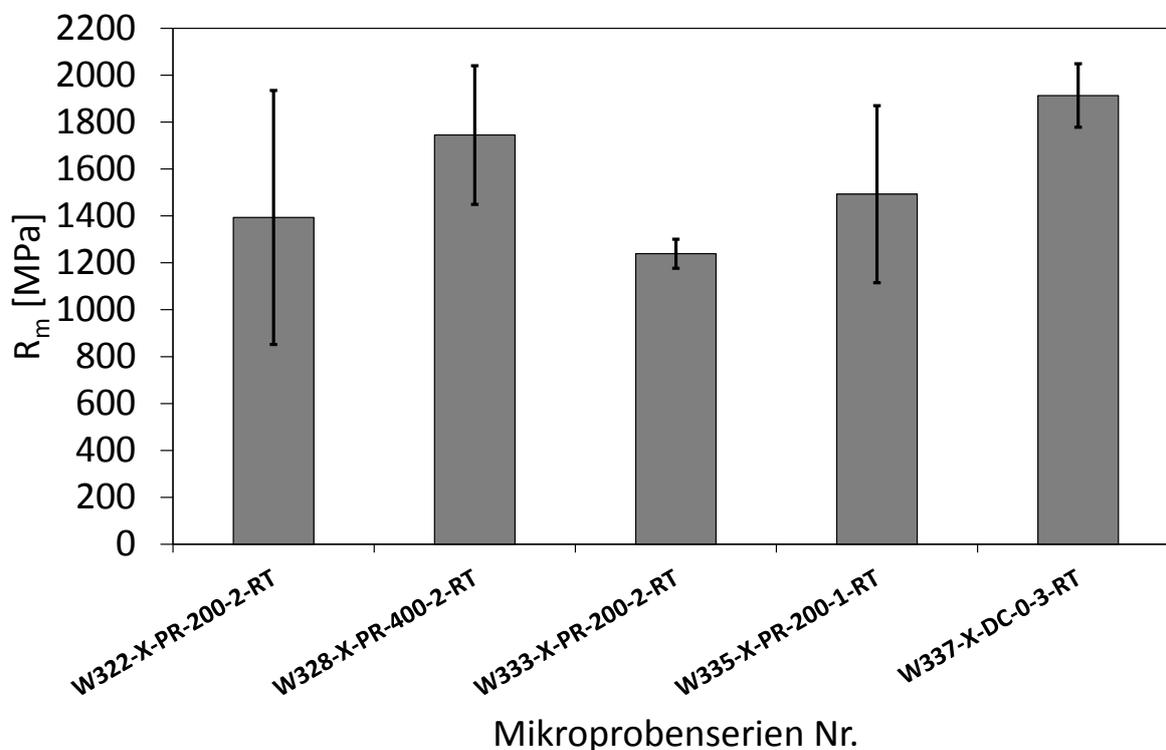


Abb. 7-29: Mittelwerte der Zugfestigkeit R_m der untersuchten Probenserien

Die Mittelwerte der Bruchdehnungen liegen zwischen 2,8 % und 5,8 % (vgl. Abb. 7-30). Die Bruchdehnungen der untersuchten Probenserien streuen stark und weisen Standardabweichungen von bis zu 4,4 % auf. Die größten Bruchdehnungsbeträge, aber auch die höchste Standardabweichung, zeigt die mit Pulsstrom abgeschiedene Probenserie W322-X-PR-200-2-RT.

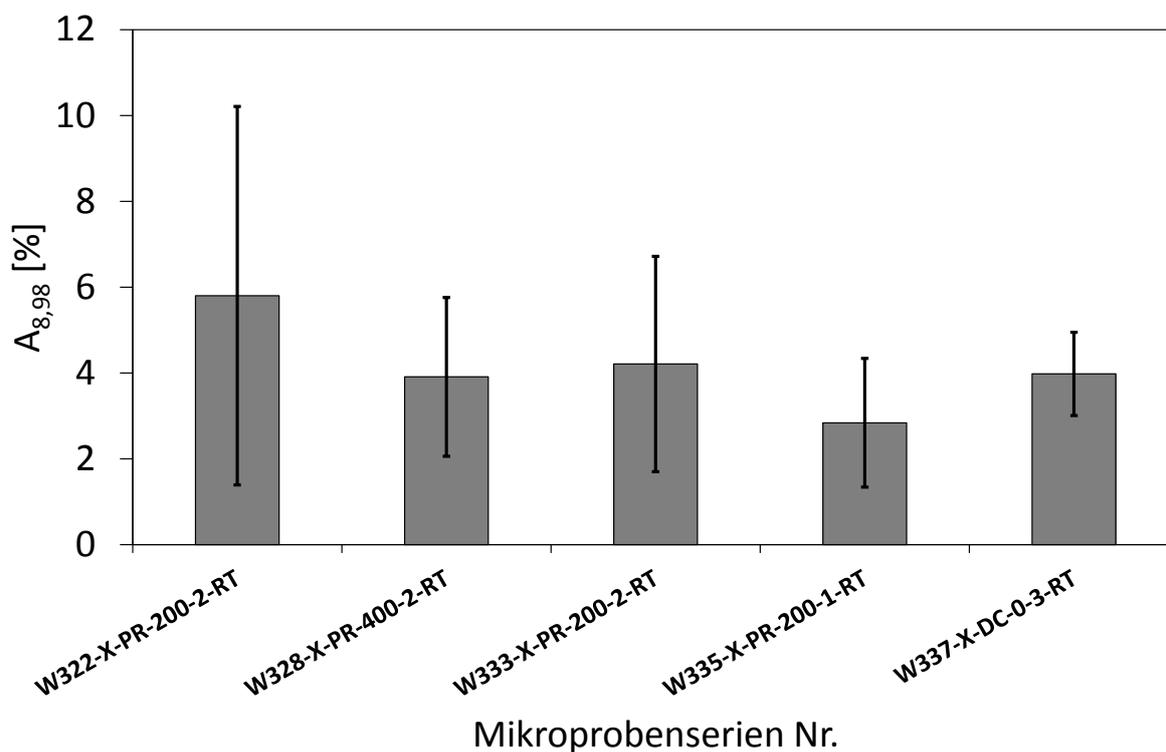


Abb. 7-30: Mittelwerte der Bruchdehnung $A_{8,98}$ der untersuchten Probenserien

7.4 Mikrobiegeschwingversuch

Für die Ermittlung von Wöhlerkurven an ungekerbten Mikrobiegeschwingproben stehen pro Probenserie und Wafer 17 Proben zur Verfügung. Zur statistischen Absicherung der ermittelten Ergebnisse werden etwa 30 Proben benötigt. Für die Bestimmung einer statistisch abgesicherten Wöhlerkurve sind somit die Proben zweier identisch galvanisierter Probenserien notwendig.

Die mittels UV-Lithographie produzierten Mikroproben zeigen nach dem Vermessen deutliche Abweichungen von der geplanten Prüfquerschnittsgeometrie. Dies erfordert eine Berücksichtigung der Abweichung bei der Berechnung der Biegespannung (vgl. Abschnitt 6.3.3).

Der für die Wafer-Produktion verwendete Fotoresist (SU8) hinterlässt nach Vereinzelung der Mikroproben auf den Probenflanken Rückstände (vgl. Abb. 7-31). Diese Rückstände verursachen beim Prüfen Dämpfungen der Schwingungsbeanspruchung. Kommt es beim Prüfen insbesondere großer Amplituden zur Delamination der Rückstände, so verändern sich die Dämpfungsbedingungen der Mikrobiegeschwingproben. Folge davon ist, dass die Regelung der Prüfmaschine mit der abrupten Änderung der Schwingungsbedingungen nicht zurechtkommt, d. h. der Versuch bricht ab.

Für das Entfernen der Resistrückstände ist derzeit noch keine geeignete Methode gefunden.

In Zukunft (Folgeprojekt) sollen für die Probenherstellung Wafer mit PMMA als Resistmaterial, welches mittels Röntgentiefenlithographie belichtet wird, verwendet werden. Mit diesem Verfahren sind genauere Probenabmessungen herstellbar und die Entfernung des Resists ist mit konventionellen Lösemitteln möglich.

Mit den vorhandenen Proben wird dennoch versucht eine Wöhlerkurve zu ermitteln. Abb. 7-32 zeigt die Ergebnisse von 10 Mikrobiegeschwingproben der Probenserie W322-X-PR-200-2-RT, eingetragen in ein Wöhlerdiagramm.

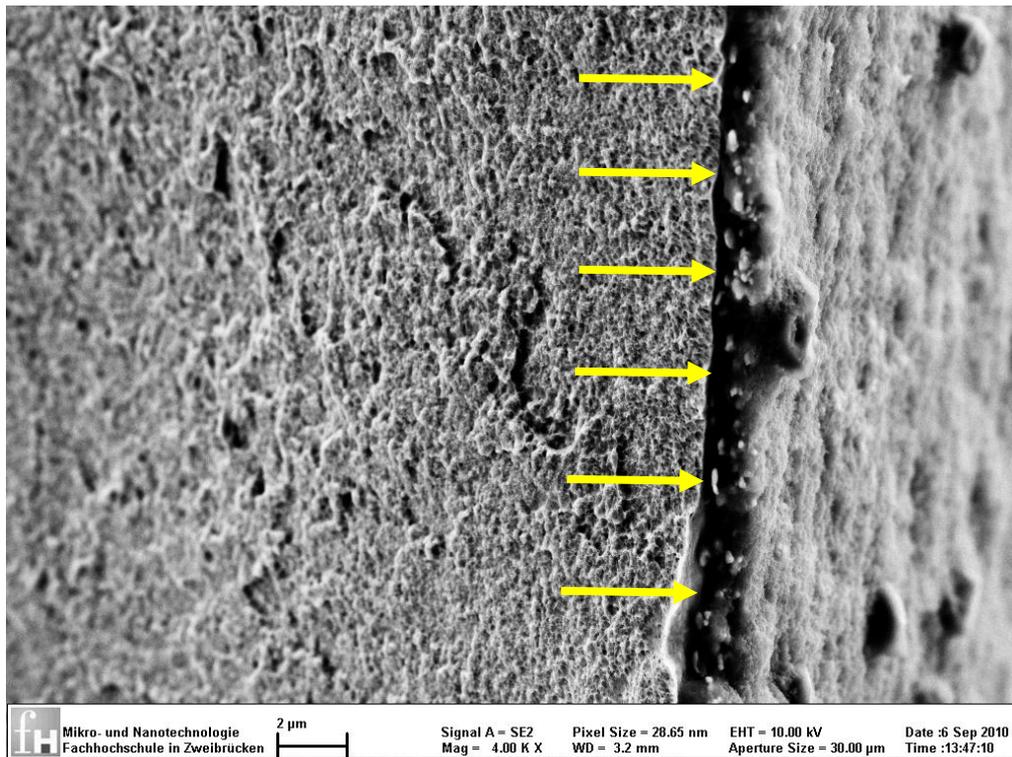


Abb. 7-31: Resistrückstände an der Probenflanke von Mikroprobe 328-01-PR-400-RT

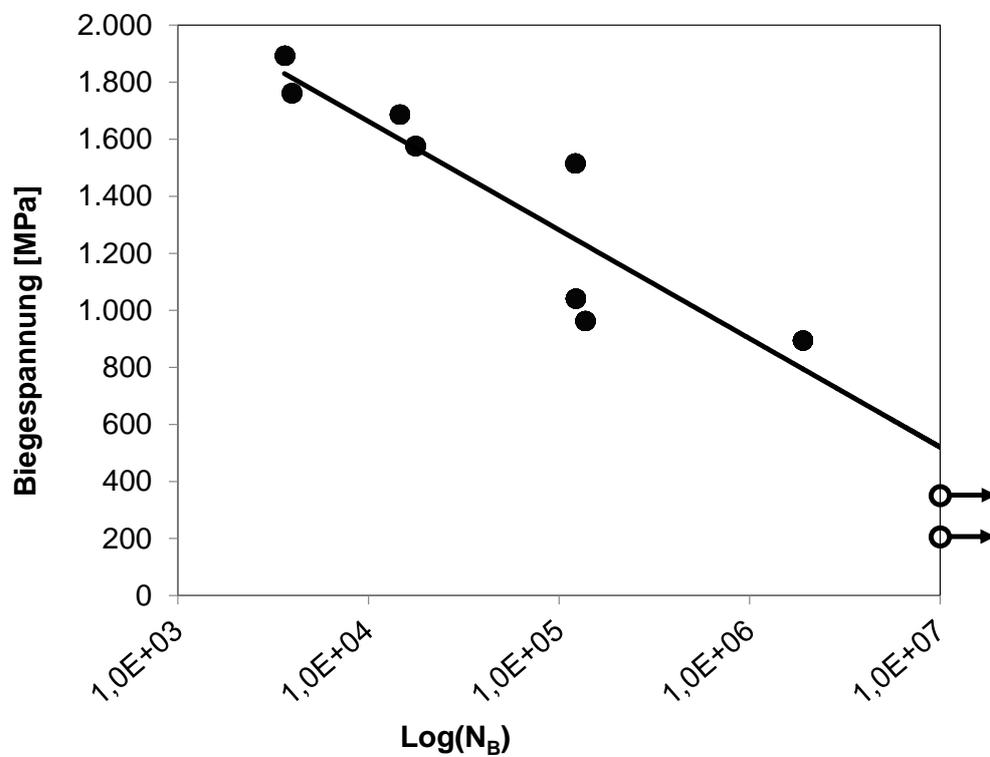


Abb. 7-32: Wöhlerkurve bestimmt an Mikroproben der Probenserie W322-X-PR-200-2-RT

8 Diskussion

8.1 Einfluss der Gefügeparameter auf die Martenshärte

Ein wesentliches Arbeitsziel des Projektes ist die Charakterisierung der Mikroprobenzustände und deren Auswirkung auf die Mikroprobeneigenschaften. Zur Beschreibung der Gefügeparameter sind die dazu notwendigen Analyseverfahren ausgearbeitet und angewendet (vgl. Abschnitt 5).

Folgend ist die Auswirkung der Gefügeparameter auf die Härte diskutiert. Dabei werden die bekannten Verfestigungsmechanismen untersucht.

Betrachtet man die Martenshärte als Funktion des Eisengehalts der abgeschiedenen Probenreihen, so ist ohne Berücksichtigung anderer Gefügeparameter kein Zusammenhang zu finden.

Damit ein Zusammenhang zwischen Martenshärte und Eisengehalt beschrieben werden kann, sind die Ergebnisse der Martenshärte, der bei 800°C geglühten Proben, über den Eisengehalt verglichen (vgl. Abb. 8-1). Durch das Glühen ist der Einfluss der Korngrenzverfestigung und der Versetzungsverfestigung auf ein Minimum reduziert. Zusätzlich zur Erweiterung des betrachteten Legierungsbereichs sind in Abb. 8-1 die Ergebnisse geglühter (800 °C) Ni- bzw. NiFe-Schichten dargestellt.

Die Martenshärten der untersuchten Schichten zeigen ein Maximum bei einem Eisengehalt von etwa 19 Ma.-%. Dabei steigert sich die Martenshärte von 1218 N/mm² bei reinem Nickel auf 2119 MPa bei 19 Ma.-% Eisen. Vergleicht man die Ergebnisse der Schichten mit denen der Mikroproben so zeigen die Mikroproben meist höhere Martenshärtewerte.

Das Eisen wird im Ni-Mischkristall als Substitutionsatom gelöst. Dabei kann sich bei Kristallisation im Gleichgewicht eine Überstruktur FeNi₃ ausbilden [66]. Vollständige Löslichkeit vom Eisen im Nickel ist nicht gegeben (vgl. Abb. 3-18).

Der Mischkristallverfestigungsmechanismus beschreibt die Festigkeitssteigerung (Härtesteigerung) aufgrund der Einbringung von Substitutionsatomen. Die Martenshärtesteigerung infolge der Erhöhung des Eisengehaltes der geglühten Proben kann über diesen Mechanismus erklärt werden.

Die galvanische Legierungsabscheidung lässt Werkstoffe kristallisieren, die neben den gewünschten Legierungselementen (Nickel, Eisen) auch noch andere Elemente enthalten können [15, 18]. Diese mitabgeschiedenen Elemente beeinflussen die Eigenschaften des Materials.

TEM-Untersuchungen an zwei Probenreihen (W335-X-PR-200-1 und W337-X-DC-0-3) zeigen, dass sich im Gefüge der galvanisierten Mikroproben neben der Ni- bzw. FeNi₃-Phase noch eine Nickeloxid-Phase (NiO) befindet (vgl. Abb. 8-2). Das Vorhandensein der NiO-

Phase könnte die Verschiebung der Martenshärte von den Schichten zu denen der Mikroproben erklären. Weitere noch nicht nachgewiesene mitabgeschiedene Stoffe könnten die Eigenschaften ebenfalls beeinflussen.

In der Literatur sind derzeit keine Vergleiche von Härtewerten in Abhängigkeit des Eisengehalts an bei hohen Temperaturen (z.B. 800 °C) geglühten galvanischen Nickel-Eisen-Proben zu finden. Somit ist hier kein Vergleich mit Literaturwerten diskutiert.

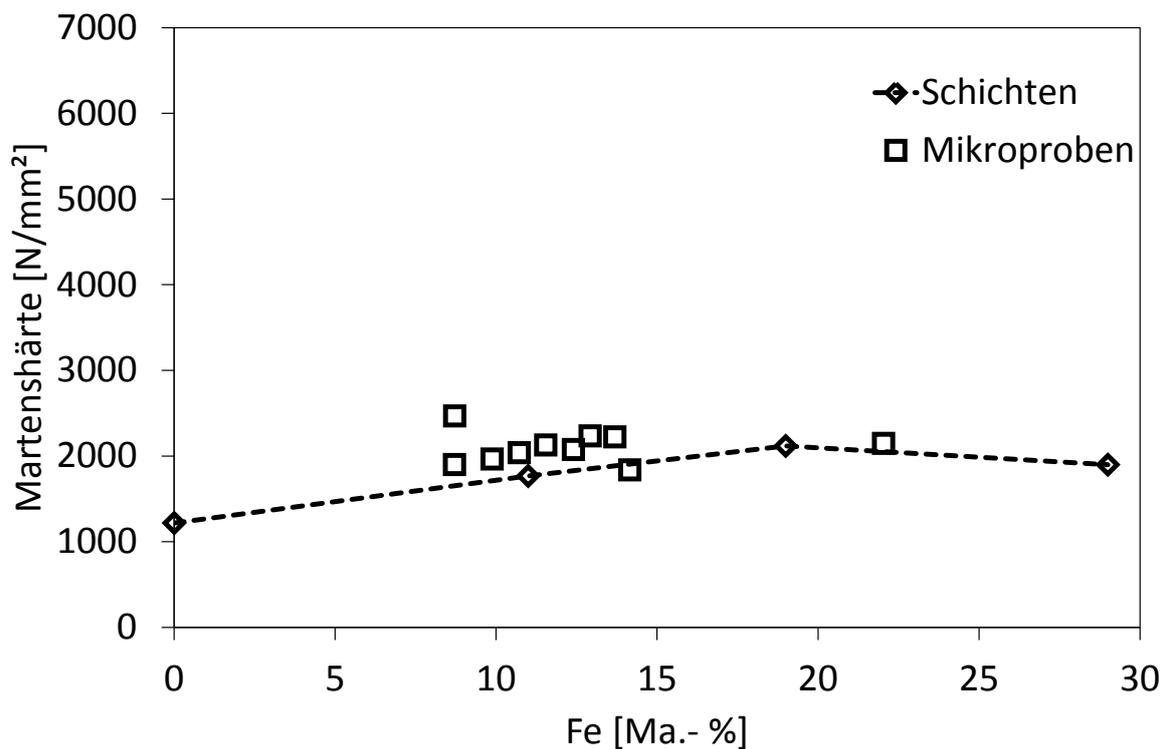


Abb. 8-1: Martenshärte von bei 800 °C geglühten Mikroprobenköpfen und Schichten mit unterschiedlichen Eisengehalten

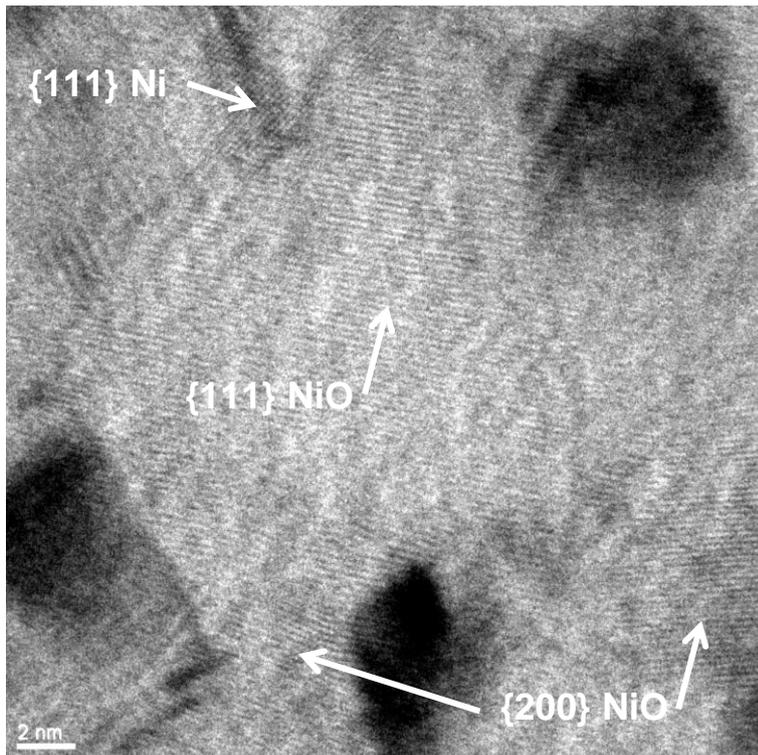


Abb. 8-2: Nickel (Ni) und Nickeloxidkörner (NiO) identifiziert an den Gitterebenenabständen bestimmt in einer TEM-Aufnahme von Mikroprobe W337-37-DC-0-3-RT

Korngrenzen wirken als Hindernisse für Versetzungsbewegungen. So kommt es bei vielen Korngrenzen (kleine Körner) zur Festigkeitssteigerung (Härtesteigerung). Mit der sogenannten Hall-Petch-Beziehung wird eine lineare Zunahme der Festigkeit (Härte) mit dem Reziprokwert der Wurzel des mittleren Korndurchmessers ($1/\sqrt{D}$) beschrieben (vgl. Abschnitt 2).

Bei den folgend besprochenen „Hall-Petch“-Diagrammen ist an der Abszisse der ($1/\sqrt{D}$)-Wert abgetragen. In diesen Diagrammen weist die Abbildung der Härte in Abhängigkeit des Korndurchmessers eine lineare Beziehung auf, wenn sich keine anderen Einflussgrößen (z.B.: Gitterverzerrung, Ausscheidungen) ändern.

Abb. 8-3 zeigt ein „Hall-Petch“-Diagramm in dem die Ergebnisse von geglühten und nicht geglühten Mikroproben der Probenserien W308-X-DC-0-3, W333-X-PR-200-2, W337-X-DC-0-3 und der Ni-Schicht R310305-DC-0-2 verglichen sind. Ein weiterer Vergleich der der Martenshärte geglühter und nicht geglühter Mikroproben der Probenserien W335-X-PR-200-1, W328-X-PR-400-2, W322-X-PR-200-2, W307-X-DC-0-3 und der Ni-Schicht R310305-DC-0-2 ist in Abb. 8-4 dargestellt.

Wie in Abschnitt 7.2.1 bereits festgestellt nimmt bei allen Probenreihen die Martenshärte durch das Glühen bis 280 °C zu. Die Steigerung der Martenshärte kann weder über das geringe Kornwachstum (vgl. Abb. 7-7) noch über den Abbau der Gitterverzerrungen (vgl. Abb. 7-9) erklärt werden. Beide Verfestigungsmechanismen (Korngrenz- und Versetzungsverfestigung) müssten zu einer Verringerung der Martenshärte führen. Wobei hier angenommen wird, dass die gemessene Gitterverzerrung als Maß für die Versetzungsdichte gesehen werden kann.

Es sind zwei Möglichkeiten zu diskutieren, die zur Verfestigung in diesem Temperaturbereich (200 - 280 °C) führen. Zum einen könnte ein anderer Verfestigungsmechanismus wie z.B. die Ausscheidungsverfestigung zur Härtesteigerung des Werkstoffs führen. Allerdings sind Ausscheidungen bisher noch nicht nachgewiesen. Zum anderen findet man in der Literatur Hinweise, dass die Hall-Petch-Beziehung bei nanokristallinen Materialien nicht mehr ohne weiteres anwendbar ist [25, 26, 27, 28, 29, 30]. Dort wird bei sehr kleinen Korngrößen eine Umkehrung der Hall-Petch-Beziehung beschrieben.

Größere Glühtemperaturen (300 - 800 °C) führen wie erwartet zur Verringerung der Martenshärte (vgl. Abb. 8-3 und Abb. 8-4).

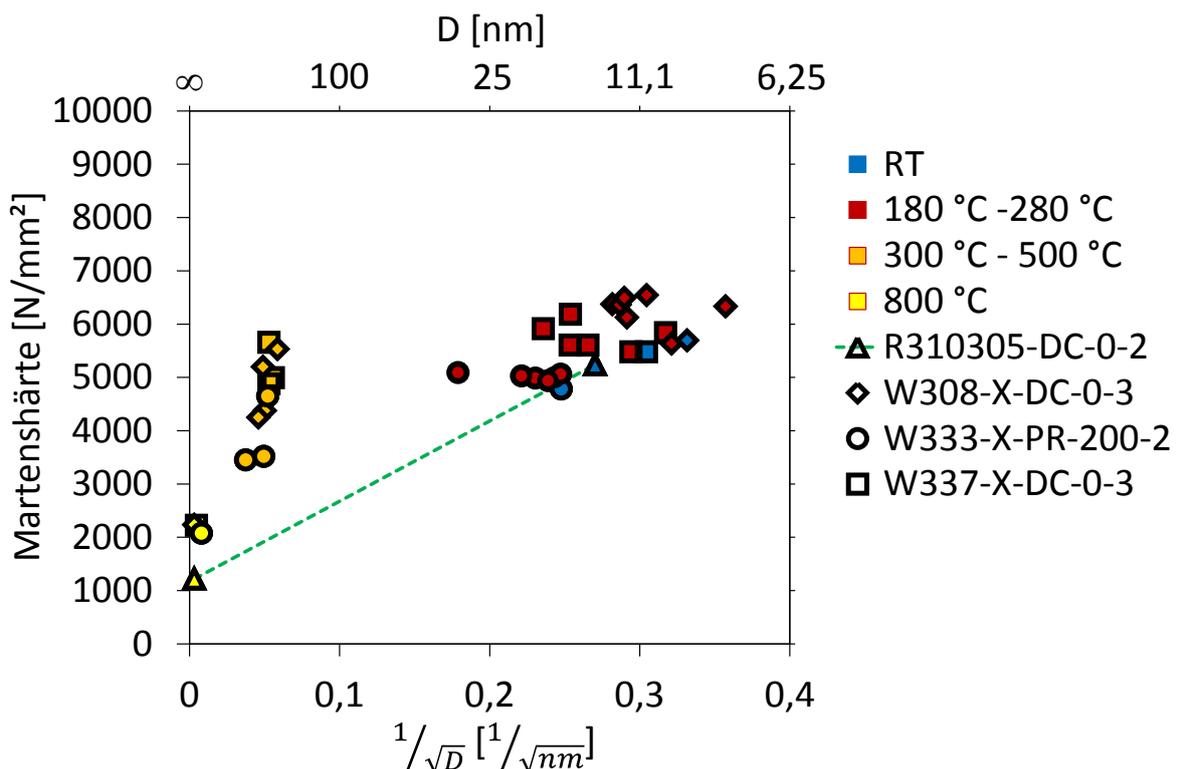


Abb. 8-3: „Hall-Petch“-Diagramm der Martenshärte geglühter und nicht geglühter Mikroproben der Probenreihen W308-X-DC-0-3, W333-X-PR-200-2, W337-X-DC-0-3 und der Ni-Schicht R310305-DC-0-2

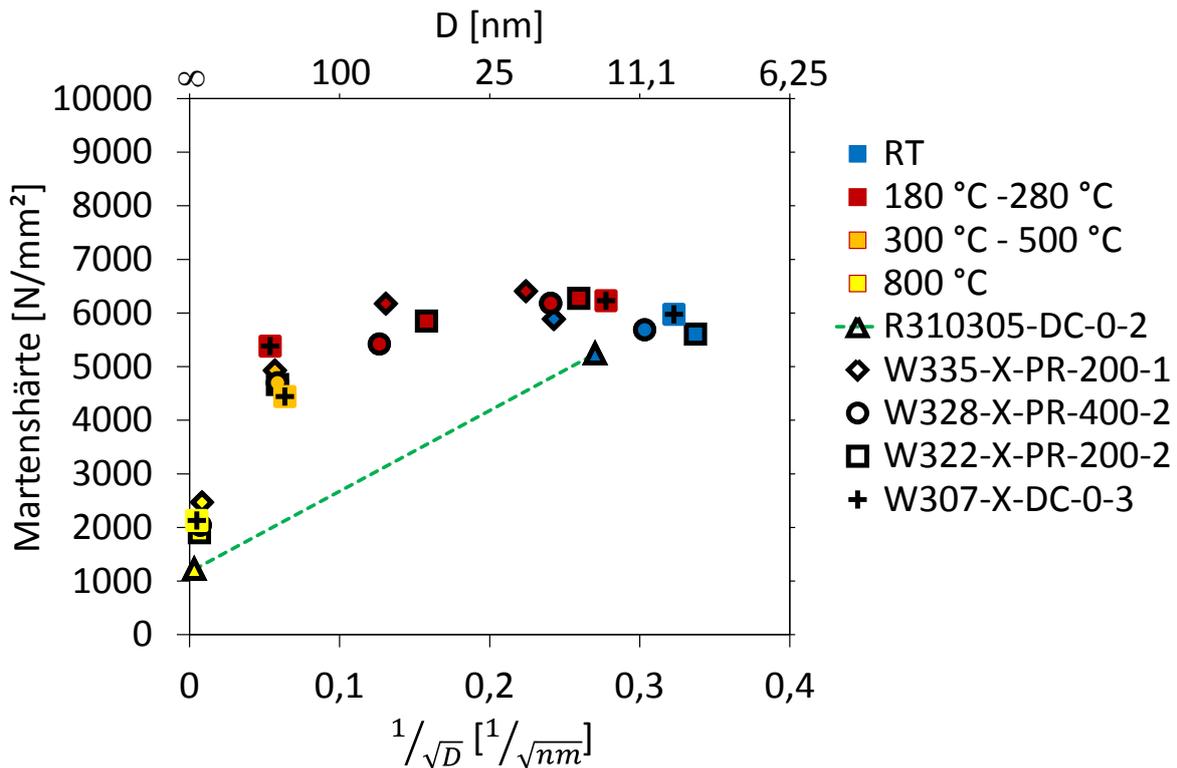


Abb. 8-4: „Hall-Petch“-Diagramm der Martenshärte geglühter und nicht geglühter Mikroproben der Probenserien W335-X-PR-200-1, W328-X-PR-400-2, W322-X-PR-200-2, W307-X-DC-0-3 und der Ni-Schicht R310305-DC-0-2

In der Literatur [33, 11] sind Ergebnisse zu finden, die mit unterschiedlichen Härteprüfverfahren bestimmt sind, welche sich in Prüfkraft und Endringkörper unterscheiden. Ein Vergleich der hier ermittelten Werte mit Ergebnissen der Literatur ist deshalb nur tendenziell möglich.

Zum Vergleich sind beispielhaft die Ergebnisse zweier Literaturstellen [33, 11] mit den Ergebnissen der nicht geglühten und der bei 800 °C geglühten Ni-Schicht R310305-DC-0-2 in Abb. 8-5 dargestellt.

Es ist zu erkennen, dass zunächst die Härtewerte der Literaturstelle [11] mit sinkender Korngröße steigen. Bei einer Korngröße von etwa 11 nm sind verschiedene Härtewerte zu finden. Anzumerken ist, dass die Eisengehalte der dort dargestellten Messpunkte zum Teil erheblich variieren (4 – 69 At.-%).

Die Ergebnisse der Literaturstelle [33] zeigen neben anderen hier nicht dargestellten Ergebnissen einen Härtezuwachs durch Glühen bei 200°C. Dabei steigt die Härte von etwa 6750 N/mm² auf 8150 N/mm². Der in Abb. 8-5 dargestellte Härtezuwachs ist in ähnlicher Form bei allen untersuchten Probenserien zu erkennen (vgl. Abb. 8-3 und Abb. 8-4).

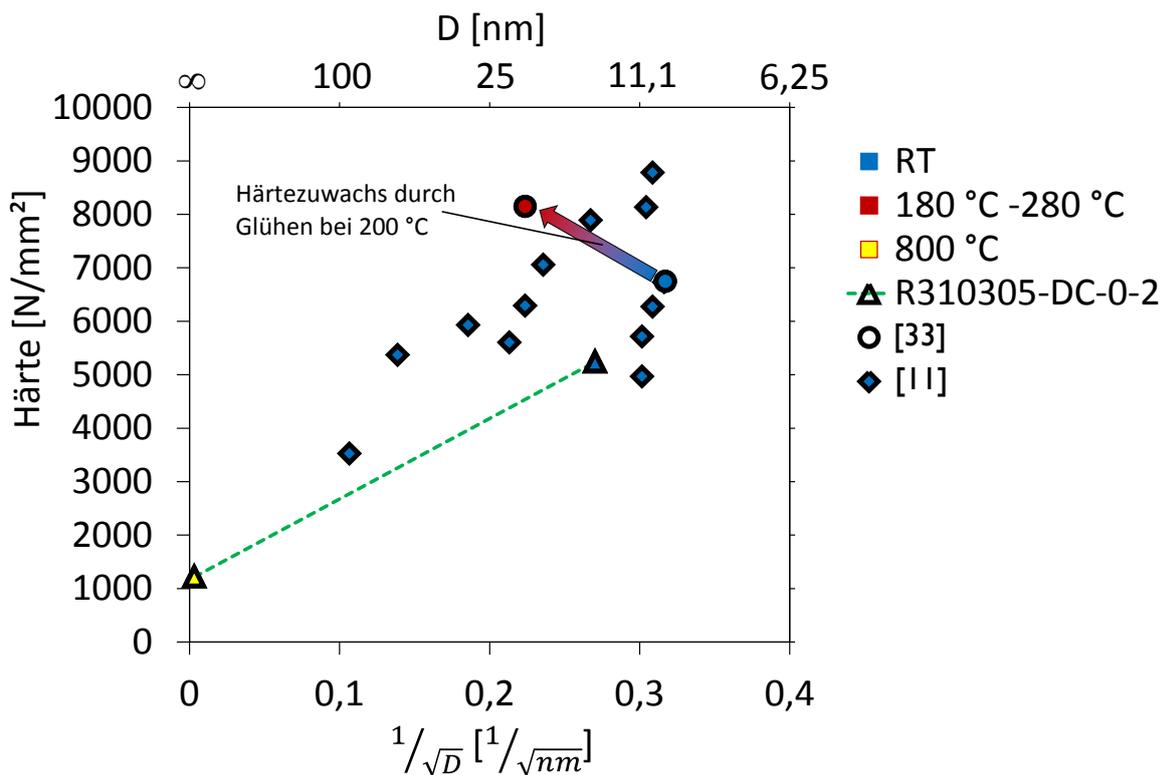


Abb. 8-5: Vergleich der Ergebnisse zweier Literaturstellen [33, 11] mit den Ergebnissen der nicht geglühten und der bei 800 °C geglühten Ni-Schicht R310305-DC-0-2

8.2 Vergleich zwischen Mikrozugversuch und instrumentierter Eindringprüfung

Die im Projekt ermittelten Gefügeparameter sind alle an Mikroprobenköpfen bestimmt. Aufgrund des sehr kleinen Mikroprobenprüfquerschnitts (50 μm x 300 μm) ist eine Bestimmung der Gefügeparameter im Prüfquerschnitt derzeit nicht möglich. Zur Überprüfung der Übertragbarkeit zwischen dem Gefüge im Mikroprobenkopf und dem Gefüge im Prüfquerschnitt ist in Abb. 8-6 ein Vergleich zwischen im Probenkopf gemessener Martenshärte und im Zugversuch ermittelter Zugfestigkeit gegenübergestellt.

Wenn die Eigenschaften im Mikroprobenkopf und im Prüfquerschnitt gleich sind oder um einen konstanten Faktor abweichen, dann müssen die Martenshärtemessungen im Mikroprobenkopf über einen konstanten Faktor mit der Zugfestigkeit gekoppelt sein. Der in Abb. 8-6 dargestellte Vergleich lässt erkennen, dass die am Mikroprobenkopf bestimmten Ergebnisse nicht auf die gesamte Probe übertragbar sind.

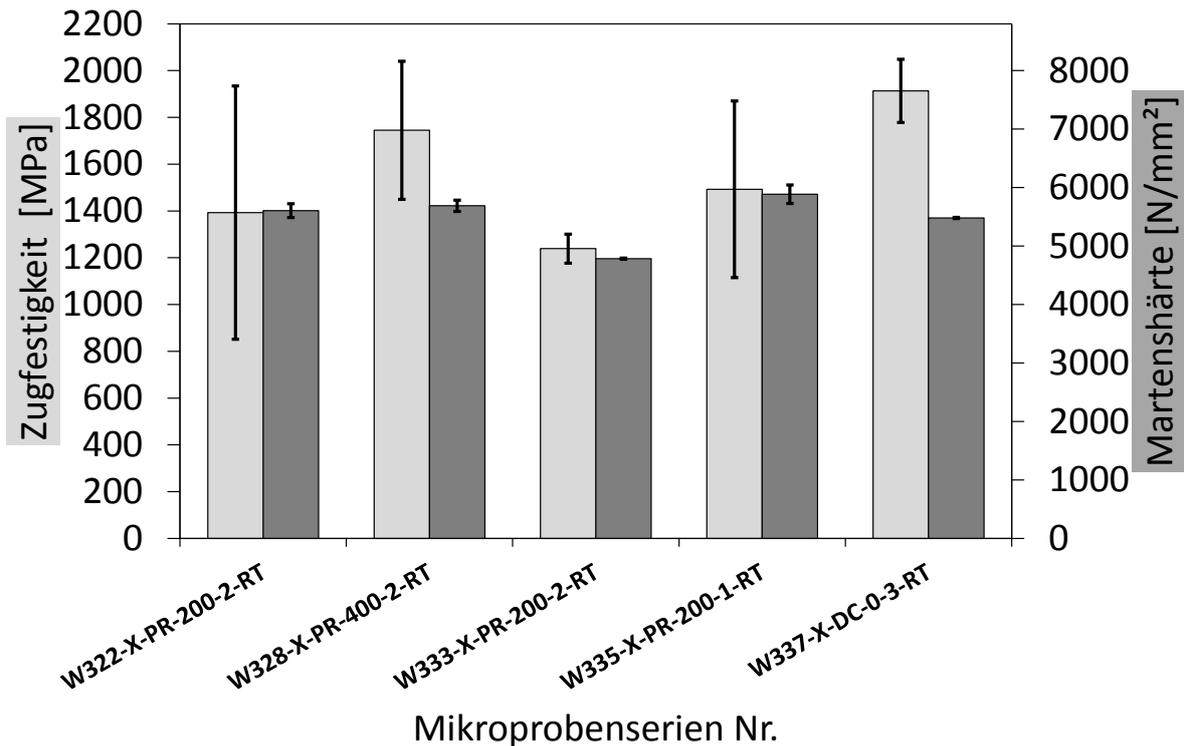


Abb. 8-6: Martenshärte und Zugfestigkeit von fünf Probenserien im Vergleich

Die mangelnde Übertragbarkeit der besprochenen Ergebnisse von Mikroprobenkopf und Prüfquerschnitt soll folgend näher erörtert werden.

Zunächst wird ein Härteverlauf zwischen Mikroprobenkopf und Mikroprobensteg einer im Mikrozugversuch gebrochenen Mikrozugprobe untersucht (vgl. Abb. 8-7). Betrachtet man den gemessenen Martenshärteverlauf, so ist eine erhebliche Abnahme der Martenshärte vom Mikroprobenkopf mit etwa 5200 N/mm² auf etwa 3000 N/mm² im Mikroprobensteg zu beobachten (vgl. Abb. 8-8). Aufgrund der Kaltverfestigung bei der plastischen Verformung im Mikrozugversuch hätte man eine Martenshärtezunahme erwartet.

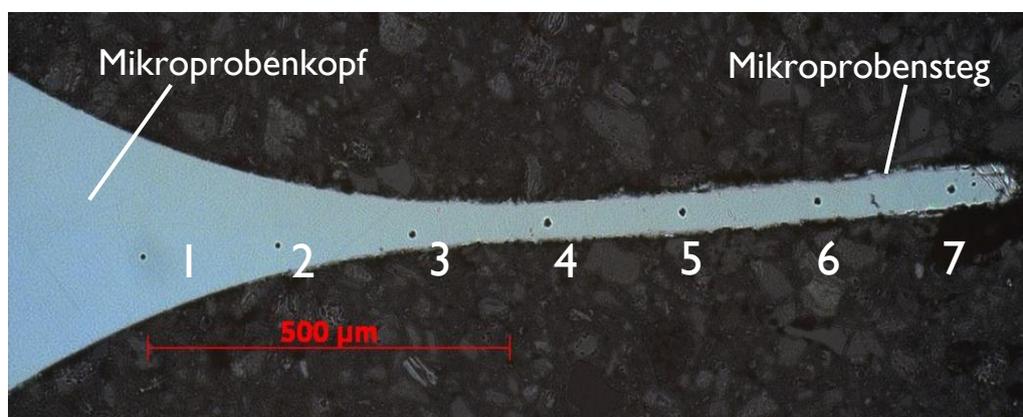


Abb. 8-7: Positionsnummern der Mikrohärteabdrücke von Mikrozugprobe W328-01-PR-400-2-RT nach Bruch vom Mikroprobenkopf zum Mikroprobensteg

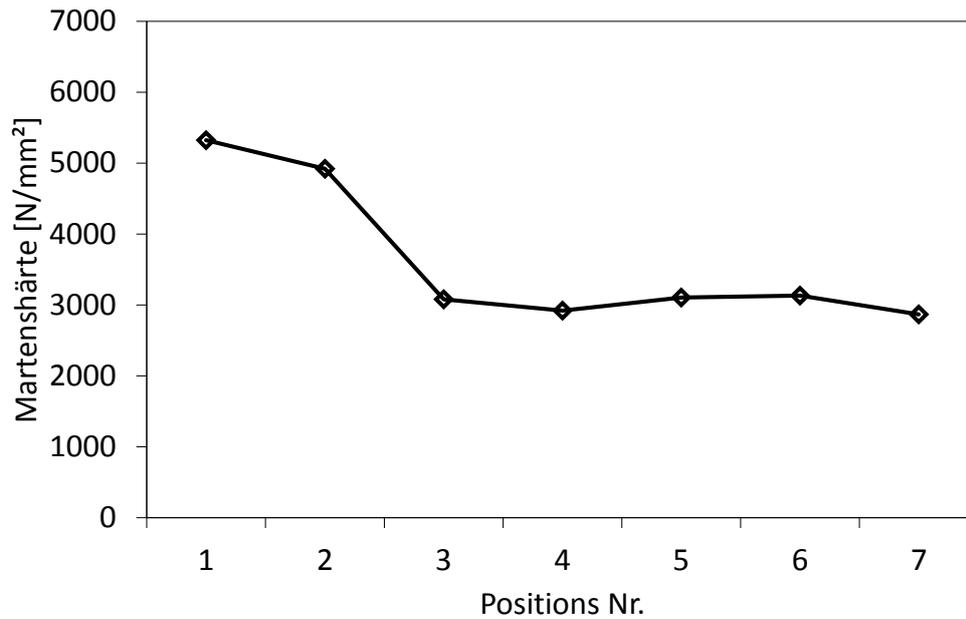


Abb. 8-8 : Mikrohärteverlauf der Mikrozugprobe 328-01-PR-400-RT (vgl. Abb. 8-7) vom Mikroprobenkopf zum Mikroprobensteg

Folgend wird an einer anderen, ebenfalls im Mikrozugversuch gebrochenen, Probe ein Härteverlauf über den Prüfquerschnitt des Mikroprobenstegs durchgeführt (vgl. Abb. 8-9). Der Härteverlauf über der Probenhöhe zeigt stark streuende Martenshärtewerte (vgl. Abb. 8-10).

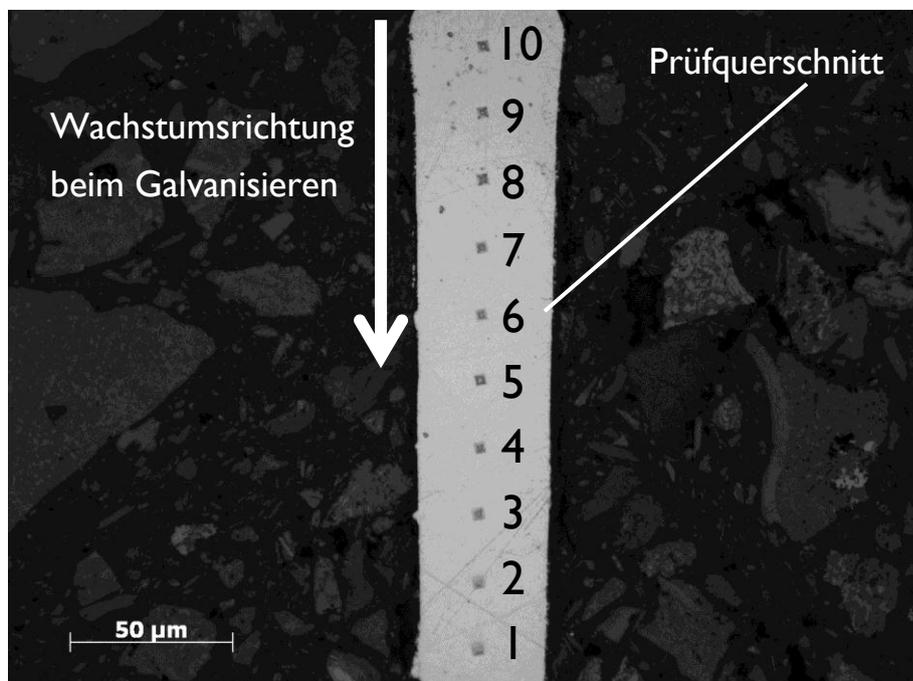


Abb. 8-9: Positionsnummern der Mikrohärteabdrücke im Prüfquerschnitt von Mikrozugprobe W328-56-PR-400-2-RT nach Bruch in Wachstumsrichtung fallend nummeriert

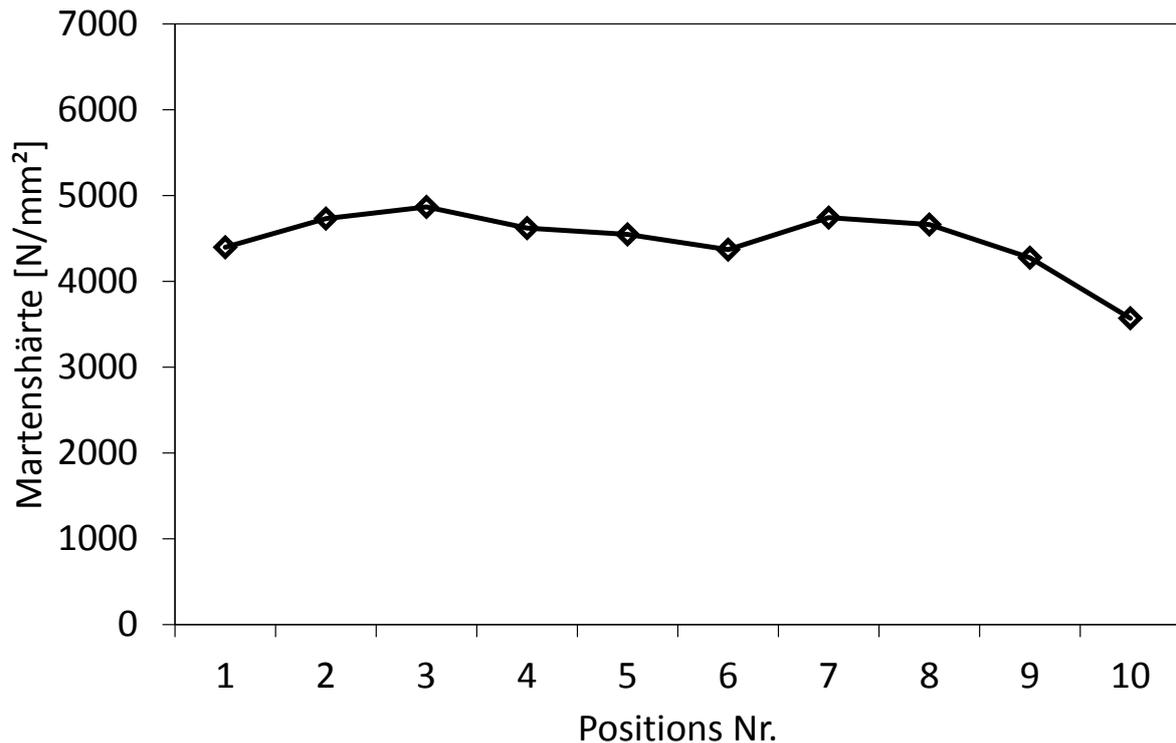


Abb. 8-10: Mikrohärteverlauf der Mikrozugprobe 328-56-PR-400-RT im Prüfquerschnitt (Nummerierung vgl. Abb. 8-9)

Um eine Information über die Gefügeänderung zwischen Mikroprobenkopf und Mikroprobensteg zu bekommen werden mittels EDX-Messungen die Eisengehalte entlang einer Scanlinie bestimmt (vgl. Abb. 8-11). Entlang der Scanlinie ist vom Mikroprobenkopf zur Bruchfläche ein Abfall des Eisengehaltes von etwa 15 Ma.-% auf 7 Ma.-% zu beobachten. Der starke Verlust des Eisens ist auf die ungünstigen Stofftransportbedingungen während der Galvanisierung an Orten mit hohem Aspektverhältnis zurückzuführen. Der Mikroprobensteg der Mikroprobe hat ein größeres Aspektverhältnis als der Mikroprobenkopf.

Betrachtet man die hier dargestellten Ergebnisse und die in Abschnitt 7.2.3 gezeigten Mikrohärteverläufe und Mikrohärtematrizen, so ist davon auszugehen, dass die Gefügeparameter und die mechanisch technologischen Eigenschaften lokal im Bauteil stark variieren können. Um Ergebnisse des Zugversuchs auf ein Bauteil (Zahnrad) übertragen zu können ist sicherzustellen, dass z.B. die Mikrohärten im Bauteil denen im Prüfquerschnitt entsprechen. Die Fertigungsparameter (z.B. Geometrie der Mikroprobe, Abscheidebedingungen) müssen so angepasst werden, dass die Gefüge zwischen Mikroprobe und Mikrobauteil übereinstimmen.

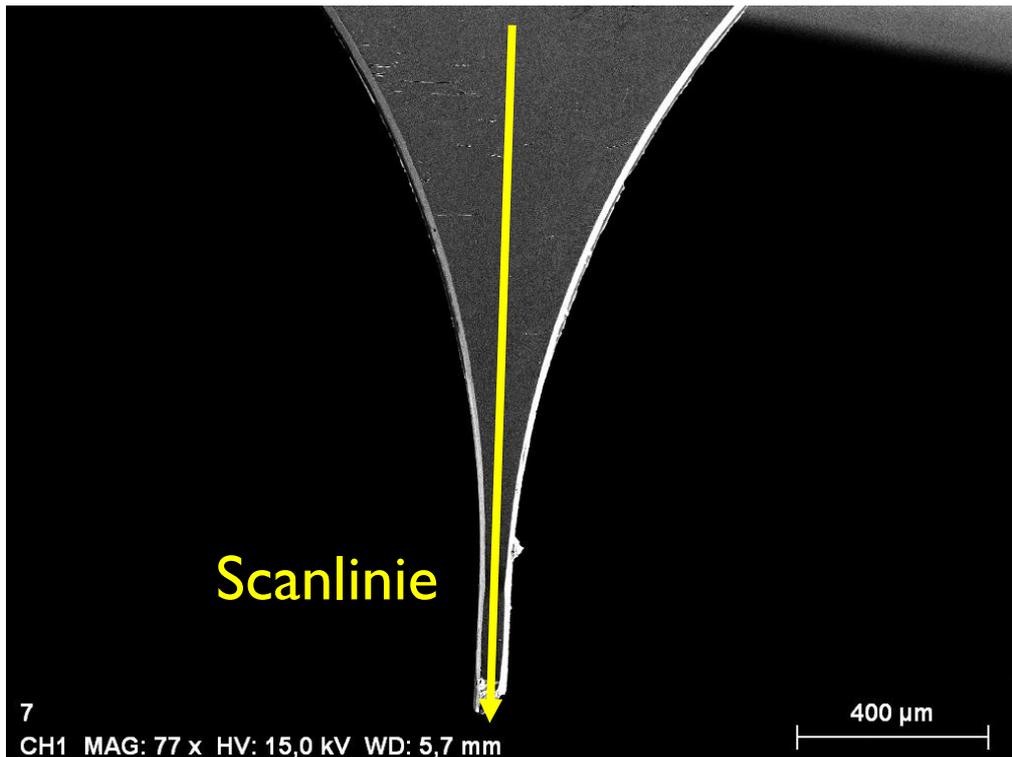


Abb. 8-11: Scanlinie für EDX-Linescan zur lokalen Eisengehaltbestimmung der Mikrozugprobe 328-03-PR-400-RT

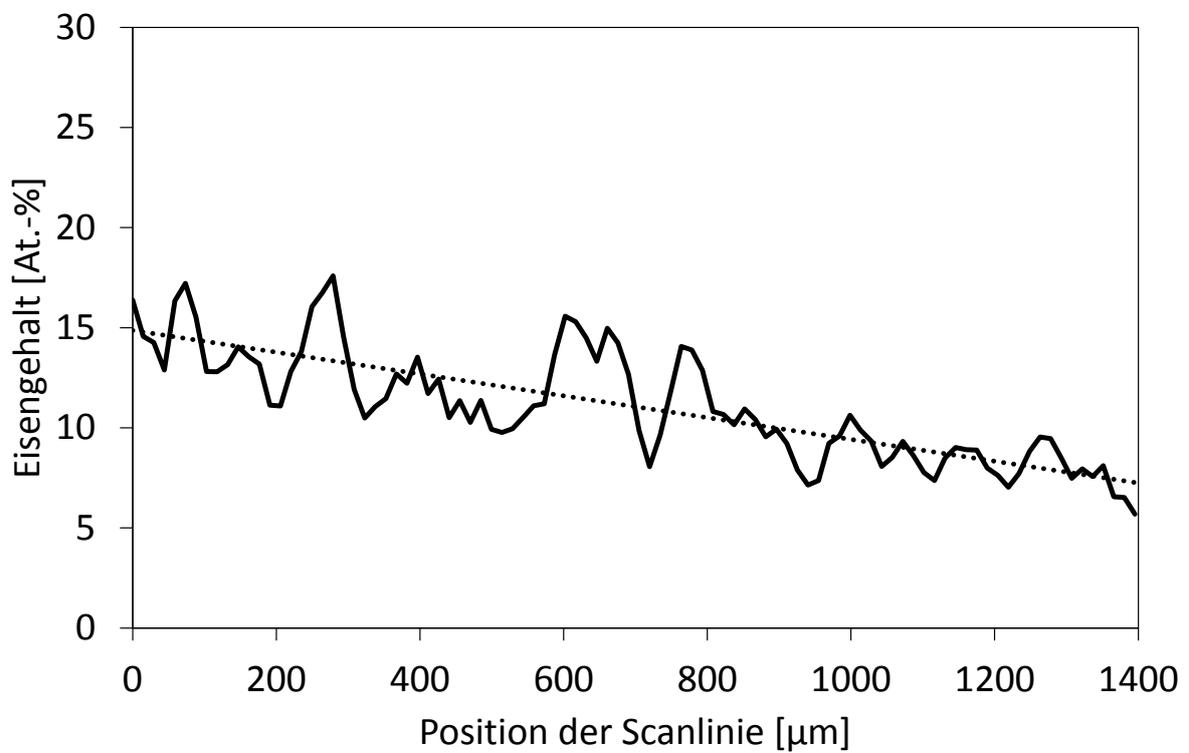


Abb. 8-12: Eisengehaltverlauf der Mikrozugprobe 328-03-PR-400-RT entlang der in Abb. 8-11 definierten Scanlinie

8.3 Bruchflächen Mikrozugversuch

Zur Charakterisierung der Bruchflächen werden einige Mikrozugproben im REM untersucht. Ein Übersichtsbild der gesamten Bruchfläche der Mikrozugprobe 328-01-PR-400-RT ist in Abb. 8-13 dargestellt. Einen stark vergrößerten Ausschnitt der Bruchfläche stellt Abb. 8-14 dar. Die dort ersichtliche Wabenbruchstruktur deutet auf einen duktilen Bruch hin. Auffällig ist hier die extrem kleine Wabengröße (etwa 30 -100 nm) der Wabenstruktur.

In der Literatur [89] finden sich für nanokristallines Nickel ähnliche Wabenabmessungen von 100 - 200 nm bei einer Korngröße von 30 nm.

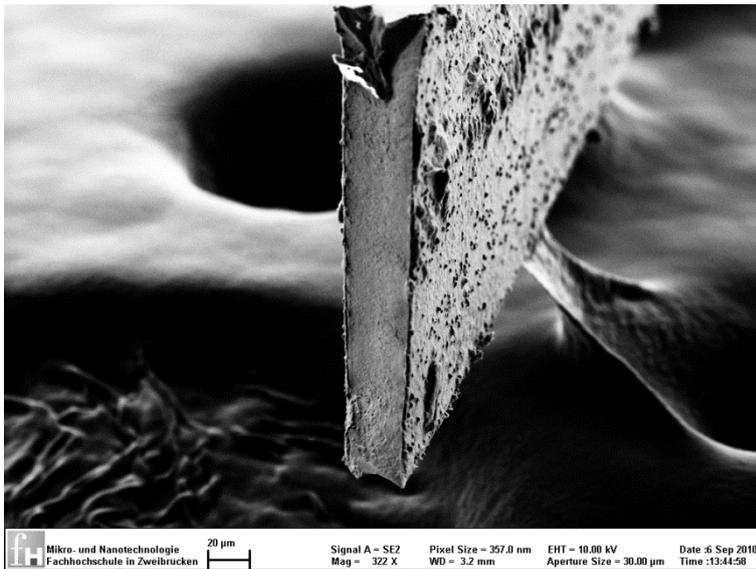


Abb. 8-13: Übersichtsbild der Bruchfläche von Mikrozugprobe 328-01-PR-400-RT

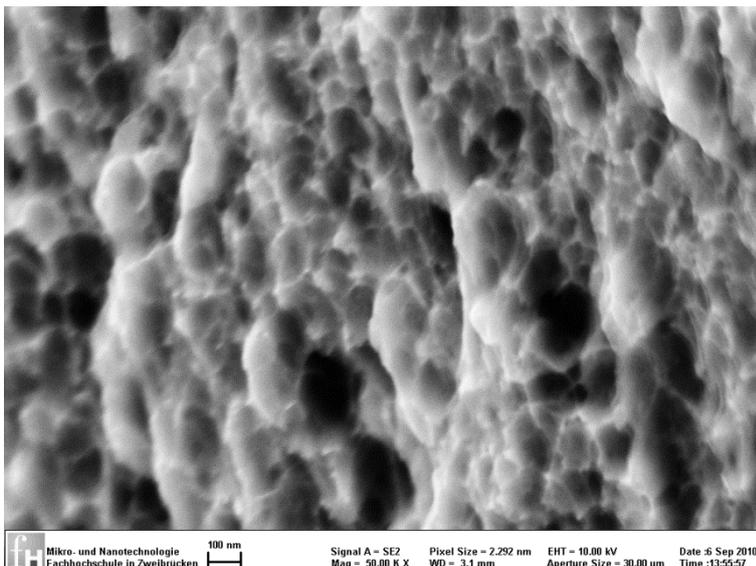


Abb. 8-14: Wabenbruchstruktur von Mikrozugprobe 328-01-PR-400-RT

9 Verwertbarkeit der Ergebnisse und Erfahrungen

Verwertung finden die ermittelten Ergebnisse, entwickelten Methoden und die gewonnenen Erfahrungen in der derzeitigen und zukünftigen Forschungs- und Entwicklungsarbeit der Fachhochschule Kaiserslautern und der Projektpartner. Der Nutzen des durchgeführten Projekts soll an den folgend dargestellten Punkten konkretisiert werden.

Die entwickelten Methoden zur Gefügecharakterisierung (vgl. Abschnitt 5) finden über die Projektlaufzeit hinaus Anwendung. Dabei ist es möglich, für die nicht geglühten Zustände, mit einer XRD-Messung den Werkstoff hinsichtlich Korngröße, Gitterverzerrung, Textur und Gitterkonstante zu charakterisieren. Die vor Projektbeginn, an der Fachhochschule-Kaiserslautern, noch nicht zur Verfügung stehenden Auswertemethoden, können nun in Folgeprojekten für die Charakterisierung nanokristalliner Gefüge angewendet werden. Hier ist insbesondere die hohe laterale Auflösung des verwendeten Röntgendiffraktometers mit einem Strahldurchmesser von $<200\mu\text{m}$ zu erwähnen. Eine weitere Verfeinerung des Röntgenstrahls ($<80\mu\text{m}$) soll in Zukunft auch die Charakterisierung des Gefüges in den schmalen Probenstegen ermöglichen.

Wertvolle Erfahrungen brachte die durch Glühen bei Temperaturen zwischen $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ erzeugte Gefügevariation. Dabei wurde erkannt, dass zunächst Erholungsvorgänge stattfinden. Die Erholungsvorgänge zeigen sich durch eine beginnende Abnahme der Gitterverzerrung bei einer Temperatur von etwa $200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Danach kommt es zur ersten Rekristallisation (Kornwachstum) bei etwa $300\text{ }^{\circ}\text{C}$. Eine zweite Rekristallisation findet zwischen einer Temperatur von $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ statt (vgl. Abschnitt 7.1.5 und 7.1.6).

Daraus folgt, dass die durch die Galvanik erzeugten Gefügestände und die damit festgelegten mechanischen Eigenschaften, sich bis zu einer Temperatur von $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ nicht verändern (vgl. Abschnitt 7.2.2). Für die Fertigung und Anwendung der Mikrozinräder bedeutet dies, dass bei der Fertigung und Anwendung eine Temperatur von $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ nicht erreicht werden darf. Nur so können die durch die galvanische Abscheidung festgelegten Eigenschaften erhalten bleiben.

Lokale mechanisch-technologische Eigenschaften können mit der instrumentierten Eindringprüfung bestimmt werden. Die im Projekt gemessenen Mikrohärteverläufe und Mikrohärtematrizen (vgl. Abschnitt 7.2.3 und 8.2) zeigen, dass unter ungünstigen Abscheidebedingungen die Eigenschaften der Mikrozinräder und Mikroproben lokal sehr stark variieren können. Dort sind die mittels Pulsstromverfahren abgeschiedenen Proben mit teilweise extremen Streuungen zu beobachten.

Für die Fertigung der Mikrozinräder bedeutet dies, dass homogenere Eigenschaftsverteilungen nur mit Gleichstromabscheidung zu erwarten sind. Zumindest müssten für zukünftige Pulsstromabscheidungen optimierte Parameter gefunden werden. Die während des Projektes untersuchten Pulsstromparameter führen bei den untersuchten Geometrien zu keiner homogenen Eigenschaftsverteilung.

Um für den Projektpartner Micromotion eine einfache Qualitätskontrolle hinsichtlich der Härteeigenschaft durchführen zu können, ist ein Qualitätskontrollkonzept erarbeitet worden und wird dort angewendet. Dabei werden einige Zahnräder von den Probenchargen entnommen und nach geeigneter Präparation ein Härteverlauf bestimmt. Der Härteverlauf ist so positioniert, dass kritische Bereiche mit abgedeckt werden. Liegen alle Härtewerte über einer definierten Härte so ist die Charge freigegeben.

Der Mikrozugversuch liefert nach Anpassung des Spannzeugs und der Dehnungsmessung reproduzierbare Ergebnisse (vgl. Abschnitt 6.2). Die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf Bauteile (Mikrozahnräder) gestaltet sich schwierig, da sich das in den Probenstegen galvanisierte Gefüge zum Teil erheblich von dem in den Bauteilen zu unterscheiden scheint. Zu erklären ist dies durch die extremen Abscheidebedingungen in den schmalen und relativ langen Probenstegen.

Positiv ist jedoch, dass die ermittelten Härtewerte in den Probenstegen immer niedriger sind als die in den Mikrozahnrädern und Probenköpfen. Somit sind die im Zugversuch ermittelten Festigkeiten ebenfalls geringer als die vorhandenen Festigkeiten in den Mikrozahnrädern und den Probenköpfen. Die bestimmten Zugfestigkeiten können damit für eine konservative statische Auslegung von Bauteilen Verwendung finden.

Für die Zukunft soll die Mikrozugprobengeometrie so angepasst werden, dass die Abscheidebedingungen ähnliche Ergebnisse liefern wie die bei Mikrozahnrädern. Dies soll durch eine Verbreiterung des Probenstegs und das Anbringen von Hilfsstrukturen erreicht werden. Durch diese Maßnahme soll die lokale Stromdichte herabgesetzt und die sich einstellende Diffusionsschicht verringert werden.

Die Mikrobiengeschwingprüfmaschine ist nach der Modifikation durch den Projektpartner SincoTec und einige weiter durchgeführten Optimierungen einsatzbereit (vgl. Abschnitt 6.3). Dennoch sind derzeit keine verwertbaren Ergebnisse bestimmt. Die Problematik ist nicht bei der Prüfmaschine zu finden, sondern bei der Probenherstellung. Die Probenherstellung liefert Proben die stark variierende Probenabmessungen besitzen (vgl. Abschnitt 6.3.3.). Zudem behindern nur schwer entfernbare Resistrückstände den Prüfablauf (vgl. Abschnitt 7.4).

Wie in Abschnitt 7.4 schon beschrieben, sollen in Zukunft Proben mittels Röntgentiefenlithographie unter Verwendung von PMMA als Resistmaterial produziert werden. Diese exakt gefertigten und wegen des PMMA leicht zu reinigende Proben sollen dann gute Ergebnisse bei der Mikrobiengeschwingprüfung liefern.

10 Erfolgte oder geplante Publikationen der Ergebnisse

Während der Projektlaufzeit sind noch keine Publikationen der erarbeiteten Ergebnisse erfolgt. Veröffentlichungen der erzielten Ergebnisse sind vorgesehen.

Zusammen mit dem Betreuer der kooperativen Promotion an der Technischen Universität Kaiserslautern Prof. Dr. habil. D. Eifler, ist 2012 folgende geplant:

M. Schmitt, J.E. Hoffmann, D. Eifler: Einfluss der Gefügeparameter auf das Verfestigungsverhalten von galvanisch hergestellten Nickel-Eisen-Legierungen, demnächst

Im Rahmen der VDE/VDI EnFI-Tagung 2012 soll eine weitere Publikation der Ergebnisse erfolgen.

Zusätzlich werden in der Dissertation (Ende 2013) des Projektbearbeiters: „Charakterisierung nanokristalliner Nickel-Eisen-Legierungen“ die erzielten Ergebnisse veröffentlicht.

II Anhang

II.1 Formelzeichen und Abkürzungen

II.1.1 Lateinische Symbole

HM	Martenshärte	[N/mm ²]
H _{IT}	Eindringhärte	[N/mm ²]
E _{IT}	Eindringmodul	[N/mm ²]
h	Eindringtiefe bei wirkender Prüfkraft	[μm]
h _c	Tiefe des Kontaktes des Eindringkörpers mit der Probe bei F _{max}	[μm]
h _e	Maximale Eindringtiefe bei F _{max}	[μm]
F _{max}	Maximale Prüfkraft	[N]
A _s (h)	Oberfl. des Eindringkörpers bis zum Abstand h von der Spitze	[mm ²]
A _p (h _c)	projizierte Kontaktfläche	[mm ²]
FWHM	Halbwertsbreite	[°]
IB	Integrale Breite	[°]
B ₀	Im Experiment gemessene Linienbreite	[rad]
B _i	Instrumenteller Verbreiterungsanteil der Linienbreite	[rad]
B _r	Physikalische Linienbreite	[rad]
B _{crystallite}	Verbreiterungsanteil bedingt durch die Korngröße	[rad]
B _{strain}	Verbreiterungsanteil bedingt durch die Gitterdehnung	[rad]
I	Intensität der Sekundärstrahlung	[cps]
I ₀	Intensität des Beugungspeaks (nach Untergrundabzug)	[cps]
I _{max}	Intensität des Beugungspeaks (vor Untergrundabzug)	[cps]
$I_{\{hkl\}}^{gew}$	gewichtete Intensität der {hkl}-Gitterebene	[cps/%]
$I_{\{hkl\}}^{mess}$	gemessene Intensität der {hkl}-Gitterebene	[cps]
$I_{\{hkl\}}^{rel}$	relative Intensität der {hkl}-Gitterebene	[%]
T _{hkl}	Grad der {hkl}-Textur	
D	Korndurchmesser	[nm]
k	Zahlenfaktor	

t	Zeit	[s]
T	Temperatur	[°C]

II.1.2 Griechische Symbole

θ	Braggwinkel	[°]
ψ	Winkel der ψ -Achse	[°]
ω	Winkel der ω -Achse	[°]
λ	Wellenlänge der Röntgenstrahlung	[nm]
η	Gitterverzerrung	[%]

II.1.3 Abkürzungen

kfz	kubisch-flächenzentriert
LM	Lichtmikroskopie
AFM	Rasterkraftmikroskop
REM	Rasterelektronenmikroskop
EBS	Electron Backscatter Diffraction
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
RT	Raumtemperatur
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
XRD	Röntgendiffraktometer
cps	counts per second

II.2 Literaturverzeichnis

- [1] Kirsch, Grünzer, Löchel, Degen, Bednarzik, Waberski, Ahrens, Engelke: Direkt-LIGA-NiFe-Zahnräder mit extremen Aspektverhältnissen für Mikro Harmonic Drive® Ge-triebe, Mikrosystemtechnik Kongress 2007.
- [2] E. W. Becker, W. Ehrfeld, P. Hagmann, A. Maner, D. Münchmeyer: Fabrication of microstructures with high aspect ratios and great structural heights by synchrotron radiation lithography, galvanofforming, and plastic moulding (LIGA process), *Microelectronic Engineering*, 4, 1986, 35-56.
- [3] J. W. Becker, W. Ehrfeld, D. Münchmeyer, H. Betz, A. Heuberger, S. Pongratz, W. Glashauser, H. J. Michel, R. v. Siemens: Production of separation nozzle system for uranium enrichment by a combination of X-ray lithography and galvanoplastics, *Naturwissenschaften*, 69, 1982, 520-523.
- [4] U. Kirsch, R. Degen: Hochpräzise und wirtschaftlich, *Metalloberfläche*, 61, 33-35, 2007
- [5] Kirsch: Die Galvanoformung als hochpräzises Verfahren zur Herstellung von lithographisch strukturierten Mikrozahnrädern und deren technische Anwendung, *Werkstoff-technisches Kolloquium*, Chemnitz, 2006
- [6] A. Kondomitsos, H. Löwe, K. Russow: Im Miniformat, Herstellung von Präzisions-Mikrostrukturen, *Galvanotechnik*, 2001, 16-21
- [7] Löchel, Bednarzik, Waberski: Anwendung des Direkt-LIGA-Verfahrens zur Herstellung von Mikrostrukturen mit hohem Aspektverhältnis, *Technologien und Werkstoffe der Mikro- und Nanosystemtechnik*, 7-8 Mai 2007 Karlsruhe
- [8] Kirsch, U.: Die Galvanoformung als hochpräzises Verfahren zur Herstellung von lithographisch strukturierten Mikrozahnrädern und deren technische Anwendung, *Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde*, 9. Werkstofftechnisches Kolloquium in Chemnitz, 2006, 449-456.
- [9] A. Sanaty-Zadeh, K. Raeissi, A. Saidi: Properties of nanocrystalline iron-nickel alloys fabricated by galvanostatic electrodeposition, *Journal of Alloys and Compounds* 485, 402-407, 2009,
- [10] Yusrini Marita, Iskandar Idris Yaacob: Structural characterization of Electrodeposited nickel-iron alloy films, *Materials Science Forum*, Vols 654-656, pp 2430-2433, 2010,
- [11] Hongqi Li, Fereshteh Ebrahimi: Synthesis and characterization of electrodeposited nanocrystalline nickel-iron alloys, *Materials Science and Engineering A347*, 93-101, 2003,
- [12] N. Masuko, T. Osaka, Y. Ito: *Elektrochemical Technology: Innovation and new developments*, Gordon and Breach Publishers, 1996.

- [13] S. D. Leith, D. T. Schwartz: High rate through-mold electrodeposition of thick NiFe MEMS components with uniform composition, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 8, 1999, 384-392.
- [14] A. Thommes, W. Stark, W. Bacher: Die galvanische Abscheidung von Eisen-Nickel in LIGA-Strukturen, FZK, Technik und Umwelt, 1995.
- [15] Kirsch, U.: Eisenlegierungsschichten und Ihre Eigenschaften für Bauteile der Mikrosystemtechnik, Dissertation Universität Freiburg, 2000.
- [16] T. R. Christenson, T. E. Buchheit, D. T. Schmale, R. J. Bourcier: Mechanical and metallographic characterization of LIGA fabricated Nickel and 80 % Ni-20 % Fe, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 518, 1998, 185-190.
- [17] H. S. Cho, W. G. Babcock, H. Last, K. J. Hemker: Tensile properties of LIGA Ni structures for a safety and arming device. In: HARMST '01, Baden-Baden, 2001, 201-202.
- [18] A. Knödler, E. Raub: Einfluss der Molekularstruktur organischer Schwefelverbindungen auf die inneren Spannungen von Nickelniederschlägen, *Metalloberfläche Angew. Elektrochemie*, 27 Heft 2, 1973,
- [19] Abel, S.: Charakterisierung von Materialien zur Fertigung elektromagnetischer Mikroaktoren, Dissertation TU Kaiserslautern, 1996.
- [20] S. Abel, H. Freimuth, H. Lehr, H. Mensinger: Defined crystal orientation of nickel by controlled electroplating, *J. Micromech. Microeng.*, 1994, 47-54.
- [21] C.-M. Cheng, R.-H. Chen: Experimental investigation of fabrication properties of electroformed Ni-based micro mould inserts, *Microelectronic Engineering*, 75, 2004, 423-432.
- [22] A. Ilzhöfer, A. Schneider, J. Aktaa: Vorrichtung zur Mikrozugprüfung mit integrierter Dehnungsmessung, Forschungs-Zentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte, Technik und Umwelt, 1998, 213-214.
- [23] S. Greek, F. Ericson: Young's modulus, yield strength, and fracture strength of microelements determined by tensile testing, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 518, 1998, 51-56.
- [24] Y. M. Wang, K. Wang, D. Pan, K. Lu, K. J. Hemker, E. Ma: Microsample tensile testing of nanokristalline copper, *Scripta Materialia* 48, 2003, 1581-1586.
- [25] C. Suryanarayana, D. Mukhopadhyay, S.N. Pantankar, F.H. Froes: Grain size effects in nanocrystalline materials, *J. Mater. Res.*, Vol. 7, No. 8, 2114-2118, 1992,
- [26] T.G. Nieh, J. Wadsworth: Hall-Petch relation in nanocrystalline solids, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 25, 955-958, 1991,

- [27] A.M. El-Sherik, U. Erb, G. Palumbo, K.T. Aust: Deviations from Hall-Petch behaviour in as-prepared nanocrystalline nickel, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 27, 1185-1188, 1992,
- [28] Arzt, E.: Size effects in Materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review, *Acta mater.*, Vol.16, No 16, 5611-5626,1998,
- [29] J.E. Carsley, J. Ning, W.W. Milligan, S.A. Hackney,E.C. Aifantis: A simple, mixtures-based model for the grain size dependence of strength in nanophase metals, *NanoStructured Materials*, Vol. 5,No 4,441-448,1995,
- [30] R.A. Masumura, P.M. Hazzledine, C.S. Pande: Yield stress of fine grained Materials,*Acta mater.*, Vol. 46, No. 13, 4527-4534, 1998,
- [31] Jun Tang, Hong Wang, Rui Liu, Xueping Li, Zhenjie Zhang,Jinyuan Yao, Guifu Ding: A directly strain measuring method for electroplated nickel micro-tensile test, *Microsyst Technol* 16:1839-1844, 2010,
- [32] H.M- Ledbetter, R.P. Reed: Elastic properties of metals and alloys,1. Iron, Nickel and Iron-Nickel Alloys, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, Vol.2, No.2,531-617,1973,
- [33] Ruth Schwaiger, Jan-Thorsten Reszat, Klaus Bade, Jakir Aktaa, Oliver Kraft: A combines mikrotensile testing and nanoindentation study of the mechanical behavior of nanocrystalline LIGA Ni-Fe,*Int. J. Mat. Res.*, 100, 1, 68-75, 2009,
- [34] F. Czerwinski, H. Li, M. Megret, J.A. Szpunar: The evolution of texture and Grain size during annealing of nanocrystalline Ni-45% Fe Elektrodeposits,*Scripta Materialia*, Vol. 37, No.12, 1967-1972, 1997,
- [35] M.C. Iordache, S.H. Whang, Z. Jiao, Z.M. Wang: Grain growth kinetics in nanostructured nickel, *Nanostructured Materials*, Vol 11, No. 8, 1343-1349, 1999,
- [36] Fernesteh Ebrahimi, Hongqi Li: Grain growth in electrodeposited nanocrystalline fcc Ni Fe alloys, *Scripta Materialia*, 55, 263-266, 2006,
- [37] H.Q. Li, F Ebrahimi: An investigation of the thermal stability and mikrohardness of electrodeposited nanocrystalline nickel-21% iron alloys, *Acta Materialia*, 51, 3905.3913, 2003,
- [38] H. S. Cho, K. J. Hemker, K. Lian, J. Goettert, G. Dirras: Measured mechanical properties of LIGA Ni structures, *Sensores and Actores*, A 103, 2003, 59-63.
- [39] D. R. Sparks, M. I. Chia, G. Q. Jiang: Cyclic fatigue and creep of electroformed micromachines, *Sensors and Actuators*, A95, 2001, 61-68.
- [40] K. J. Hemker, H. S. Cho, Y Desta, K Lian, J Goettert: Tensile, creep and fatigue testing of LIGA-Ni microsamples, *HARMST, International Workshop of High-Aspect-Ratio Microstructure Technology*, 4, 2001, 211-212.

- [41] H. S. Cho, K. J. Hemker, K. Lian, J. Goettert: Tensile, creep and fatigue properties of LIGA Nickel structures, *Micro Electro Mechanical Systems*, 2002, 439-442.
- [42] Boyce, B. L.: Fatigue of LIGA Nickel, *Proc. Of SPIE*, 4980, 2004, 175-182.
- [43] Tang, P. T.: Pulse reversal plating of nickel alloys, *Transaction of the Institute of Metal Finishing*, 85, 2007, 51-56.
- [44] Y. Yang, B. I. Imasogie, S. M. Allameh, B. Boyce, K. Lian, J. Lou, W. O. Soboyejo: Mechanisms of fatigue in LIGA Ni MEMS thin films, *Materials Science and Engineering*, 444, 2007, 39-50.
- [45] S. M. Allameh, J. Lou, F. Kavishe, T. Buchheit, W. O. Soboyejo: An investigation of fatigue in LIGA Ni MEMS thin films, *Materials Science and Engineering, A* 371, 2004, 256-266.
- [46] B. L. Boyce, J. R. Michael, P. G. Kotula: Fatigue of metallic microdevices and role of fatigue-induced surface oxides, *Acta Materialia*, 2004, 1609-1619.
- [47] J.-j Kim, D. Kwon: Degradation of fracture and fatigue properties of MEMS Structures under cyclic loading, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, 875, 2005, 295-300.
- [48] Brad L. Boyce, Henry A. Padilla: Anomalous fatigue behavior and fatigue-induced grain growth in nanocrystalline nickel alloys, *Metalurgical and Materials Transactions A*, Vol. 42a, 1793-1804, 2011,
- [49] J. Marz, N. Burkardt, A. Albers: Methodisch unterstützter Entwurf mechanischer Mikrosysteme, *ETG-/GMM-Fachtagung*, 2004.
- [50] A. Albers, D. Metz: Auswirkung des Korngefüges auf die Beanspruchung von Mikrobautteilen, *Kolloquium Mikroproduktion*, 2005, 165-175.
- [51] A. Albers, D. Metz: Eine Methode zur Berücksichtigung der Kornanisotropie bei der Auslegung von Mikrobautteilen, *Konstruktion*, 2006, 56-58.
- [52] A. Albers, N. Burkardt, S. Hauser, J. Marz: Prototyp einer wissensbasierten Konstruktionsumgebung für den Entwurf von Mikrobautteilen, *Konstruktion*, 2005, 76-81.
- [53] M. Auhorn, B. Kasanicka, T. Beck, V. Schulze, D. Löhe: Charakterisierung und mechanische Prüfung von Mikroproben aus Au₅₈Ag₂₃Cu₁₂Pd₅ und ZrO₂, *Schriftenreihe d. des Inst. f. Werkzeugmaschinen und Fertigungstechnik IWF, TU Braunschweig*, 2005, 215-224.
- [54] B. Kasanicka, V. Schulze, D. Gerthsen, D. Löhe: Gefüge und Topographieuntersuchungen an Mikroproben und Mikrobautteilen aus der Dentallegierung Stabilor G, *Sonderbände der Praktischen Metallographie*, 2003, 451-456,

- [55] R. Degen, R. Slatter: Getriebe nach dem Spannungswellenprinzip mit Hohlwellen, Patentschrift DE 101 61 493 B4 2006.06.29, 2006.
- [56] —. Mikrogetriebe nach dem Spannungswellenprinzip mit Hohlwellen, Offenlegungsschrift DE 101 61 493 A1, 2003.
- [57] Guckel:, H.: High-aspect-ratio micromachining via deep X-ray lithography, Proceedings of the IEEE 86,1998, 1586-1593.
- [58] H. Guckel, T. R. Christenson, K. J. Skrobis: Method of manufacturing micromechanical devices, US Patent 5,206,983, 1993.
- [59] L. Häusling, G. Hoffmann, K. Harth, H. Hibst: Verfahren zur Herstellung von Mikrostrukturkörpern, DE 43 24 079 A1, 1995.
- [60] Tanaka Toshihiko, Morigami Mitsuaki, Higashikawa Iwao, Watanabe Takeo: Resistmuster und Verfahren zu deren Herstellung, DE 43 06 033 A1, 1993.
- [61] A. Maner, J. Mohr: Verfahren zur lithographischen Herstellung von galvanisch abformbaren Mikrostrukturen mit dreieckigem oder trapezförmigem Querschnitt, Europäische Patentschrift 0 373 329 B1, 1989.
- [62] H. Richter, K. Rueß: Verfahren zur galvanischen Herstellung von Mikrostrukturen, DE 100 07 108 C1, 2001.
- [63] F. Schmitz, M. Nienhaus, M. Lacher: Lithographisches Verfahren zur Herstellung von Mikrobautteilen, DE 199 55 975 A1, 2001.
- [64] Degen, R.: Technische Zeichnung einer Zugprobe, Fa. Micromotion GmbH,
- [65] Katicic, J.: Entwicklung und Berechnung von glatten und gekerbten Proben für Zugversuche und für Biegeschwingversuche, Diplomarbeit, Fachhochschule Kaiserslautern und TU Sofia/Bulgarien, 2007/08.
- [66] Bergmann, Wolfgang: Werkstofftechnik 1,ISBN 3-446-21927-7, Hanser Verlag München Wien
- [67] Swartzendruber: The Fe-Ni (Iron-Nickel) System, J. Phase Equil. 12, 288 (1991).
- [68] Kanani, N.: Galvanotechnik, Hanser-Verlag, 2000.
- [69] Kirsch, Degen: Direkt-LIGA-Verfahren, Mikrobautteile präzise produzieren, JOT 1.2007 Sonderteil Galvanotechnik.
- [70] Kirsch, Degen: Vom Mini- zum Mikrogetriebe mit der Direkt-LIG, Technologien und Werkstoffe der Mikro- und Nanosystemtechnik, 7-8 Mai 2007 Karlsruhe.
- [71] Petzow: Metallographisches, Keramographisches, Pistographisches ÄTZEN, Gebrüder Bornträger Verlag Berlin, 6. vollständig überarbeitete Auflage, 1994
- [72] Neff: Grundlagen und Anwendung der Röntgen-Feinstruktur-Analyse,

- [73] Spieß: Moderne Röntgenbeugung, Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker, Teubner Verlag
- [74] C. HALDER, C. N. J. WAGNER: Separation of particle size and lattice strain in integral breadth measurements, *Acta Cryst.* (1966). 20, 312
- [75] National Institute of Standards & Technology, Certificate, Standard Reference Material 640c
- [76] Suryanarayana: X-Ray Diffraction, A Practical Approach, Plenum publishing corporation
- [77] Mittemeijer, Welzel: The "state of the art" of the diffraction analysis of crystallite size and lattice strain, *Zeitschrift für Kristallographie* 223 (2008)
- [78] T. Ungar, I. Tragomir, A. Reverz, A. Borbely: The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice, *J. Appl. Cryst.*, 32, 992-1002, 1999,
- [79] PCPDFWIN: v. 2.6 2003 JCPDS International Centre for Diffraction Data.
- [80] Bunge, H. J.: Mathematische Methoden der Texturanalyse, Akademie Verlag Berlin, 1969
- [81] V. Valvoda, M. Jarvinen: On the Harris Texture Index, *Powder Diffraction*, 5 (1990) 200
- [82] 14755, DIN EN ISO: Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter
- [83] Herrmann, Konrad: Härteprüfung an Metallen und Kunststoffen, ISBN 987-3-8169-2550-7, Expert Verlag
- [84] Taylor, J.: Untersuchungen zu definierten und reproduzierbaren Durchführung von Mikrozugversuchen, Diplomarbeit, FH-Kaiserslautern
- [85] Obermeyer, Ch.: Zugversuch an galvanisch hergestellten Mikroproben, Studienarbeit, FH-Kaiserslautern
- [86] SincoTec: Technische Dokumentation der Mikrobiegeschwingprüfmaschine
- [87] Geimer, P.: Untersuchungen zu definierten Durchführung von Mikrobiegeschwingversuchen, Studienarbeit, FH-Kaiserslautern
- [88] Kancheva, E. V.: Preparation and optimisation of Wöhler fatigue experiments of micro probes via simulation, Masterarbeit, FH-Kaiserslautern
- [89] Michael J. Zehetbauer, Yunitan T. Zhu: Bulk nanostructured materials, Wiley-VCH, ISBN 987-3-527-31524-6, Kap. 21, 2009,

Anlage 1 zum Schlussbericht: Kurzfassung des Schlussberichts

Die Projektinformationen dienen als Grundlage für mögliche Publikationen mit dem Ziel, Interessantes für den wissenschaftlichen Fortschritt und anschauliche Ergebnisse zur Lösung von Problemen **in kurzer Form allgemeinverständlich** darzustellen, um die positive Wirkung der BMBF-Förderung zu zeigen.

Titel des Forschungsvorhabens: Mechanische Eigenschaften galvanisch hergestellter Mikroproben für die Auslegung von Mikrozahnrädern	
Förderkennzeichen: 1713X08	Zuwendungsempfänger: Fachhochschule Kaiserslautern
Projektleitung: Prof. Dr.-Ing. J.E. Hoffmann	
Kontakt (Anschrift, Telefon, Telefax, E-Mail): Morlauerer Str. 31 67657 Kaiserslautern Tel.: 0631/3724-2308, Fax.: 0631/3724-2350 E-Mail: Joachim.Hoffmann@fh-kl.de	
Ausgangssituation bei Projektbeginn (praxisrelevante Problemstellung): Zur Dimensionierung von Mikrobauteilen fehlen die mechanischen Werkstoffeigenschaften für den untersuchten Werkstoff (galvanisches nanokristallines Nickel-Eisen). Ebenfalls fehlt die genaue Kenntnis des Zusammenhangs zwischen Herstellprozess, Gefügebau und Eigenschaften. Daraus ergeben sich folgende Problemstellungen. Zur Charakterisierung des Gefüges und der mechanischen Eigenschaften müssen die geeigneten Methoden entwickelt bzw. angepasst werden. Anschließend werden durch Anwendung dieser Methoden Gefügeparameter und mechanische Eigenschaften bestimmt. Mit der Kenntnis dieser Größen sollen dann die mechanische Auslegung von Mikrobauteilen und die Parameter des Herstellprozesses optimiert werden.	
Konkrete Ergebnisse des Forschungsprojektes: <ul style="list-style-type: none"> • Gefügecharakterisierung mittels XRD-Messung ermöglicht Bestimmung von Korngröße, Textur und Gitterverzerrung • Mikrozugversuch wird angewendet und liefert reproduzierbare Ergebnisse • Mikrobiegeschwingprüfmaschine ist vom Projektpartner modifiziert und einsatzbereit • Mittels Instrumentierter Eindringprüfung, Mikrozugversuch und Mikrobiegeschwingprüfung werden mechanisch-technologische Eigenschaften bestimmt • Durch Glühen von Mikroproben werden Gefügestände und somit mechanische Eigenschaften ab etwa 200°C beeinflusst • Mikrohärteverteilungen in Bauteilen zeigen lokale Unterschiede in den mechanischen Eigenschaften 	
Innovationsgrad der Ergebnisse/Vorteil gegenüber Wettbewerber: Durch das im Vorhaben erlangte Wissen konnte die Firma Micromotion die Fertigung hinsichtlich besserer Werkstoffeigenschaften optimieren. Die Kenntnis der mechanisch-technologischen Eigenschaften des selbst hergestellten Werkstoffs sichert die Wettbewerbsfähigkeit. Des Weiteren verbessern die sich ergebenden Referenzen der FH und TU Kaiserslautern die Marktchancen. Das Netzwerk aus Industrie und Hochschule dient zur Werbung und Vertrauensschaffung gegenüber den Kunden.	
Konkrete praktische Anwendungsmöglichkeiten der Vorhabensergebnisse: Anwendung finden die erzielten Vorhabensergebnisse an der FH Kaiserslautern und bei den beteiligten Projektpartnern. So steht der FH Kaiserslautern eine Methode zur Verfügung mit deren Hilfe man nanokristalline Gefüge mit einer XRD-Messung hinsichtlich Korngröße, Gitterverzerrung und Textur charakterisieren kann. Dies erfolgt mit hoher lateraler Auflösung (Röntgenstrahldurchmesser <200µm). Ebenfalls finden die erarbeiteten Methoden zur mechanisch-technologischen Charakterisierung Anwendung. Dies versetzt die FH Kaiserslautern in die Lage ein Folgeprojekt (Stiftung RLP für Innovation) zu bearbeiten in dem die o.g. Ergebnisse Anwendung finden. Firma Micromotion verwendet das im Vorhaben erlangte Wissen in der Fertigung von Mikrozahnrädern. Ebenfalls sind erstmals mechanische Eigenschaften des von der Firma Micromotion hergestellten Werkstoffs vorhanden, die zur Auslegung von Mikroteilen zur Verfügung stehen.	



Kooperationspartner:

- **Micromotion GmbH, Mainz-Gonsenheim**
- **SincoTec Bauteil-Prüftechnik GmbH, Clausthal-Zellerfeld**
- **Technische Universität Kaiserslautern, Institut für Oberflächen- und Schichtanalytik GmbH (IFOS)**

Patente/Schutzrechtsanmeldungen aus dem Forschungsvorhaben:

Es wurden keine Patente oder Schutzrechte angemeldet.

Zur Veröffentlichung der Informationen bezüglich des o.a. Forschungsvorhabens erklären wir hiermit unser Einverständnis:

Ort, Datum

Unterschrift