

Herstellung und Charakterisierung von SiC-Faser-verstärktem Kupfer zur Anwendung in Hochleistungswärmesenken

Dissertation zur Erlangung des naturwissenschaftlichen Doktorgrades der
Julius-Maximilians-Universität Würzburg

vorgelegt von
Stefan Kimmig

aus Bad Muskau

Würzburg Januar 2013

Eingereicht bei der Fakultät für Chemie und Pharmazie am

Gutachter der schriftlichen Arbeit

1. Gutachter: Prof. Dr. Gerhard Sextl

2. Gutachter: _____

Prüfer des öffentlichen Promotionskolloquiums

1. Prüfer: _____

2. Prüfer: _____

3. Prüfer: _____

Datum des öffentlichen Promotionskolloquiums

Doktorurkunde ausgehändigt am

Kurzfassung

Die Wandmaterialien innerhalb des Plasmagefäßes zukünftiger Fusionsreaktoren sind teilweise extremen thermischen und mechanischen Belastungen ausgesetzt. Der thermisch höchstbelastete Bereich der Wand des Torusgefäßes ist der Divertor. Hier werden die anfallende Fusionsasche (Helium) und erodierte Wandpartikel aus dem Plasma entfernt, wodurch aufgrund erhöhter Teilchen-Wand-Interaktion Wärmeflüsse von bis zu 15 MW/m^2 erreicht werden. Wolfram gilt momentan als ideales Wandmaterial mit direktem Plasmakontakt (Plasma-Facing-Material, PFM) für diese Beanspruchungen. Unterhalb des PFM muss die Wärme möglichst effizient in das Kühlmedium übertragen werden. Im zukünftigen Experimentalreaktor ITER wird dafür eine Kupferlegierung (CuCrZr) verwendet, welche eine hohe Wärmeleitfähigkeit besitzt und für Temperaturen von bis zu 350°C unter fusionsrelevanten Bedingungen einsetzbar ist. In dieser Konfiguration kann ITER mit einer Kühlmitteltemperatur von 150°C betrieben werden. Zur kommerziellen Energiegewinnung ist dies unzureichend, da die thermische Effizienz durch eine deutliche Anhebung der Kühlmitteltemperatur verbessert werden muss. Wird der konventionelle Ansatz einer Wasserkühlung zu Grunde gelegt, ist das Ziel die Kühlmitteltemperatur auf mindestens 300°C anzuheben. In der Folge ist CuCrZr als Wärmesenkenmaterial nicht mehr einsetzbar, da verstärkte Alterung und Festigkeitsverlust im Material auftritt. Zusätzlich vergrößern sich die thermisch induzierten Spannungen in der Komponente mit höheren Temperaturen, durch unterschiedlich große thermische Ausdehnungskoeffizienten der beteiligten Materialien. Für höhere Temperaturen stellt faserverstärktes Kupfer eine mögliche Alternative dar. Die Kombination der hohen Wärmeleitfähigkeit der Kupfermatrix mit der hohen Steifigkeit und Festigkeit von Siliziumcarbidfasern soll die nötigen thermischen und mechanischen Eigenschaften des Wärmesenkenmaterials auch für Temperaturen über 350°C gewährleisten.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei unterschiedlich hergestellte SiC-Verstärkungsfasertypen hinsichtlich ihrer Eignung für die Herstellung eines Kupfer-Matrix-Komposits (CuMMC) untersucht. Die Zielstellung für das CuMMC beinhaltet eine Festigkeit von 300 MPa bei 300°C sowie eine möglichst hohe Wärmeleitfähigkeit von über $200 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Beide Parameter werden stark von der Faserfestigkeit und der Anbindung zwischen Faser und Matrix beeinflusst. Die Wärmeleitfähigkeit durch das CuMMC wird von der Kupfermatrix dominiert, wodurch geringere Faservolumenanteile von Vorteil sind. Höhere Faserfestigkeit erfordert geringere Faseranteile zum Erreichen mechanischer Vorgaben, womit die erzielbare Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs steigt. Die Faserfestigkeit wird durch Einzel-Faser-Zugversuche validiert. Darüber hinaus ist die Anbindung zwischen Faser und Matrix essentiell, um die optimale Verstärkungswirkung durch die Fasern im CuMMC zu erzielen. Zur Faser-Matrix-Anbindung werden für jeden Fasertyp unterschiedliche Zwischenschichtsysteme verwendet, die anschließend durch Einzelfaser-Push-Out-Versuche validiert werden. Sind die Voraussetzungen von Faserfestigkeit und Anbindung für einen Fasertyp erfüllt, wird dieser für die Herstellung eines unidirektional verstärkten CuMMCs verwendet, welches bezüglich seiner mechanischen und thermischen Eigenschaften charakterisiert wird. Die mechanische Charakterisierung des CuMMCs erfolgt durch Zugversuche und dehnungsgeregelte, zyklische Versuche, wobei der Fokus neben der Festigkeit auf der Plastifizierung, Verfestigung und Schädigung innerhalb des CuMMCs liegt. Die thermische Charakterisierung erfolgt anhand der Wärmeleitfähigkeitsbestimmung sowohl parallel, als auch transversal zur Faserrichtung. Die mechanischen und thermischen Eigenschaften werden in Abhängigkeit von Faservolumenanteil und Temperatur untersucht. Um den Einfluss von längeren Betriebsphasen unter hoher thermischer Belastung analysieren

zu können, wird das CuMMC bei 550°C für 400 h ausgelagert und anschließend wiederum mittels Vergleich seiner mechanischen und thermischen Eigenschaften auf mögliche Schädigungen untersucht. Zur Begutachtung von Schliff- und Bruchflächen zur Schadensanalyse stehen als bildgebende Untersuchungsmethoden neben Lichtmikroskopen ebenso Rasterelektronenmikroskope (REM) zur Verfügung.

Für die technische Auslegung von Designkonzepten sind numerische Modelle von großer Bedeutung, die das Materialverhalten möglichst realistisch abbilden können. Dabei hängt die Genauigkeit stark von der Existenz und der Qualität einzugebender Materialparametersätze ab. Durch die experimentellen Daten der zyklischen CuMMC-Versuche wurden erstmalig Materialparametersätze zur Beschreibung des CuMMCs mittels des gekoppelten isotropkinematischen Verfestigungsmodells identifiziert. Des Weiteren gestattet der Vergleich von Versuchen bei Raumtemperatur und 300°C eine Beschreibung der Auswirkungen von herstellungsinduzierten Eigenspannungen auf das CuMMC.

Die Parameteridentifizierung für den einaxialen Belastungsfall einer unidirektional verstärkten CuMMC-Probe ist somit der erste Schritt zur numerischen Beschreibung eines realen CuMMC-Bauteilverhaltens.

Abstract

The wall materials in future fusion reactors will be operating under extreme thermal and mechanical load conditions. The divertor region of such a device is the most severely loaded component. This part is exposed to heat fluxes of up to 15 MW m^{-2} due to the impinging plasma particle flux. Tungsten is currently considered as the best choice for the plasma-facing-materials (PFM) in the divertor region. An efficient heat sink material is required underneath the PFM for sufficient heat transfer to the cooling channels. In the research reactor ITER a copper alloy (CuCrZr) is foreseen as heat sink material, which is able to withstand temperatures of up to 350°C , corresponding to a water coolant temperature of 150°C . For the commercial use of fusion energy an increase of the thermal efficiency is necessary by increasing the coolant temperature to over 300°C . This will cause higher stresses in the connection area between PFM and the heat sink due to different coefficients of thermal expansion combined with higher temperatures. The mechanical properties of CuCrZr are insufficient for these conditions and fibre reinforced copper metal matrix composites (CuMMC) are considered as an alternative material to strengthen the critical connection area between the heat sink and the PFM. The composite should combine the high heat conductivity of a copper matrix with the high stiffness and mechanical strength of silicon-carbide fibres (SiC-fibres).

During this investigation SiC-fibres of two different production principles were studied regarding their usage for the manufacturing of a CuMMC. The main goals for the CuMMC are a tensile strength of 300 MPa combined with a heat conductivity of more than $200 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Both of these parameters are affected by the single fibre tensile strength and by the bonding between the fibres and the copper matrix. The achievable heat conductivity in the CuMMC depends on the fibre volume ratio within the composite. Higher fibre strength reduces the necessary fibre volume ratio and hence increases the heat conductivity of the CuMMC. The fibre strength was validated by single fibre tension tests. Furthermore, a good bonding between fibre and matrix is necessary to optimize the fibre reinforcement, which is based on load transfer between fibre and matrix. Therefore, both fibre types were coated with interlayer systems and the effectiveness of the bonding was validated by single fibre push-out-tests. For those cases where fibre strength and bonding were sufficient, a unidirectional fibre reinforced CuMMC was manufactured, whose mechanical and thermal properties were then characterised.

The mechanical tests included tensile tests and strain-controlled cycling tests which gave information about strength, plasticity, hardening and the effect of damage within the CuMMC. To verify that the CuMMC heat sink material achieves the thermal requirements, heat conductivity measurements parallel and perpendicular to the fibre direction were performed. These characterizations were done as a function of fibre volume fraction in the CuMMC and temperature. To investigate the influence of long term exposure to operation temperatures, a heat treatment was carried out for 400 h at 550°C and the mechanical and thermal properties were compared to their initial values. Different optical microscopes and scanning electron microscopes (REM) were used for the analysis of crack surfaces and grindings.

For the engineering design of divertor components numerical models of the used material are required. These models need to be developed by adjusting their input parameters to fit experimental results. To that end, strain-controlled cycling tests allowed the analysis of the copper matrix hardening behaviour. This is necessary to understand stress development during operational load cycles of the CuMMC. The comparison of room temperature tests with 300°C tests showed the effects of fabrication-induced residual stress in the CuMMC.

Furthermore, by modelling the experimental data applying a coupled isotropic-kinematic hardening model, material parameter sets were identified. Those parameter sets for an uniaxial load case on an unidirectional CuMMC are the first step for a numerical description of a real CuMMC-component.

Inhaltsverzeichnis

KURZFASSUNG	III
ABSTRACT	V
INHALTSVERZEICHNIS	VII
ABKÜRZUNGEN UND FORMELZEICHEN	IX
1 EINLEITUNG	1
2 GRUNDLAGEN	5
2.1 VERBUNDWERKSTOFFE	5
2.2 GRENZFLÄCHE IM MMC	7
2.3 LANGFASERVERSTÄRKUNGEN - LINEARE MISCHUNGSREGEL	8
2.4 VERSAGENSMECHANISMEN IM UNIDIREKTIONAL VERSTÄRKTEN MMC	9
2.5 ANFORDERUNGEN FÜR DIE CuMMC-WÄRMESENKE IN DER FUSION	11
2.6 CuMMC SIMULATION	13
3 CUMMC-HERSTELLUNG	17
3.1 POLYMER-ABGELEITETE-FASER	17
3.2 SIGMA SM1140+ FASER	19
3.3 ZWISCHENSCHICHTANBINDUNG FASER-MATRIX	20
3.3.1 <i>Polymer-abgeleitete Faser</i>	20
3.3.2 <i>Sigma-Faser</i>	21
3.4 HERSTELLUNGSSCHRITTE DES KOMPOSIT	22
4 EXPERIMENTELLE METHODEN	24
4.1 MIKROSKOPIE	24
4.2 EINZELFASERZUGVERSUCHE	26
4.3 PUSH-OUT-VERSUCHE	28
4.4 MECHANISCHE UNTERSUCHUNGEN AM CuMMC	29
4.4.1 <i>Schallemissionsmessung</i>	30
4.4.2 <i>CuMMC-zyklische-Versuche</i>	32
4.5 CuMMC-WÄRMELEITFÄHIGKEIT	34
4.5.1 <i>Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit</i>	34
4.5.2 <i>Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit</i>	37
4.5.3 <i>Theoretische Berechnung</i>	38
4.6 CuMMC-AUSLAGERUNG FÜR 400 H BEI 550°C	40
4.7 SIMULATION DES CuMMC MIT DIGIMAT MF UND ABAQUS	44
5 ERGEBNISSE	47
5.1 ENTWICKLUNG DER POLYMER-ABGELEITETEN-FASER	47
5.2 ERGEBNISSE DER MIKROINDENTATIONSVERSUCHE	49
5.3 ERGEBNISSE EINZELFASERZUGVERSUCHE	51
5.3.1 <i>Polymer-abgeleitete-Faser</i>	51
5.3.2 <i>Sigma SM 1140+ Faser</i>	53
5.3.3 <i>Einzelfaserzugversuch Ergebnisvergleich</i>	56
5.4 ERGEBNISSE FASER-PUSH-OUT VERSUCHE	57
5.4.1 <i>Polymer-abgeleitete Faser</i>	57
5.4.2 <i>Sigma-Faser</i>	58
5.5 ERGEBNISSE MECHANISCHE CHARAKTERISIERUNG CuMMC	59
5.5.1 <i>Zugfestigkeit CuMMC</i>	59
5.5.2 <i>Schallemissionsergebnisse</i>	66
5.5.3 <i>Ergebnisse der zyklischen CuMMC-Versuche</i>	69
5.6 WÄRMELEITFÄHIGKEIT CuMMC	73
5.6.1 <i>Ergebnisse</i>	73
5.6.2 <i>Fehlerbetrachtung</i>	75
5.7 CuMMC NACH AUSLAGERUNG FÜR 400 H BEI 550°C	77

5.7.1	<i>Wärmeleitfähigkeitsuntersuchung</i>	77
5.7.2	<i>Zugfestigkeitsuntersuchung</i>	79
5.7.3	<i>Zyklischer Ermüdungsversuch mit SE-Messung</i>	82
5.7.4	<i>Schädigungsuntersuchung</i>	84
5.8	SIMULATIONSERGEBNISSE AUS DIGIMAT MF UND ABAQUS	87
5.8.1	<i>Vergleich experimentelle Ergebnisse mit DIGIMAT MF</i>	87
5.8.2	<i>Vergleich Simulation DIGIMAT MF mit ABAQUS</i>	92
6	DISKUSSION	96
6.1	MECHANISCHE EIGENSCHAFTEN DES CUMMCS	96
6.1.1	<i>Allgemeine Bewertung der experimentellen Ergebnisse</i>	96
6.1.2	<i>Bruchdehnung des CuMMCs</i>	97
6.1.3	<i>Herstellungsinduzierte Eigenspannungen im CuMMC</i>	100
6.1.4	<i>Vergleich CuMMC Sigma/SCS6-Faser</i>	103
6.2	MECHANISCHE SCHÄDIGUNG DES CUMMCS	104
6.2.1	<i>Schädigung durch Herstellung und mechanische Bearbeitung</i>	104
6.2.2	<i>Schädigung durch Diffusion</i>	106
6.3	ABBILDUNG EXPERIMENTELLER ERGEBNISSE MIT DIGIMAT MF UND ABAQUS.....	109
6.4	FASERVERGLEICH BEZÜGLICH FUSIONSANWENDUNG DES CUMMC	110
6.5	THERMISCHE EIGENSCHAFTEN DES CUMMCS	112
7	ZUSAMMENFASSUNG	115
	LITERATURVERZEICHNIS	117

Abkürzungen und Formelzeichen

Abkürzungen

AES	Augerelektronenspektroskopie
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
BSE	Rückstreuelektronen
C	Kohlenstoff
CFC	carbonfasererstärrter Kohlenstoff
CMC	Keramische-Komposite
CO ₂	Kohlendioxid
Cu	Kupfer
CuCrZr	Kupfer-Chrom-Zirkon
CuMMC	Kupfer-Metall-Matrix-Komposit
CVD	Chemical Vapour Deposition
D	Deuterium
DLR	Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
FEM	Finite-Elemente-Methode
FE-Modell	Finite-Elemente-Modell
FIB	fokussierter Ionenstrahl
HDT	Hit Definition Time
He	Helium
HIPen	heißisostatisches Pressen
HLT	Hit Lock Time
IR	Infrarot
LCF	zyklische Ermüdungsversuche Low Cycle Fatigue
LFA	Laser Flash Apparatur
MMC	Metall-Matrix-Komposite
n	Neutron
PDT	Peak Definition Time
PFM	Plasma Facing Material
PMC	Polymer-Matrix Komposite
PVD	Physical Vapour Deposition
RBS	Rutherford-Rückstreuungsspektroskopie
RE	regenerative Energien

REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
SE	Sekundärelektronen
SE-Messung	Schallemissionsmessung
Si	Silizium
SiC	Siliziumcarbid
T	Tritium
Ta	Tantal
TaC	Tantalcarbid
TaSi ₂	Tantalsilizid
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
Ti	Titan
TiC	Titancarbid
WC ₂	Wolframcarbid

Formelzeichen

α	Ausdehnungskoeffizient
a	Temperaturleitfähigkeit
b	isotroper Verfestigungsexponent
β	Weibull-Modul
b	Erwartungswertberichtigungsfaktor
bi	Grenzflächendicke
C	kinematischer Verfestigungsmodul
c_p	spezifische Wärmekapazität
ε	Bruchdehnung
E	Elastizitätsmodul
γ	kinematischer Relaxationsparameter
λ	Wärmeleitfähigkeit
l	Probendicke
l_e	Einspannlänge
L_g	Kompositlänge
m	Masse
N	Testanzahl
P	Kraft
Q	isotroper Verfestigungsmodul

ρ	Dichte
R_f	Faserradius
R_m	Zugfestigkeit
σ	Spannung
σ_0	Fließgrenze
σ_e	entwickelte Fließgrenze
T	Temperatur
t	Zeit
U	Spannung
V_f	Faservolumenanteil
V_{ges}	Gesamtvolumen
τ	SE-Signal Laufzeit
τ_d	Grenzflächenhaftscherfestigkeit

1 Einleitung

In Folge globalen Bevölkerungswachstums, fortschreitender Entwicklung großer Schwellenländer wie China und Indien sowie der nötigen Substitution fossiler Brennstoffe steigt der Bedarf an CO₂-neutralen Energieträgern in Zukunft massiv an [1]. Neben der CO₂-Diskussion und dessen Rolle beim Klimawandel [2] müssen fossile Brennstoffe auch aufgrund der begrenzten Vorkommen („*Peak-Oil*“) ersetzt werden. Hierfür bieten regenerative Energien (RE) wie Photovoltaik, Solarthermie, Geothermie, Biomasse, Wind- und Wasserkraft sehr viel Potential. Sie sind jedoch von standortbedingten Faktoren abhängig und ihre Verfügbarkeit unterliegt täglichen und jahreszeitlichen Schwankungen. Hinzu kommen geringe Wirkungsgrade und Energiedichten, wodurch der Flächenbedarf immens steigt. Allein eine vollständige Versorgung Deutschlands mit RE müsste, neben dem Netzausbau, mit dem Aufbau riesiger Energiespeicher einhergehen, um die zeitliche begrenzte Verfügbarkeit der RE zu kompensieren. Der Bedarf an Energiespeichern kann durch eine Kombination mit zeitlich und örtlich unabhängig verfügbaren Energieträgern spürbar reduziert werden. Eine Möglichkeit hierfür bietet die Kernspaltung, die ebenfalls als CO₂-freie und damit klimaneutrale Energiequelle angesehen wird. Weiterhin ungelöst ist jedoch die Problematik der Endlagerung von hochradioaktiven Abfällen [3]. Hinzu kommen die Auswirkungen potentieller Reaktorunfälle auf die Ökologie und die damit verbundene Sicherheitsdebatte bezüglich bereits bestehender Anlagen. Dies führte in Deutschland und anderen Ländern zu einer massiven Reduzierung der Bevölkerungsakzeptanz gegenüber der Kernspaltung.

Eine mögliche Alternative bietet die Kernfusion von Wasserstoffisotopen [4]. Mit der Erschließung dieser Energiequelle befassen sich weltweit mehrere Forschungsinstitute. Großexperimente wie *ASDEX Upgrade* in Garching oder *JET* in Culham untersuchen die physikalischen und technologischen Grundprinzipien der magnetischen Fusion. Dies beinhaltet beispielsweise die Heizung, den Einschluss, die Wärmeisolation und die Reinhaltung des Wasserstoffplasmas, aber auch die kritischen materialwissenschaftlichen Problemstellungen. Darunter zählen das Aktivierungspotential und Verhalten unter Neutronenstrahlung sowie hochenergetischem Teilchenbeschuss.

Die weltweite Fusionsgemeinschaft bündelt nun ihre Anstrengungen im gemeinsamen Experiment *ITER*, das seit 2007 im französischen Cadarache aufgebaut wird [5]. Erstmals soll das Fusionsfeuer in *ITER* mehr Energie erzeugen, als für seine Heizung nötig ist. Die anvisierte Leistungsverstärkung Q soll den Faktor 10 [6, 7] erreichen und damit die kommerzielle Eignung der Fusion als zukünftigen Energieträger beweisen. *ITER* soll die finalen Erkenntnisse für ein erstes Demonstrationskraftwerk (*DEMO*) liefern, das bis Mitte des Jahrhunderts ans Netz gehen soll [8].

Im Fusionskraftwerk sollen schwerer (Deuterium, D) und überschwerer Wasserstoff (Tritium, T) zu Helium (He) verschmolzen werden. Dabei entsteht ein zusätzliches Neutron und ~17,5 MeV Energie [9]:



Während Deuterium in geringen Spuren im Wasser auf der Erde vorkommt, muss Tritium durch Beschuss von Lithium mit Neutronen erbrütet werden [10]. Die nötigen Ausgangsstoffe sind jedoch nahezu unbegrenzt verfügbar.

Im Betrieb befindet sich das Wasserstoffplasma in einem Torusgefäß und wird bei einer Temperatur von ~100 Mio.°C von einem Magnetfeld umschlossen. Die Innenwände des

Torusgefäßes sind somit Plasma belastet, wodurch die hier eingesetzten Materialien als PFM (Plasma Facing Material) bezeichnet werden. Sie stehen in direktem Kontakt mit den hochenergetischen Teilchen des Plasmas sowie den Fusionsneutronen. Neben der Wärmestrahlung des Plasmas ist vor allem die kinetische Energie der Neutronen für die Energiegewinnung bei der Fusion entscheidend. Die Neutronen werden im Wandmaterial abgebremst und somit ihre kinetische Energie in Wärme umgewandelt. Diese muss durch einen möglichst effizienten Kühlkreislauf abgeführt werden. Bis zur Stromerzeugung findet anschließend der konventionelle Aufbau von Wärmetauscher, Dampferzeuger, Dampfturbine und Generator Verwendung.

Der thermisch höchstbelastete Bereich im Inneren des Torusgefäßes ist der Divertor (Abb. 1-1). In diesem Bereich werden die „Fusionsasche“ (He) sowie nicht fusioniertes D, T und Verunreinigungen aus dem Torusgefäß entfernt [11-13]. Im stationären Fall wird für *DEMO* mit Wärmeflüssen von bis zu 15 MW/m^2 gerechnet [14, 15]. Insgesamt sollen etwa 15-20 % der Wärmeleistung des Plasmas im Divertor abgeführt werden [11, 16-18]. Die Materialauswahl wird dabei durch die komplexen Anforderungen stark eingeschränkt. Hierzu gehören beispielsweise: thermomechanische Belastungen, Aktivierung durch Strahlung, Erosion, Herstellbarkeit, Toxizität, Schadenstoleranz, Recycling und verschiedene physikalische und chemische Anforderungen [14, 19-23].

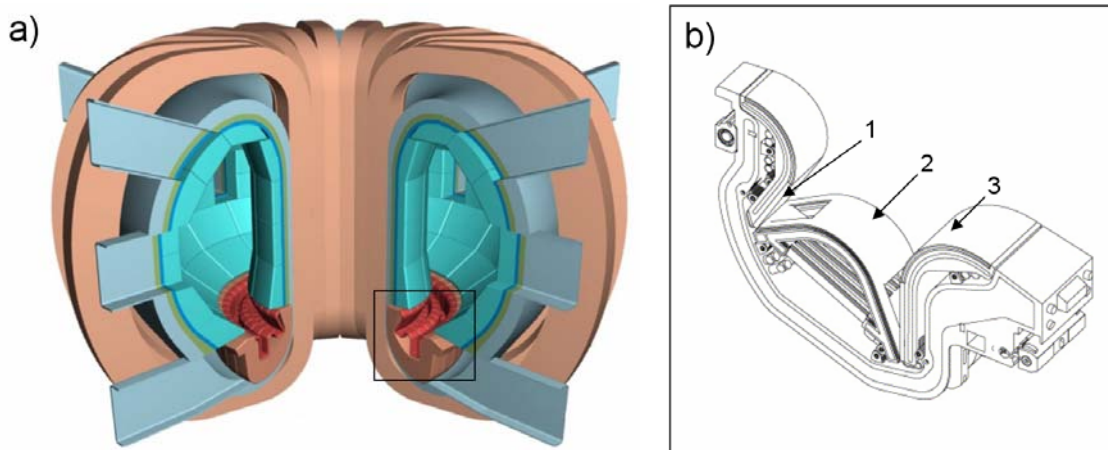


Abb. 1-1: a) Schnittbild des möglichen *DEMO* Designs mit markiertem Divertorbereich [24]
b) Divertor-Segment [25] mit äußerem (1) und innerem Target (3) sowie Dome (2)

Bezüglich der effizienten Wärmeabführung aus dem Divertorbereich existieren verschiedene Konzepte, die sich vor allem durch ihre technische Umsetzbarkeit unterscheiden [14, 15, 24, 26]. Das konservative Modell, welches am ehesten realisierbar sein wird, beruht auf der Wasserkühlung der thermisch belasteten Komponenten. Zwei unterschiedliche Ansätze des Aufbaus stellen die Design-Konzepte des Monoblocks (Abb. 1-2a) [17, 18] und des Flachziegel-Modells dar (Abb. 1-2b). Letzteres soll in ITER verwendet werden, der mit Wasser gekühlt sein wird.

In *ITER* wird die Kühlmitteltemperatur bei 150°C liegen, was eine entsprechend niedrige thermische Effizienz zur Folge hat. Für den nächsten Schritt zum Fusionskraftwerk muss die Kühlmitteltemperatur in *DEMO* angehoben werden, um entsprechend hohe Anteile der anfallenden Fusionswärme zu nutzen. Zielstellung für *DEMO* ist eine Kühlmitteltemperatur von $\sim 300^\circ\text{C}$, was für die Design-Konzepte zur konventionellen Wasserkühlung des Divertors entsprechende Konsequenzen hat [16].

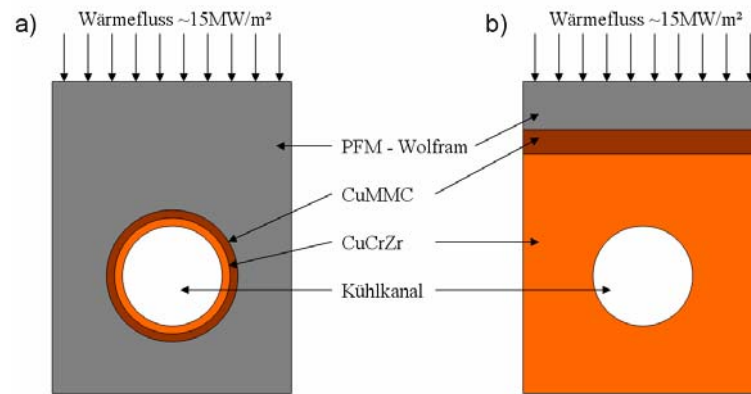


Abb. 1-2: Divertor-Konzepte mit CuMMC schematisch
 a) Monoblock-Design; b) Flachziegel-Design

In *ITER* wird CuCrZr als Wärmesenkenmaterial verwendet. Es handelt sich dabei um eine ausscheidungsgehärtete Kupferlegierung, die unter Neutronenbelastung bis etwa 350°C einsetzbar ist. Höhere Temperaturen haben zunehmende Alterung und Festigkeitsreduktion zur Folge [27-35]. Durch die Steigerung der Kühlmitteltemperatur kommt es, in Abhängigkeit vom Design, zu thermischen Belastungen die über 350°C liegen sowie zu steigenden Spannungen im Bereich der Fugestellen. Die Ursache hierfür sind die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der beteiligten Materialien. Eine mögliche Lösung der Problemstellung besteht in der Verstärkung des höher belasteten Grenzbereichs durch einen Metall-Matrix-Verbundwerkstoff (MMC, Abb. 1-2) [36-40].

Diese Arbeit befasst sich mit der Verstärkung einer Kupfermatrix durch Siliziumcarbidfasern (SiC-Fasern). Das hergestellte MMC wird als CuMMC bezeichnet und hinsichtlich seiner mechanischen und thermischen Eigenschaften charakterisiert. Das vorrangige Ziel der SiC-Faserverstärkung von Kupfer ist die Steigerung der Festigkeit bei hohen Temperaturen. Gleichzeitig muss eine möglichst hohe Wärmeleitfähigkeit erhalten bleiben, um die Wirkung der Wärmesenke nicht signifikant zu beeinträchtigen. Die Zielstellungen für das CuMMC sind eine Festigkeit von 300 MPa bei Raumtemperatur (RT) und 300°C sowie eine Wärmeleitfähigkeit von $\sim 200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ [41]. Auf die fusionsrelevanten Anforderungen an die Wärmesenkenmaterialien wird in Kapitel 2.5 näher eingegangen. Bedingt durch den begrenzten Biegeradius der SiC-Fasern, in Folge des großen Faserdurchmessers, steht das Flachziegel-Design (Abb. 1-2b) für diese Fasern im Vordergrund.

Ziele und Strategie der Arbeit

Die mechanische und thermische Leistungsfähigkeit des CuMMCs wird vor allem durch die Festigkeit der Verstärkungselemente, in diesem Fall der SiC-Fasern und ihrer Anbindung an die Kupfermatrix bestimmt. Die Faserfestigkeit definiert den nötigen Faservolumenanteil zum Erreichen der mechanischen Vorgaben und limitiert somit gleichzeitig die erreichbare Wärmeleitfähigkeit im CuMMC, da die SiC-Fasern im Vergleich zur Kupfermatrix kaum am Wärmetransport beteiligt sind. Die Verbindung zwischen Faser und Matrix muss sehr gut sein, um die Verstärkungswirkung der Fasern in der duktilen Matrix optimal nutzen zu können und den Faservolumenanteil möglichst niedrig zu halten. Die Vorarbeiten von Köck und Popescu [42, 43] befassen sich mit diesem Grenzflächenproblem der Faser-Matrix-Anbindung. Aufbauend auf diesen Ergebnissen stellte Paffenholz [44] ein CuMMC mit SCS6-Faser (*Specialty Materials Inc.*) her und charakterisierte dieses hinsichtlich seiner mechanischen und thermischen Eigenschaften. Die dabei ermittelten Ergebnisse und Erfahrungen fließen in diese Arbeit ein. Innerhalb dieser Arbeit werden zunächst zwei

unterschiedliche SiC-Fasertypen hinsichtlich ihrer Eignung für das CuMMC untersucht. Wird die Eignung bestätigt, sollen beide Fasertypen zur Herstellung des CuMMCs verwendet werden. Es handelt sich dabei um eine Polymer-abgeleitete- und eine CVD-abgeleitete-SiC-Faser (CVD, chemical vapour deposition). Anschließend wird das CuMMC hinsichtlich der mechanischen und thermischen Vorgaben charakterisiert und der Einfluss von betriebsrelevanten Temperaturen untersucht. Zusätzlich werden experimentelle Ergebnisse von mechanischen Belastungen mit Simulationsergebnissen verglichen und Materialparameter zur theoretischen Beschreibung des CuMMC-Materialverhaltens identifiziert. Damit sind folgende Punkte innerhalb der Arbeit zu klären:

- Eignungsüberprüfung der Polymer-abgeleiteten- und CVD-abgeleiteten-SiC-Fasern für die CuMMC-Herstellung hinsichtlich der Einzelfaserfestigkeit und Grenzfläche zur Anbindung an die Kupfermatrix.
- Erreicht das hergestellte CuMMC die zum Ziel gesetzten, mechanischen Vorgaben der Festigkeit (300 MPa)? Wie hoch ist die Qualität der Herstellung, bzw. besteht noch Optimierungspotential? Welche Versagensmechanismen überwiegen im CuMMC?
- Erreicht das CuMMC die zum Ziel gesetzten, thermischen Vorgaben der Wärmeleitfähigkeit ($\sim 200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$)? Wie stark ist die Anisotropie der Wärmeleitfähigkeit im CuMMC mit Langfaserverstärkung?
- Kann das CuMMC unter betriebsrelevanten Temperaturen seine mechanischen und thermischen Eigenschaften beibehalten oder kommt es zur Degradierung?
- Untersuchung des Verfestigungsverhaltens des CuMMCs unter isothermen Bedingungen im zyklischen, dehnungsgeregelten Versuch.
- Kann das reale CuMMC-Werkstoffverhalten durch das gekoppelte isotropkinematische Stoffgesetz abgebildet werden? Vergleich experimenteller Daten mit Simulationsergebnissen.

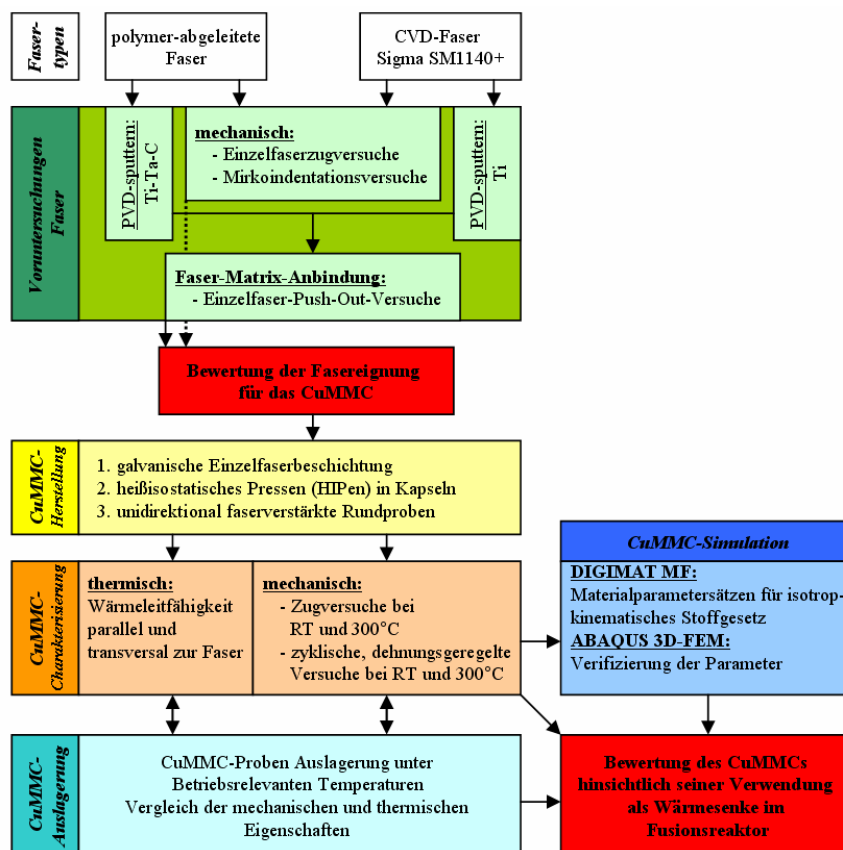


Abb. 1-3: Vorgehensweise innerhalb der Arbeit

2 Grundlagen

2.1 Verbundwerkstoffe

Verbundwerkstoffe beziehungsweise Komposite bestehen aus zwei oder mehr Materialkomponenten, die miteinander kombiniert werden, um ein Eigenschaftsspektrum zu erzielen, das von jeder einzelnen Komponente nicht erreicht wird. Sie bestehen aus einer tragenden Matrix sowie verstärkenden Elementen. Dies können lange sowie kurze Fasern oder Partikel sein. Durch ihre gezielte räumliche Verteilung kann ein Bauteil in höher belasteten Bereichen lokal verstärkt werden. Dies kann wiederum zu stark anisotropen Eigenschaften führen, was vor allem bei Langfaserverstärkungen der Fall ist. Bei unidirektionaler Verstärkung werden die Fasern in der Belastungsrichtung angeordnet, um maximale Verstärkungswirkung zu erzielen. Quer dazu entspricht die Festigkeit etwa der reinen Matrix. Für mehraxiale Belastungen werden langfaserverstärkte Komposite in Form von Geweben oder mehrlagigen Faserarchitekturen verwendet [45, 46].

Anhand des Matrixmaterials werden Komposite wie folgt klassifiziert [45]:

- Organische bzw. Polymer-Matrix-Komposite (PMC)
- Mineralische bzw. Keramik-Matrix-Komposite (CMC)
- Metall-Matrix-Komposite (MMC)

Bestehen die Verstärkungselemente aus Fasern, wird von Faserverbundwerkstoffen gesprochen. Gängige Verstärkungsfasern bestehen beispielsweise aus Glas, Aramiden (z.B. Kevlar), Kohlenstoff, oxidischen (Al_2O_3) und nicht oxidischen (SiC) Keramikverbindungen sowie hochschmelzenden Refraktärmetallen (z.B. Wolfram).

Die bislang größte Anwendung erfahren verstärkte Kunststoffe im Leichtbau, welche zu den PMCs gehören. Durch Steigerungen in Festigkeit, Härte und Steifigkeit können sie z.B. in hochbeanspruchten Konstruktionsteilen eingesetzt werden.

Vor allem in der Luftfahrt und der Automobilindustrie werden Anforderungen an die Materialien gestellt, die meist einen Konsens bei ihrer Auswahl erfordern. Hier müssen unter anderem hohe mechanische und thermische Belastbarkeit mit Leichtbau in Verbindung gebracht werden, um effizientere Flugzeuge bzw. Fahrzeuge zu entwickeln.

Da die Kombination von Leichtbauweise und Festigkeit mit Kompositen sehr erfolgreich war und ist, nimmt ihr Anteil in modernen Jets weiter zu. Kohlefaserverstärkter Kunststoff (CFK) hat bei der Boeing 787 beispielsweise konventionelle Aluminiumlegierungen fast vollständig als Rumpfmateriale abgelöst. Die hohe spezifische Festigkeit des CFK ist der große Vorteil. Ebenso werden Komposite für mechanisch höher belastete, rotierende Bauteile in Flugtriebwerken eingesetzt. Die Fanschaufeln des GE90 können hier als Beispiel dienen. Darüber hinaus finden PMCs vermehrt Anwendungen im Freizeitsport in Tennis- und Golfschlägern oder Fahrradrahmen, immer mit dem Fokus auf Leichtbau und Steifigkeit.

Faserverstärkte Keramiken sind bisher nur in kleineren Nischenanwendungen etabliert. Hierzu gehören Hochleistungs-Bremssysteme im Motorsport und Flugzeugen, welche auf carbonfaserverstärkten Kohlenstoff (CFC) bzw. Siliziumcarbid (SiC)-faserverstärkten Kohlenstoff (C-SiC) setzen [47]. Dies verspricht temperaturunabhängige hohe Bremswirkung und sehr niedrigen Verschleiß, eine Kombination aus Leichtbau und thermischer Belastbarkeit.

Hochschmelzende Keramiken sind für die Triebwerksindustrie von Interesse. Im Turbinenbereich werden Temperaturen erreicht, die den Schmelzpunkt der bisher eingesetzten Metalle erreichen und aktive Kühlung durch Verdichterluft erfordern. Neben der höheren Temperaturbeständigkeit haben Keramiken hier zusätzlich einen Gewichtsvorteil gegenüber konventionellen Nickelbasis-Superlegierungen. Problematisch ist jedoch die geringe Schadenstoleranz der Keramik, da sie im Schadensfall spröde bricht. Zur Verbesserung werden Keramiken faserverstärkt, um ein quasi-duktilen Verhalten des Komposits zu erreichen. Risse sollen an den Fasern gestoppt bzw. abgelenkt werden, so dass während der Schädigung eine höhere Energie vom Material absorbiert werden kann.

Gegenüber konventionellen Materialien stellen die Kosten für Verbundwerkstoffe den größten Nachteil dar. Diese werden vor allem durch hohe Produktionsaufwendungen verursacht, die zum Teil durch nötige Neuentwicklungen von Fertigungstechnologien entstehen. Für MMCs und CMCs verstärkt sich diese Problematik durch geringe Stückzahlen in den Nischenanwendungen, meist komplexere Geometrien und hohe Qualitätsanforderungen, wenn das Bauteil beispielsweise in der Luftfahrt zum Einsatz kommt. Zusätzlich können für hochfeste, keramische Verstärkungsfasern die Kosten der Verstärkungselemente nicht vernachlässigt werden. Begrenzte Herstelleranzahl und Lieferkapazitäten führen bei SiC-Fasern zu Preisen von mehreren Tausend Euro pro Kilogramm.

Anforderungen für MMCs

Während die PMCs vor allem durch gewebte Langfaserverstärkungen geprägt sind, werden die Anwendungsgebiete der MMCs bislang vor allem durch Partikel- und Kurzfaserverstärkungen dominiert. Hauptursache hierfür sind die nicht vorhandenen, effizienten Herstellungsmethoden für Langfaserverstärkungen. Spritzgießverfahren müssen beispielsweise durch Zugabe von kleinen Verstärkungselementen nicht gravierend verändert werden. Eine geordnete Ausrichtung von langen Monofilamenten in einer metallischen Matrix mit möglichst niedriger Porosität und ohne Faserschädigung im MMC ist eine weitaus größere Herausforderung. So werden Leichtbaumetalle wie Magnesium, Aluminium und Titan bisher vor allem mit Partikel- und Kurzfaserverstärkungen eingesetzt, u.a. im Fahrzeugbau [48].

Grundsätzlich sind zwei Arten von Herstellungsverfahren für die MMCs zu unterscheiden. Zum einen gibt es die *Verbundherstellung aus der Flüssigphase*. Hierunter fällt das angesprochene Spritzgießen sowie zum Zweiten die *Herstellung aus Feststoffen*, unter der die Pulvermetallurgie, Verbindungen durch Festkörperdiffusion und die Einzelfaserbeschichtung einzuordnen sind. In [42] wird eine detaillierte Übersicht der Prozessmerkmale mit Vor- und Nachteilen gegeben. Aufgrund der komplexen Prozessführung zur Herstellung von qualitativ hochwertigen MMCs sind die Kosten, vor allem für Faserverbundwerkstoffe, entsprechend hoch. Um diese zu rechtfertigen, muss das Endprodukt demnach zwingend alleinstellende Eigenschaften erreichen. In Verbindung mit hochfesten Keramikfasern bzw. Refraktärmetallfasern sollen im MMC vor allem folgende Eigenschaften verbessert werden:

- Steifigkeit
- Festigkeit
- Kriechbeständigkeit
- Gewichtsreduktion

Für die vorliegende Arbeit wurde mit der Einzelfaserbeschichtung eine Herstellungsmethode aus Feststoffen gewählt. Das Deutsche Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR) entwickelte ein Herstellungsverfahren für langfaserverstärktes Titan durch Kombination von PVD-Abscheidung und anschließendem heißisostatischen Pressen (HIPen). Durch dieses Vorgehen wurde eine annähernd ideale, homogene Verteilung der Fasern in der Matrix gewährleistet [49]. Aus den Ansätzen des DLR wurde die Herstellung des langfaserverstärkten Kupferkomposites (CuMMC) durch die Arbeiten von Brendel, Popescu, Köck und Paffenholz [42-44, 50-58] sukzessive verbessert und optimiert. Dazu gehörten unter anderem die Grenzflächenoptimierung zwischen Faser und Kupfermatrix in Abhängigkeit von verschiedenen Verstärkungsfasern, die galvanische Abscheidung von Kupfer als Matrix sowie die Ermittlung von Prozessschritten und -parametern zur Herstellung des CuMMCs. Auf die dabei gesammelten Erfahrungen wird in dieser Arbeit zurückgegriffen. Die vollständige Herstellungsrouten des CuMMCs ist in Kapitel 3.4 beschrieben.

2.2 Grenzfläche im MMC

Die gewünschten positiven Effekte der Kombination mehrerer Materialien in einem MMC sind stark von der Grenzfläche zwischen den einzelnen Phasen beeinflusst.

Im CuMMC steht die Verfestigungswirkung durch die Verstärkungselemente im Vordergrund. Diese Verstärkungswirkung der Einschlüsse wird in Form von Schubspannungen durch die Matrix übertragen, die somit als Kraftübermittler im MMC wirkt. Damit diese Spannungsübertragung zwischen Faser und Matrix optimal funktioniert, ist eine sehr gute Haftung zwischen beiden Phasen zwingend erforderlich. Hierfür existieren verschiedene Formen, die je nach Materialkombination und späterem Einsatzgebiet des MMCs ausgewählt werden. Für die Faserverstärkung von Kupfer wird in dieser Arbeit eine chemische Verbindung mit ergänztem Haftvermittler in der Zwischenschicht gewählt, ausführlicher ist dies in Kapitel 3.3 beschrieben. Des Weiteren können mechanische Verbindungen durch gezielt eingestellte Oberflächenrauheiten verwendet werden, oder es werden die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der beteiligten Materialien für die Verbindung ausgenutzt [59]. In diesem Fall sind die Herstellungs- bzw. die späteren Einsatztemperaturen zu berücksichtigen. Initiale Spannungen im Komposit, hervorgerufen durch unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten, können sich positiv und negativ auswirken. Beispielsweise sind Druckspannungen in der Matrix positiv, da sie der Rissinitiierung entgegenwirken.

Vor allem chemische Bindungen benötigen meist eine erhöhte Temperatur, um die Reaktion in der Grenzfläche zu ermöglichen. Hierbei ist die Auswahl der Reaktionspartner äußerst kritisch, da ungünstige Elementkombinationen zur Bildung von spröden intermetallischen Phasen führen können und somit die Verstärkungselemente schädigen [42].

Neben der in dieser Arbeit verfolgten Strategie der Faserverstärkung zur Entwicklung eines effizienten Wärmesenkenmaterials werden zur Kühlung von Hochleistungselektronik auch partikelverstärkte MMCs untersucht. Die Matrixmaterialien sind dabei vor allem Aluminium und Kupfer, deren Wärmeleitfähigkeit durch Beimischung von Diamantpulvern ($\varnothing < 200 \mu\text{m}$) erhöht werden sollen [60]. Neben der mechanischen Anbindung zwischen Diamant und Matrix bildet in diesem Stoffsystem die Wärmeeinkopplung in die Diamanten eine hohe Anforderung an die Grenzschicht. Eine thermisch isolierende Grenzfläche verhindert beispielsweise die potentielle Steigerung der Wärmeleitfähigkeit durch die Diamanten. Für die anvisierten Einsatztemperaturen von -40 bis 140°C zeigen thermozyklische Untersuchungen von Weidenmann [61], sowie Schubert et al. [62], dass sowohl die mechanische Festigkeit als auch die Wärmeleitfähigkeit innerhalb der ersten 1000 Zyklen

reduziert werden und dies mit der Schädigung der Grenzfläche einhergeht. Die Grenzfläche muss demnach den zyklischen Betriebsbelastungen standhalten ohne zu degradieren. Dies gilt ebenso für die mechanischen Anforderungen an das CuMMC.

Für Kupfer liegt das vorrangige Ziel der Faserverstärkung in der Steigerung von Festigkeit und Kriechbeständigkeit vor allem unter erhöhten Betriebstemperaturen. Demnach wird eine gute Anbindung der SiC-basierenden, keramischen Fasern an die Kupfermatrix benötigt, um diese Ziele zu erreichen. Die Kombination beider Materialien resultiert in einem CuMMC mit sehr duktiler Matrix und hochfesten aber spröden Verstärkungsfasern. Bezüglich der Wärmeleitung haben die keramischen SiC-Fasern nur geringen Anteil am Wärmetransport. Die Grenzfläche muss demnach keine sehr gute Wärmeleitfähigkeit besitzen. Vielmehr wird die Wärmeleitfähigkeit mit höherem Faservolumenanteil herabgesetzt, da die Fasern weniger stark leiten [44, 58].

2.3 Langfaserverstärkungen - Lineare Mischungsregel

Die Anforderungen an das CuMMC beziehen sich vor allem auf Festigkeit und Wärmeleitfähigkeit. Im uniaxial verstärkten Faserverbundwerkstoff mit langen Fasern kann die Kompositfestigkeit über die lineare Mischungsregel abgeschätzt werden:

$$\sigma_{\text{Komposit}} = \sigma_{\text{Faser}} \cdot V_f + \sigma_{\text{Matrix}} \cdot (1 - V_f) \quad (2-1)$$

Dabei müssen die Festigkeiten von Faser (σ_{Faser}) und Matrix (σ_{Matrix}) bekannt sein. Des Weiteren wird von einer idealen Faser-Matrix-Anbindung sowie perfekt axialer Ausrichtung und homogener Verteilung der Fasern ausgegangen.

Kagawa [63] hat die Gleichung (2-1) hinsichtlich einer realistischen Abschätzung des Einflusses der Faser-Matrix-Grenzfläche verbessert:

$$\sigma_{\text{Komposit}} = \sigma_{\text{Faser}} \cdot V_f \cdot \left(1 - \frac{R_f \cdot \sigma_{\text{Faser}}}{2\tau_d \cdot L_g} \right) + \sigma_{\text{Matrix}} \cdot (1 - V_f) \quad (2-2)$$

In Gleichung (2-2) wird der Grenzflächeneinfluss auf die Kompositfestigkeit durch die Grenzflächenhaftscherfestigkeit (τ_d), den Faserradius (R_f) sowie die Kompositlänge (L_g) beschrieben. Die Grenzflächenhaftscherfestigkeit kann durch Einzelfaser Push-Out-Versuche ermittelt werden, welche in Kapitel 4.3 beschrieben sind.

Im CuMMC sind die Bruchdehnungen der beiden Phasen Matrix (Kupfer) und Faser (SiC) stark unterschiedlich. Die keramische Faser bricht bei sehr viel kleinerer Dehnung, verglichen zum duktilen Kupfer. Da die Fasern jedoch für die Verfestigung verantwortlich zeichnen und innerhalb des CuMMCs die höchsten Spannungen tragen, wird die Gesamtkompositfestigkeit mit der Bruchdehnung der Faser abgeschätzt. Es gilt die Annahme, dass unter Faserbruchdehnung das CuMMC vollständig versagt. Abb. 2-1 zeigt dieses Vorgehen grafisch, wobei in Gleichung (2-2) für σ_{Matrix} der Wert für $(\sigma_{\text{Matrix}})_{\varepsilon_{\text{Faser}}}$ eingesetzt werden muss.

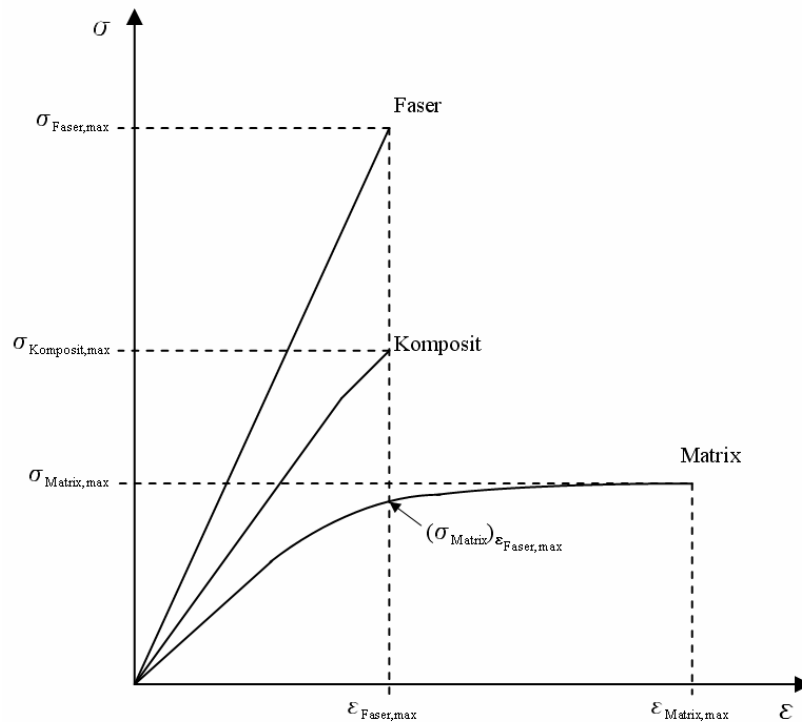


Abb. 2-1: Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines unidirektional verstärkten Verbundwerkstoffs im Zugversuch für $\varepsilon_{\text{Faser,max}} < \varepsilon_{\text{Matrix,max}}$

Ist die Bruchdehnung der Matrix kleiner als die der Faser, so wird analog der Wert für die Faserspannung zum Bruchdehnungszeitpunkt der Matrix für σ_{Faser} in Gleichung (2-2) eingesetzt [45, 64, 65].

Die lineare Mischungsregel findet im Rahmen der Zugversuche in Kapitel 5.3.3 und 5.5 Anwendung.

2.4 Versagensmechanismen im unidirektional verstärkten MMC

Je nach Architektur des Verbundwerkstoffs können verschiedene Versagensmechanismen im MMC auftreten. Diese sind vor allem von den jeweiligen mechanischen Eigenschaften der beteiligten Komponenten abhängig sowie ihrer Anbindung zueinander.

Für kontinuierlich unidirektional verstärkte Verbundwerkstoffe sind folgende Versagensformen üblich [45, 46], die stark von der Belastungsrichtung abhängen:

- Faserbruch quer zur Faserrichtung
- Faserbruch längs zur Faserrichtung
- Grenzflächenablösung zwischen Faser und Matrix
- Matrixbruch quer zur Faserrichtung
- Matrixbruch längs zur Faserrichtung

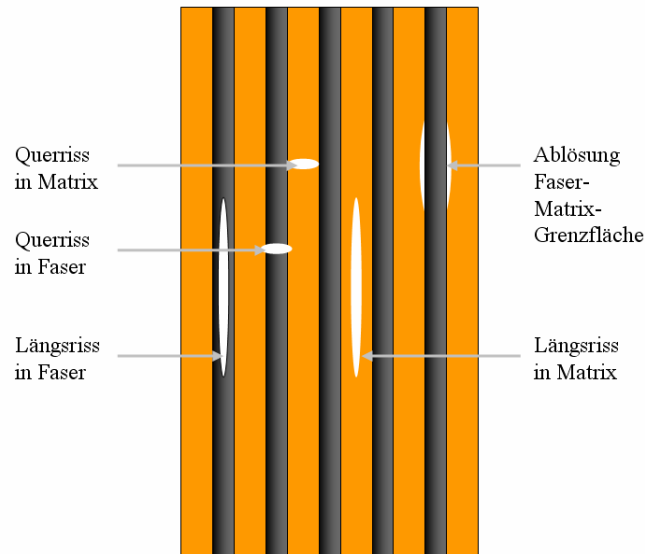


Abb. 2-2: Versagensmechanismen im unidirektional-verstärkten CuMMC

Faserbruch quer zur Faserrichtung:

Bei Zugbelastung bricht die Faser mit Überschreiten ihrer Zugfestigkeit. Diese wird maßgeblich durch Größe und Verteilung von internen Fehlstellen bestimmt. Bei gleicher Faserqualität besitzen dünnere Fasern eine höhere Festigkeit als Dickere (Faserparadoxon [46, 47]). Kommt es zu dieser Art des Faserbruchs, sind im Wesentlichen zwei Arten der weiteren Bruchentwicklung zu unterscheiden. Ist die Faser-Matrix-Anbindung schlecht, versagt die Faser in der Regel an einer Stelle. Die freiwerdende Bruchenergie führt zum Grenzflächenversagen entlang der Faser. Es bildet sich eine stark strukturierte Bruchfläche, die von Faser-Pull-Out geprägt ist. Bei starker Anbindung kann es zu mehrfachen Querbrüchen entlang der Faserlängsachse kommen. Im Regelfall ist die Bruchfläche dieses MMCs deutlich glatter, da die Bruchspitze hier den kürzesten Weg durch die Matrix zur nächsten Faser nimmt und nicht durch eine abgelöste Grenzschicht abgelenkt wird [46].

Faserbruch längs zur Faserrichtung:

Dieses Versagen tritt nur bei sehr guter Faser-Matrix-Anbindung, in Verbindung mit Druck-, Schub- oder Scherbelastungen auf die Faserlängsachse auf. In diesem Fall muss die Grenzflächenhaftschersfestigkeit höher als die Schersfestigkeit der Faser liegen.

Grenzflächenablösung zwischen Faser und Matrix:

Dies kann in allen Belastungsarten vorkommen, wenn die Anbindung unzureichend ist, beispielsweise bei rein mechanisch verzahnten Verbunden ohne chemische Verbindung zwischen den einzelnen Komponenten. Ablösung kann auch bei Rissüberbrückung durch Fasern fortschreiten, da die Normalspannungen an der Risspitze nicht verschwinden [66].

Matrixversagen:

Wird die Zug- bzw. die Schersfestigkeit des Matrixmaterials überschritten, kann es je nach Belastungsrichtung zu quer- oder längsgerichteten Matrixversagen kommen. Der Längsriss in der Matrix, parallel zur Faserrichtung, setzt ebenfalls eine sehr gute Anbindung voraus.

Im realen Versuch ist eine Vermischung der einzelnen Mechanismen anzunehmen. Schließlich spielt zusätzlich das Bruchverhalten der einzelnen Komponenten eine Rolle. Ein duktiler Matrixwerkstoff kann beispielsweise frei werdende Energie im Moment des Faserbruchs sehr gut in plastische Verformung umsetzen und somit das Risswachstum verlangsamen. Andererseits kann eine duktile Faser durch Brucheinschnürung vor dem Versagen zur Ablösung von der Matrix beitragen.

Für das CuMMC besteht eine Kombination aus duktiler Matrix mit spröder Faser. Kommt es hier zum Faserbruch, finden Schubspannungsübertragungen durch die Matrix auf die benachbarten Fasern statt. Führt diese Spannungserhöhung wiederum zum Bruch der Faser, kann es durch eine Kettenreaktion zum vollständigen Versagen des CuMMCs kommen.

2.5 Anforderungen für die CuMMC-Wärmesenke in der Fusion

Neben den bereits erwähnten Anforderungen an die mechanischen und physikalischen Eigenschaften des Wärmesenkenmaterials sind die radiologischen Eigenschaften für die Anwendung im Fusionsreaktor zu berücksichtigen. Bei der Fusionsreaktion entstehen hochenergetische Neutronen, die durch Interaktion mit den umgebenen Materialien, diese transmutieren können und strahlende Isotope hervorbringen. Des Weiteren kommt es zu Gitterdefekten, die die Eigenschaften der bestrahlten Materialien negativ beeinträchtigen. In diesen kritischen Einflussbereich fallen ebenso Wärmesenkenmaterialien. Alle mechanischen und physikalischen Eigenschaften müssen daher auf ihre Veränderungen unter Neutronenbestrahlung hin untersucht werden. Hauptanforderungen an die Wärmesenke sind somit:

- hohe Einsatztemperatur
- hohe Festigkeit
- hohe Kriechbeständigkeit
- hohe Wärmeleitfähigkeit
- Herstellung von Verbindungen durch Schweißen, Lötten etc.
- Beeinträchtigung der Eigenschaften durch Bestrahlung
- Möglichkeit des Ausheilens von Strahlenschäden durch Diffusion

Die mögliche Einsatztemperatur der Wärmesenke muss möglichst hoch liegen, um den thermischen Wirkungsgrad durch eine hohe Kühlmitteltemperatur zu steigern.

Beim Bau des internationalen Fusionstestreaktors *ITER* wird auf CuCrZr als Wärmesenkenmaterial zurückgegriffen. CuCrZr ist eine ausscheidungsgehärtete Kupferlegierung, welche für dauerhafte Einsatztemperaturen von ca. 350°C unter Neutronenbestrahlung konzipiert ist. Die höhere Festigkeit geht mit einer nur leicht geringeren Wärmeleitfähigkeit gegenüber dem reinen Kupfer einher. Fein und homogen verteilte Ausscheidungen bilden Hindernisse gegen Versetzungsbewegungen und steigern somit die Festigkeit. Bei höheren Temperaturen (>350°C) agglomerieren die feinverteilten Präzipitate jedoch zunehmend zu größeren Teilchen, wodurch sich die Festigkeit des CuCrZr stark verringert [30, 67, 68].

Die wesentlichen strahlungsinduzierten Schädigungsmechanismen in Kupfer und Kupferlegierungen sind verstärktes Kriechen, Versprödung bei Temperaturen unter 150°C und Schwellen [29]. Beim Schwellen handelt es sich um eine starke Volumenzunahme des bestrahlten Materials. Diese Art der Schädigung ist für reines Kupfer sehr viel stärker ausgeprägt als für dispersionsgehärtete oder ausscheidungsgehärtete Kupferlegierungen wie CuCrZr [29]. Im Allgemeinen verschlechtern sich die Eigenschaften mit höheren

Strahlungsdosen, da sich mehr Gitterfehler bilden. Eldrup und Singh [28] zeigten diesen Zusammenhang anhand von Messungen der elektrischen Leitfähigkeit und untersuchten das Ausheilungspotential verschiedener Cu-Legierungen bei anschließendem Auslagern unter erhöhter Temperatur.

Von Vorteil ist die Ausscheidungshärtung im CuCrZr weiterhin im Zusammenhang mit der Verbindungstechnik zum PFM (Wolfram). Beim Löten bzw. Elektronenstrahlschweißen entstehen lokal Temperaturen, die dispersionsgehärtete Kupferverbindungen irreparabel schädigen. In CuCrZr kann die Ausscheidungshärtung jedoch durch wiederholtes Auslagern wieder eingestellt werden, was mit einem nur geringen Festigkeitsabfall einhergeht [35, 67-69].

ITER ist für einen gepulsten Experimentbetrieb ausgelegt, d.h. es wird einzelne Plasma-Entladungen geben, die je nach Konfiguration von einigen Minuten bis zu über 30 min lang sein können. Inklusiv der Abkühlung wird die Einsatzzeit für die Wärmesenke entsprechend kurz sein. Für diese Auslegungskriterien ist die CuCrZr Legierung ausreichend [68]. In einem kommerziellen Fusionskraftwerk wird jedoch ein Dauerbetrieb angestrebt, wodurch sich die Materialanforderungen für die Wärmesenke auf eine möglichst hohe Einsatztemperatur mit entsprechender Zeitstandfestigkeit konzentrieren. Diese sollen im Demonstrationskraftwerk *DEMO* erreicht werden.

Für ein wassergekühltes Divertor-Design (Flachziegel-Design, Abb. 1-2) sind Kupferlegierungen beim aktuellen Entwicklungsstand ein viel versprechender Kompromiss zwischen Leistungsfähigkeit und der Umsetzung eines relativ einfachen Designs.

Die mechanischen Belastungen innerhalb der Wärmesenke sind vor allem durch unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten der beteiligten Materialien induziert. Als Plasma-Facing-Material (PFM) im höchstbelasteten Divertorbereich ist aktuell Wolfram für *ITER* sowie für *DEMO* vorgesehen. Die Wärmesenke besteht im konventionellen Flachziegel-Design aus CuCrZr, was durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten beider Materialien ($\alpha_{\text{CuCrZr}} = 17 \cdot 10^{-6} \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ [27]; $\alpha_{\text{Wolfram}} = 4,5 \cdot 10^{-6} \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ [22]) im Kontaktbereich zu erheblichen Spannungen unter Wärmelast führt. Unter weiterer Verwendung von CuCrZr als Wärmesenkenmaterial muss der Grenzbereich zum PFM verstärkt werden. Für die Bestandteile und den Aufbau des CuMMCs ergeben sich daraus folgende Anforderungen:

Faser:

Sie muss als Verstärkungselement eine möglichst hohe Festigkeit und Steifigkeit besitzen. Aus den mechanischen Anforderungen für das CuMMC ergibt sich ein nötiger Faservolumenanteil (V_f), der in direktem Verhältnis mit Faserfestigkeit und Wärmeleitfähigkeit steht. Es gilt, je höher die Faserfestigkeit desto kleiner der nötige Faservolumenanteil und desto größer die erreichbare Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs. Die Faserfestigkeit wird durch Einzelfaserzugversuche validiert (Kapitel 4.2 und 5.3).

Faser-Matrix-Anbindung:

Die Faserfestigkeit gibt nur eine maximal erreichbare Verstärkungswirkung wieder. Entscheidend für die Ausnutzung der Verstärkungswirkung ist die Anbindung zwischen Faser und Matrix durch die Grenzfläche (Kapitel 2.2 und 3.3). Für die verwendeten Fasertypen wurden zwei verschiedene Grenzflächensysteme untersucht und ihre Eignung mit Einzelfaser-Push-Out-Versuchen validiert (Kapitel 4.3 und 5.4).

SiC unter Fusionsbedingungen:

Siliziumcarbid ist für die Anwendung unter Fusionsbedingungen durchaus geeignet und wird weiterhin als mögliches Strukturmaterial in Betracht gezogen (SiC_f/SiC) [70-76]. Neben der hohen Festigkeit und Steifigkeit der Verbindung ist SiC vor allem unter radiologischen Gesichtspunkten geeignet [77, 78]. Es zeigt vergleichsweise niedrige Aktivierbarkeit unter Neutronenstrahlung und kaum Schwellen bei hohen Temperaturen ($>900^\circ\text{C}$) [79]. Im CuMMC muss gewährleistet sein, dass keine Degradierung des SiC durch Reaktionsprozesse mit anderen beteiligten Elementen erfolgt.

Faseraufbau:

Hier sind vor allem CVD-abgeleitete-SiC-Fasern kritisch zu betrachten. Diese Monofilamente sind aus meist mehreren radialen Schichten mit teilweise unterschiedlichen Materialien aufgebaut. Unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten können hier – je nach Anwendungs- bzw. Herstellungstemperaturen – zu hohen Spannungen und möglicherweise Schädigungen der Faser führen. Viele CVD-SiC-Fasern verwenden eine Kohlenstoffschicht an der Oberfläche, um die Anbindung an die Matrix zu erleichtern (meist Titan) und eine Diffusionsbarriere gegenüber dem Faserinneren (SiC) zu schaffen [56, 80-83]. Für die Anwendung unter Neutronenbelastung im Fusionsreaktor kann diese Kohlenstoffschicht ein Problem darstellen. Vor allem in Schichten aufgebauter Kohlenstoff, auch bekannt als Graphen, zeigt unter Neutronenstrahlung extremes Schwellen [84-88], wodurch die mechanischen Eigenschaften stark herabgesetzt werden. Im Grenzflächenbereich der Faser-Matrix hat dies wahrscheinlich ebenfalls sehr negative Auswirkungen auf die Faser-Matrix-Anbindung. Für die Kombination mit Kupfer ist Kohlenstoff ebenfalls nicht geeignet, da beide Elemente keine stabilen Mischphasen ausbilden (Abb. 3-6).

2.6 CuMMC Simulation

Die Berechnung von Kompositen mit komplexer Architektur, wie beispielsweise irregulär ausgerichteten Fasereinschlüssen, unter mehraxialen oder kombiniert thermomechanischen Belastungsfällen stellen hohe Anforderungen an die Simulation. Für möglichst exakte Ergebnisse wären oft 3-dimensionale numerische Berechnungen nötig, die sich auf ein mikromechanisches Ersatzmodell in Form einer Einheitszelle berufen. Dies erfordert entsprechend hohe Rechenleistung, verbunden mit teilweise erheblichen Kosten.

Da Kompositmaterialien bereits vielfältige Anwendung erfahren (Kapitel 2.1), ist vor allem für die Auslegung von strukturellen Bauteilen eine effiziente Lösung von Berechnungsproblemen mit kostengünstigeren, analytischen Verfahren anzustreben. Dabei müssen die Simulationslösungen natürlich die Realität adäquat abbilden können.

Eine der meist verbreiteten Theorien zur Simulation von Kompositen im elastischen Belastungsfall ist die *Eshelby*-Theorie, auf deren Basis eine Reihe von mechanischen Modellen entwickelt wurden [89, 90]. Die Grundannahme besteht darin, dass ein Komposit aus verschiedenen Materialien besteht, die jeweils unterschiedliche Steifigkeiten besitzen. Dieser Unterschied führt bei Belastung zu entsprechenden Spannungen innerhalb des Komposits, wobei die Belastungen sowohl mechanisch als auch thermisch induziert sein können. Neben dem Steifigkeits- bzw. Ausdehnungskoeffizientenunterschied der Komponenten geht weiterhin die Form der Verstärkungselemente in die Spannungsberechnung ein. Die *Eshelby*-Theorie verwendet zur Formbeschreibung der

Verstärkungskomponenten ein Ellipsoid, in dem die Spannungen homogen verteilt sind. Das Ellipsoid wird über sein Aspektverhältnis beschrieben, wonach Wert 1 einem runden Partikel entspricht. Ab einem Wert von ca. 1000 entspricht die Form einer kontinuierlichen Faser. Wirken Spannungen auf das MMC kommt es zu Deformationen innerhalb der Matrix und des Verstärkungselements. Für die Beschreibung dieser Deformationen und der zugehörigen Spannungsfelder nutzt die *Eshelby*-Theorie den Sonderfall eines verformten Ellipsoids. Bleibt die Ellipsoidform nach der Verformung erhalten, können Spannungen und Dehnungen analytisch berechnet werden. Die *Eshelby*-Theorie kann somit den Spannungstransfer zwischen Matrix und eines einzelnen Verstärkungselements sehr gut beschreiben. Für eine detaillierte Einführung in die Theorie wird hier auf die Literatur verwiesen [89, 91].

Für geringe Faservolumenanteile ($V_f < 5\%$) und elastische Belastungsfälle führt die *Eshelby*-Theorie zu hinreichend guten Resultaten für thermische und mechanische Beanspruchungen [89]. Mit steigendem V_f nimmt die Genauigkeit jedoch deutlich ab, da benachbarte Fasern die Randbedingungen der Matrix zunehmend beeinflussen. Hinzu kommt, dass reale Verstärkungselemente zum Teil stark von der elliptischen Form abweichen (beispielsweise zylindrische Fasern). Dies führt bei lokalen Spannungen zu erheblichen Abweichungen zwischen Theorie und Praxis [89]. Mit der *Eshelby*-Theorie ist daher keine makroskopische Berechnung von Kompositen mit signifikantem V_f möglich.

Um den Einfluss benachbarter Verstärkungselemente und die Entwicklung des Spannungsfeldes zwischen ihnen beschreiben zu können, wurde in der Folge eine Spannungsüberlagerung durch den „*background stress*“ eingeführt [92]. Basierend auf der Annahme, dass sich das Spannungsfeld in der Matrix bei großem V_f nicht vollständig entlasten kann, definiert der *background stress* das Ausmaß dieser Restriktion. Somit können Komposite mit mehreren Verstärkungselementen über V_f beschrieben werden. Diese Erweiterung der *Eshelby*-Theorie wurde als *Mean-Field*-Theorie von Mori und Tanaka [92] eingeführt.

Besonderheiten für CuMMC

Weiterführend ist die elastische *Mean-Field*-Theorie von Mori und Tanaka jedoch nicht geeignet, um das in dieser Arbeit im Fokus stehende CuMMC zu beschreiben. Die Limitierung hinsichtlich der rein elastischen Berechnung steht dabei im Gegensatz zu den starken plastischen Deformationen in Kupfer bei niedrigen Dehnungen [92-95]. Für eine realistische Beschreibung des CuMMCs muss daher ein komplexerer Ansatz verfolgt werden, welcher die plastische Deformation der Matrix einbezieht. Darüber hinaus ist für den Betriebsfall des CuMMCs ebenso von zyklischen Belastungen auszugehen. Diese führen in Metallen zu Ver- oder Entfestigungsmechanismen, welche die Spannungsverhältnisse im Material während des Betriebs kontinuierlich verändern. Für die Kupfermatrix des CuMMCs ist von einem solchen Verhalten auszugehen.

Zur Beschreibung der elasto-plastischen-Eigenschaften des CuMMCs, unter Berücksichtigung der Ver- bzw. Entfestigungsmechanismen, wird in dieser Arbeit die inkrementelle *Mori-Tanaka-Mean-Field-Homogenisierung* [92] verwendet. In Verbindung mit dem gekoppelten, nicht linearen isotrop-kinematischen-Stoffgesetz nach Frederick-Armstrong-Chaboche [96-98] sollen die Verfestigungsmechanismen in der Kupfermatrix unter zyklischer Belastung abgebildet werden können. Die *Mori-Tanaka-Mean-Field-Homogenisierung* setzt eine homogene Verteilung der Verstärkungselemente voraus, wonach die Spannungen in der Matrix gemittelt und als homogen verteilt über das MMC angenommen werden. Dies stellt eine erhebliche Vereinfachung des Rechenaufwands dar, führt aber zu erheblichen Einschränkungen für die Berechnung lokaler Spannungen. Für detaillierte Informationen wird wiederum auf die Literatur verwiesen [89, 92, 96-98].

Das gekoppelte isotop-kinematische-Stoffgesetz

Es folgt ein kurzer Einblick in die theoretische Beschreibung von plastischen Deformationen. Dabei wird kein Anspruch an Vollständigkeit gestellt, sondern im Besonderen das gekoppelte isotop-kinematische Modell betrachtet. Ausführlicher ist das Thema in der Literatur beschrieben [45, 89, 99].

Voraussetzung für plastische Deformation in Materialien ist das Überschreiten der Fließgrenze. Diese beschreibt das Spannungsniveau, ab dem neben elastischen auch plastische Deformationen im Material auftreten. Liegen Verfestigungsmechanismen im Material vor, entwickelt sich die Fließgrenze. Sie kann sich im Spannungsraum vergrößern (isotrope Verfestigung), verschieben (kinematische Verfestigung) oder beide Verhaltensweisen gekoppelt zeigen. Abb. 2-3a und c zeigen die isotrope und kinematische Verfestigung anhand einer einaxialen symmetrischen Belastung im Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Abb. 2-3b und d stellen die Entwicklung der Fließfläche vereinfacht im 2-dimensionalen Spannungsraum dar.

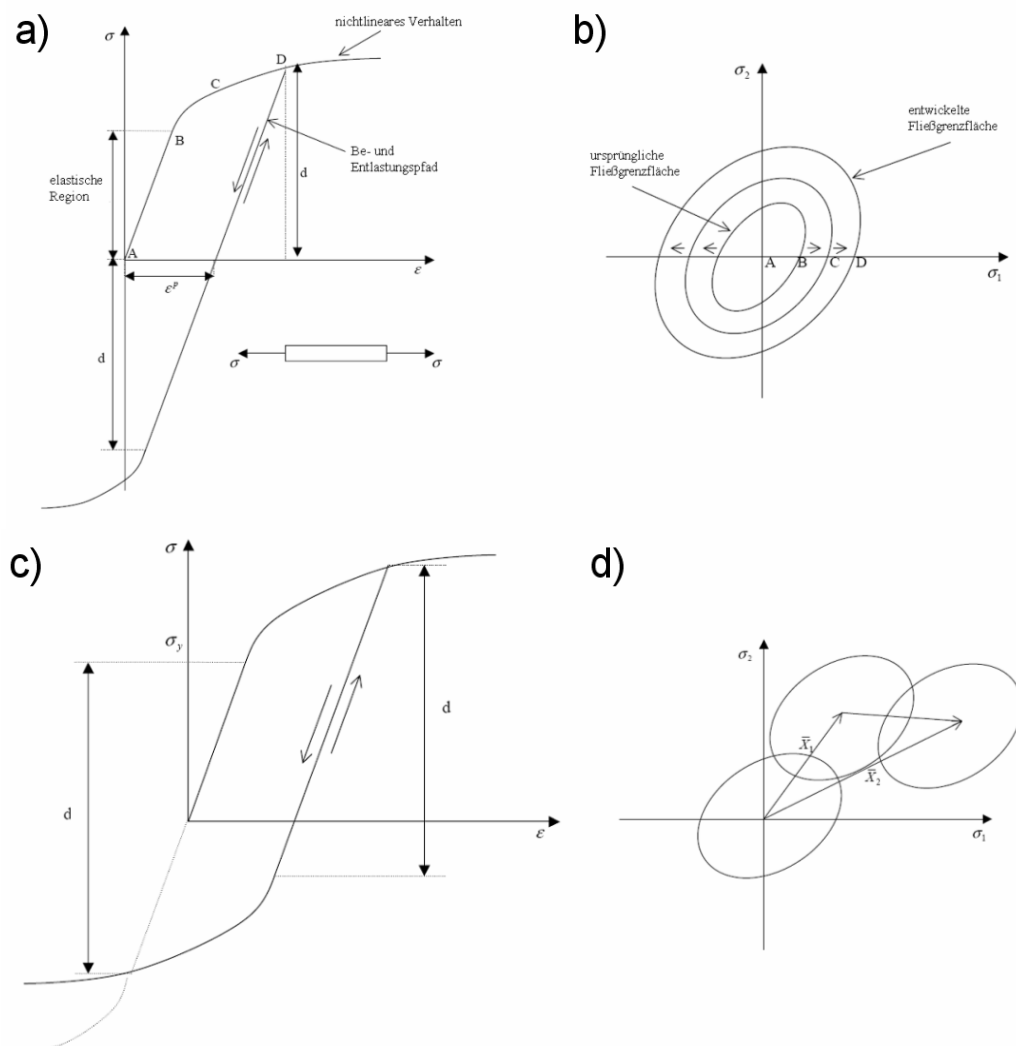


Abb. 2-3: isotrope und kinematische Verfestigungsmechanismen [100]
 a) einaxiale Belastung mit isotroper Aufhärtung;
 b) isotrope Entwicklung der Fließfläche im Spannungsraum;
 c) einaxiale Belastung mit Bauschinger-Effekt;
 d) kinematische Verschiebung der Fließfläche im Spannungsraum;

Die isotrope Entwicklung der Fließgrenze wird in Abb. 2-3a durch den Parameter d deutlich. Dieser vergrößert sich im Versuchsverlauf von Punkt A bis D (Abb. 2-3b). Bei kinematischer Verfestigung verschiebt sich der Parameter d hingegen (Abb. 2-3c), die Größe der Fließfläche bleibt konstant (Abb. 2-3d). Der große Vorteil einer kinematischen Materialbeschreibung liegt in der Abbildung des *Bauschinger-Effekts*, der auf dem „Verformungsgedächtnis“ des Materials beruht und vor allem in Metallen vorhanden ist. Wird das Material dabei in einer Richtung belastet und plastisch verformt, kommt es im Vergleich zur ursprünglichen Belastungsrichtung, in entgegengesetzter Belastungsrichtung bei einem betragsmäßig geringeren Spannungswert zur plastischen Verformung (Abb. 2-3c). Dieses Verhalten kann durch ein isotropes Stoffgesetz nicht abgebildet werden, da die Fließgrenze hier in alle Belastungsrichtungen symmetrisch wächst (Abb. 2-3b).

Mathematisch wird das Fließkriterium nach von Mises herangezogen [100] und die Verfestigung mit fortschreitender plastischer Dehnung ε_{pl} beschrieben.

Für das nichtlineare isotropische Verfestigungsgesetz gilt:

$$\sigma_e = \sigma_0 + Q \cdot \left[1 - e^{-b \cdot \varepsilon_{pl}} \right] \quad (2-3)$$

In Gleichung (2-3) steht σ_0 für die ursprüngliche Fließgrenze, Q beschreibt die maximale Sättigung der Fließspannung und b steht für die Änderungsrate mit der sich die Fließspannung unter plastischer Deformation verändert.

Für das nichtlineare kinematische Verfestigungsgesetz gilt:

$$\dot{\alpha} = \frac{C}{\sigma_e} (\sigma - \alpha) \dot{\varepsilon}_{pl} - \gamma \alpha \dot{\varepsilon}_{pl} \quad (2-4)$$

In Gleichung (2-4) beschreibt der backstress-Tensor α die Position der Fließfläche im Spannungsraum und $\dot{\alpha}$ seine Änderungsrate. Die Größe der Fließfläche wird wiederum durch σ_e bestimmt, die sich mit der plastischen Dehnrates $\dot{\varepsilon}_{pl}$ verschiebt. Die Konstante C ist das ursprüngliche kinematische Verfestigungsmodul und γ die Rate mit der das Verfestigungsmodul mit fortschreitender Dehnung abnimmt. Die zu bestimmenden Materialparameter zum gekoppelten isotrop-kinematischen Stoffgesetz sind somit: die Fließgrenze σ_0 , das isotrope Verfestigungsmodul Q , der isotrope Verfestigungsexponent b , das linear kinematische Verfestigungsmodul C und der kinematische Relaxationsparameter γ .

In dieser Arbeit soll der Versuch unternommen werden, mit Hilfe von experimentellen Versuchsergebnissen des hergestellten CuMMCs Parametersätze für das Stoffgesetz nach Frederick-Armstrong-Chaboche zu identifizieren. Zur Erhebung der Parametersätze dient die Materialsimulationssoftware Digimat MF (*e-xstream*), welche auf der *Mori-Tanaka-Mean-Field-Homogenisierung* basiert und das MMC in einer Einheitszelle betrachtet. Dadurch reduzieren sich die Rechenzeiten erheblich. Zum Vergleich der Ergebnisse wird zusätzlich die FEM-Software Abaqus (*DS Simulia*) verwendet, um anhand eines 3-dimensionalen Modells einer ausgewählten CuMMC-Probe den generierten Parametersatz zu überprüfen. Sowohl Digimat MF als auch Abaqus können das isotrop-kinematische Stoffgesetz verwenden.

3 CuMMC-Herstellung

Für die Herstellung des CuMMCs wurden zwei verschiedene Arten von SiC-Fasern verwendet, die sich in ihrem Aufbau und ihrer Herstellung grundlegend voneinander unterscheiden. Dies sind die Polymer-abgeleitete-Faser, welche sich zurzeit noch in der Entwicklung befindet, sowie die bereits kommerziell erhältliche Sigma SM1140+ Faser des Herstellers TISICS Ltd. (Farnborough, UK).

Beide Fasern wurden hinsichtlich ihrer Eignung für die CuMMC-Herstellung untersucht und miteinander verglichen.

3.1 Polymer-abgeleitete-Faser

Die Polymer-abgeleitete-Faser entstammt einer projektbezogenen Zusammenarbeit zwischen dem Fraunhofer Institut für Silicatforschung (ISC) in Würzburg und dem Max-Planck-Institut für Plasmaphysik (IPP) in Garching. Ziel der Kooperation war die Herstellung einer polymer-abgeleiteten SiC-Faser und die Untersuchung ihrer Anwendungsmöglichkeiten in einem CuMMC. Das herzustellende Komposit sollte als Wärmesenkenmaterial in späteren Fusionskraftwerken Anwendung finden.

Für das CuMMCs wurden folgende Ansprüche an die Faser gestellt:

- ein möglichst runder Querschnitt und geradlinige Faserform
- homogene Faserfestigkeit, möglichst nah an den bekannten Vergleichswerten von CVD abgeleiteten SiC Fasern (z.B. SCS0-Faser von Specialty Materials Inc.; R_m ca. 2100 MPa [57])
- Durchmesser größer 100 μm
- reproduzierbare Faserfestigkeit

Innerhalb der Zusammenarbeit entfiel der Faserherstellungsprozess in den Aufgabenbereich des ISC, während die anschließende Fasercharakterisierung und Kompositherstellung am IPP durchgeführt wurden und im Rahmen dieser Arbeit detailliert behandelt werden.

Herstellung

In Vorarbeiten am ISC wurde eine Spinnapparatur für die Faserherstellung im Labormaßstab aufgebaut und verschiedene Precursorsysteme untersucht. Diese sollten spinnfähig sein und nach der Pyrolyse in der Faser ein möglichst annähernd stöchiometrischen Si-C Verhältnis von 1:1 herstellen. Die Faserherstellung wurde bereits in [101] wie folgt beschrieben:

„Die Herstellung der Polymer-abgeleiteten-Fasern erfolgte über das Trockenspinverfahren aus polymeren Vorstufen. Die Disilan-Fraktion der Müller-Rochow-Synthese diente dabei als Ausgangsprodukt für die Polymersynthese. Zuerst erfolgte die Reinigung der Disilan-Fraktion mittels Destillation bei Temperaturen oberhalb von 150°C. Im Anschluss daran wurde eine Disproportionierung mit Phenyltrichlorsilan und N-Methylimidazol als Katalysator durchgeführt, bei Temperaturen von circa 220°C. Dabei wurden verschiedene Methylchlor-Oligosilane gewonnen. Die Oligosilane wurden dann nach Substitution des chemisch gebundenen Chlors mittels Dimethylamin sowie Abtrennung des dabei ausgeschiedenen Salzes bei Temperaturen um 300°C über einen thermischen Verfahrensschritt vernetzt, wodurch ein Polysilan/Polycarbosilan-Copolymer entsteht. Dieses Copolymer hat die besondere Eigenschaft, dass es nicht mehr schmelzbar, aber noch in verschiedenen Lösemitteln löslich ist. Dieser Umstand wird für das Trockenspinverfahren genutzt, indem eine spinnfähige Masse durch Lösung in Toluol hergestellt wird. Die verwendeten Lösungen enthielten circa 70 Gew.-% Copolymer, wobei die rheologischen

Eigenschaften der Copolymer-Toluol-Lösung durch Entfernung des Lösemittels unter Vakuum gezielt angepasst werden können.“

In Abhängigkeit von Toluolanteil und Vernetzungsgrad im Copolymer variiert die Viskosität der Spinnlösung. Dies hat direkten Einfluss auf das Spinnverhalten der Lösung im Hinblick auf die Verstreckung der Faser während des Spinnens durch ihr Eigengewicht sowie die Schwindung bei anschließender Trocknung. Beides beeinflusst wiederum den Faserquerschnitt. Um den hier zum Ziel gesetzten Durchmesser von mehr als 100 μm zu erreichen, wurden die Spinnlösungen typischerweise auf Viskositäten von über 600 Pas eingestellt und durch eine 1-Lochdüse ($\varnothing=150 \mu\text{m}$) versponnen. Das gesponnene Monofilament wurde 300 mm unterhalb der Spinn Düse auf einem computergesteuerten Kreuztisch kontrolliert abgelegt und nach der Trocknung in einem Rohrofen unter Ar oder N_2 -Atmosphäre bei Temperaturen bis zu 1200°C pyrolysiert. Dabei kommt es durch Abspaltung von organischen Bestandteilen zur Keramisierung des Polymer-Filaments. Weitere Informationen zur Prozessführung sind in [101, 102] zu finden.

Während der Prozessoptimierung wurden im Besonderen die Einflüsse von Spinnlösungsviskosität, Trocknungszeit und Faserlage während der Pyrolyse deutlich. Sie sind maßgebend für Form und Festigkeit der Faser. Die ersten Chargen der Polymer-abgeleiteten-Faser wiesen aufgrund der großen Dicke und ungleichmäßiger Trocknung einen Nieren- bzw. elliptischen Querschnitt auf.

Der prinzipielle Ablauf der Faserherstellung ist in Abb. 3-1 beschrieben. Den Aufbau zeigt Abb. 3-2.

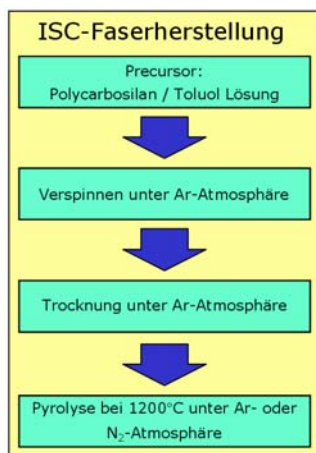


Abb. 3-1: ISC Herstellungsrout

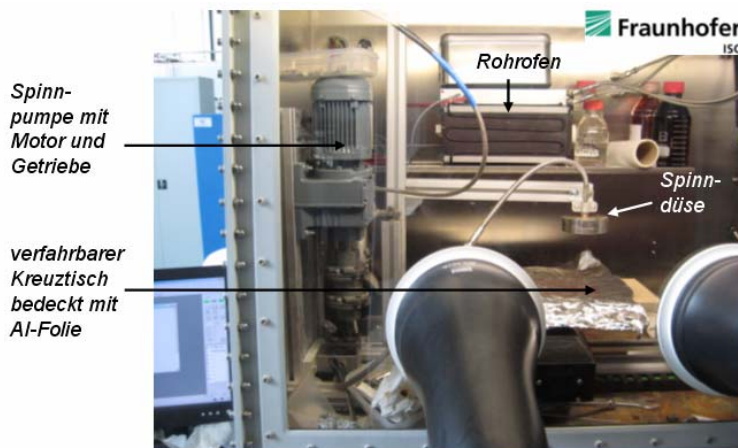


Abb. 3-2: ISC Laboraufbau Faserherstellung

Nach der Aufbereitung eines Copolymer-Toluol-Gemisches wird die gesamte Herstellung unter Inertgasatmosphäre (hier: Argon) durchgeführt. Im Labormaßstab geschieht dies in einer Handschuhbox, welche mit einer Schleuse versehen ist, um die Fasern vor der Pyrolyse für mehrere Tage unter Schutzgasatmosphäre trocknen zu können. Bedingt durch die Lage bei Trocknung und Pyrolyse wurden die Fasern zum Teil stark verdreht und lagen nicht perfekt gerade vor. In einer technischen Anlage ist dies nicht der Fall, da der Prozess vertikal übereinander aufgebaut ist und die Fasern während der Trocknung gestreckt und anschließend auf Spulen gewickelt werden. Dennoch konnte die Faserform kontinuierlich verbessert werden, wodurch in den letzten untersuchten Chargen gerade Fasersegmente von ca. 10 cm Länge vorlagen.

Die sukzessiven Verbesserungen der Faserfestigkeit und Geometrie sind in den Ergebnissen in Kapitel 5.1 dokumentiert.

3.2 Sigma SM1140+ Faser

Die Sigma SM1140+ Faser von *TISICS Ltd.*, wurde vor allem für den Einsatz in Titanmatrixwerkstoffen entwickelt und bezüglich dieser Anwendung eingehend untersucht [81, 82, 103]. Ihr Aufbau ist schematisch in Abb. 3-3 dargestellt. Die Morphologie der Sigma SM1140+ Faser wurde von Cheng et al. [81] sehr ausführlich untersucht.

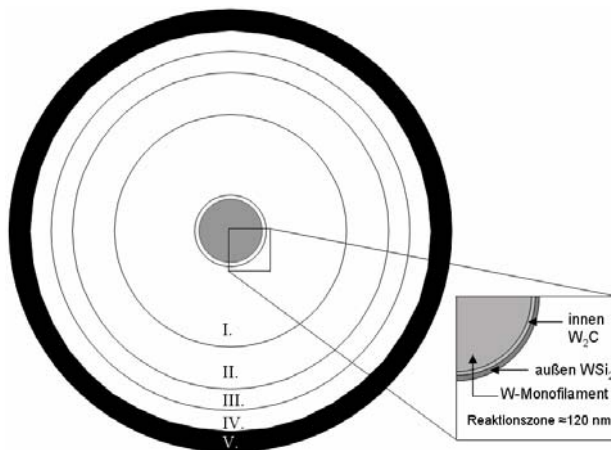


Abb. 3-3: Schematischer Aufbau Sigma SM1140+ [81]

	Material	Dicke [µm]
Kern	Wolfram	15
Reaktionszone	W ₂ C und WSi ₂	0,12
I.	grobes β – SiC	20
II.	Faserachsen orientiertes β – SiC innen	10
III.	feines β – SiC	5
IV.	Faserachsen orientiertes β – SiC außen	5
V.	Kohlenstoffschicht	5
	Faser gesamt	105

Tab. 3-1: strukturelle Zusammensetzung Sigma SM 1140+ [81]

Die Morphologie der Faser wird durch zwei separate CVD-Schritte bestimmt und setzt sich aus den in Tab. 3-1 beschriebenen Regionen zusammen. Zunächst wird das SiC auf einem Wolfram-Monofilament (\varnothing ca. 15 µm) abgeschieden, bis das Filament einen Durchmesser von 95-97 µm erreicht. Da die Anwendung der Faser vor allem für eine Titanmatrix ausgelegt ist, folgt die Abscheidung einer haftenden Kohlenstoffschicht auf die Faseroberfläche. Der gesamte Prozess ist in der Literatur [81] detaillierter beschrieben.

Innerhalb der Faser existieren vier β – SiC Schichten, die sich in ihrer Korngröße und –orientierung unterscheiden. Die Regionen I und III weisen kolumnare Körner auf, deren Längsachse in radialer Richtung zur Faser orientiert ist. Ihre Korngrößen liegen im groben Bereich I bei 50-400 nm und im feinen Bereich III bei unter 20 nm. In den Regionen II und IV sind die SiC-Körner hingegen sehr viel feiner (10-20 nm) und weisen keine Texturierung auf. Darüber hinaus ist in beiden Bereichen freies Silizium zu finden. Die abschließende Kohlenstoffschicht ist turbostratisch [81], d.h. die einzelnen Graphenebenen sind zwar äquidistant und parallel zueinander, können aber gleichzeitig zueinander verdreht oder verschoben sein. Im Gegensatz zu den vergleichbaren SCS6 Fasern (*Specialty Materials Inc.*) ist die Kohlenstoffschicht nicht mit SiC dotiert [81, 104].

Für höhere Anwendungstemperaturen (>1000°C) konnte von Smith [105] die verstärkte Bildung von WC₂ im Bereich des Kern-SiC Übergangs nachgewiesen werden. Dies führt zur Versprödung in diesem Bereich und damit zur Festigkeitsreduktion der Faser.

3.3 Zwischenschichtanbindung Faser-Matrix

Zur Faserverstärkung von Kupfer mittels SiC-Fasern wird eine sehr gute Anbindung zwischen Faser und Matrix benötigt, um eine möglichst hohe Festigkeit im CuMMC zu erzielen.

Für die hier beschriebene CuMMC-Herstellung werden chemische Verbindungen als Haftvermittler zwischen Faser und Matrix verwendet. Diese werden durch physikalische Gasphasenabscheidung (PVD, Sputtern) auf die Faseroberfläche aufgebracht. Eine anschließende Wärmebehandlung führt zur chemischen Reaktion und der Ausbildung der Haftvermittler zwischen Faser und Matrix. Je nach Faser- bzw. Oberflächenmaterial muss die Zwischenschicht angepasst werden. Für die Herstellung des CuMMCs aus den bereits vorgestellten Fasern (Kapitel 3.1 und 3.2) müssen ebenfalls zwei verschiedene Zwischenschichtsysteme abgeschrieben werden. Je nach Komplexität des Zwischenschichtsystems werden mehr oder weniger Targetelemente benötigt, weshalb zwei unterschiedliche PVD-Sputteranlagen verwendet wurden (für Polymer-abgeleitete-Fasern: *Leybold Systems UNIVEX 450B* mit 5 Kathoden; für Sigma-Fasern: *DENTON Vacuum Discovery 18* mit 3 Kathoden). In beiden Systemen dient Argon als Prozessgas. Die Targetoberfläche hat für alle verwendeten Elemente eine Größe von 41,6 cm². Die Fasern werden in aufrechter Position auf einen Rahmen geklebt. Der rotierende Substratteller stellt eine von allen Seiten gleichmäßige Beschichtung sicher.

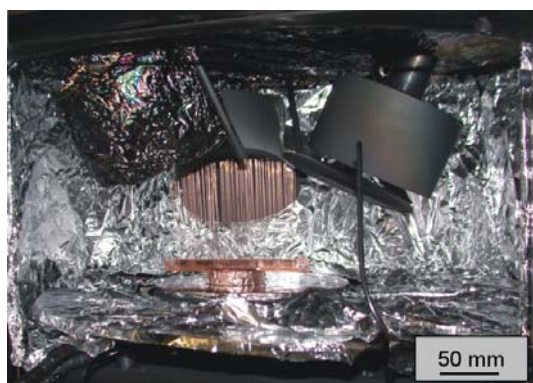


Abb. 3-4: Faserbeschichtung in Denton Sputteranlage

3.3.1 Polymer-abgeleitete Faser

Die Polymer-abgeleitete-Faser besteht aus SiC mit C-Überschuss, wodurch für ihre Anbindung an die Cu-Matrix das von Köck erarbeitete Ti-Ta-C Zwischenschichtsystem Anwendung finden kann [42, 57].

Die Beschichtung der Fasern erfolgte in einer Magnetron-Sputteranlage (Leybold Systems UNIVEX 450B; 5 Kathoden) in einem Durchlauf ohne Belüftung zwischen den einzelnen Materiallagen. Der schematische Aufbau des Schichtsystems (Abb. 3-5), sowie die Prozessparameter (Tab. 3-2) sind folgend beschrieben.

Der komplexe Schichtaufbau ist nötig, um eine gute Haftung zwischen SiC und Cu zu ermöglichen. Im für das CuMMC relevanten Temperaturbereich (20-650°C) geht SiC keine chemische Reaktion mit Kupfer ein [42, 106, 107]. Die Anbindung zwischen Faser und Matrix beruht in diesem Fall auf rein mechanischer Verzahnung und ist entsprechend schwach. Daher muss ein gradiertes Schichtsystem eingeführt werden (Abb. 3-5), in dem Tantal mit der Faseroberfläche TaC und TaSi₂ Verbindungen ausbildet und Titan mit der Cu-Matrix zu Cu₄Ti reagiert [42]. Im Übergangsbereich sind TiC und TaC zu finden.

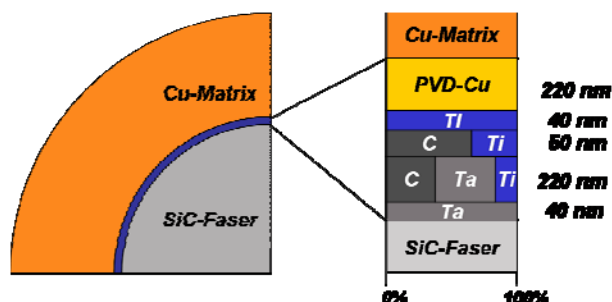


Abb. 3-5: schematischer Aufbau Ti-Ta-C Zwischenschichtsystem

Köck führte diese Zwischenschichtentwicklung an CVD abgeschiedenen SCS0 Fasern (*Specialty Materials Inc.*) durch, welche ebenfalls über eine reine SiC Oberfläche verfügen. Zur Überprüfung der Leistungsfähigkeit seiner entwickelten Zwischenschicht für die Kupferverstärkung mit Polymer-abgeleiteten-Fasern werden Einzelfaser-Push-out-Versuche herangezogen (Kapitel 4.3 und 5.4).

Tab. 3-2: Abscheideparameter für Ti-Ta-C Zwischenschicht; Kathodenfläche: 41,6 cm²

Schritte	Ar [sccm]	Druck [mbar]	Zeit [min]	Bias Leistung [W]	Leistung [W] für Kathode (Element) / Mode			
					1 (Cu) / DC	2 (Ti) / DC	3 (Ta) / DC	4 (TiC) / RF
1. Ar-Ionenätzen	100	$5,7 \cdot 10^{-3}$	5	50	---	---	---	---
2. Ta-Schicht	110	$6,3 \cdot 10^{-3}$	3	30	---	---	300	---
3. Ta-TiC-Schicht	110	$6,3 \cdot 10^{-3}$	35	30	---	---	94	300
4. TiC-Schicht	110	$6,3 \cdot 10^{-3}$	25	30	---	---	---	300
5. Ti-Schicht	80	$4,7 \cdot 10^{-3}$	5	---	---	300	---	---
6. Cu-Schicht	80	$4,7 \cdot 10^{-3}$	7	---	300	---	---	---

3.3.2 Sigma-Faser

Die Faseroberfläche der Sigma-Faser besteht aus Kohlenstoff, welcher nicht in Kupfer löslich ist. Es bilden sich keine stabilen Mischphasen aus (Abb. 3-6), wodurch bei dieser Faser-Matrix Kombination eine Zwischenschicht nötig wird.

Analog dem von Paffenholz beschriebenen Vorgehen zur Kupferverstärkung mit SCS6-Fasern (*Specialty Materials Inc.*) [44], welche ebenfalls über eine Kohlenstoffoberfläche verfügen, wurde auf die Sigma-Fasern eine ca. 200 nm dicke Titanschicht aufgebracht. Dieses Vorgehen wurde ursprünglich bereits von Popescu [43] beschrieben.

Die Faserbeschichtung erfolgte für die Sigma-Fasern in der Denton Sputteranlage (Discovery 18, Denton Vacuum), da für die Zwischenschicht nur zwei Target-Elemente nötig sind.

Die chemische Verbindung auf der Faserseite erfolgt durch TiC, das durch TEM-Aufnahmen an vergleichbaren Stoffsystemen von Brendel et al. [55] nachgewiesen werden konnte.

Zur Matrix erfolgt die Anbindung wiederum durch die Mischphase Cu₄Ti [55].

Tab. 3-3: Abscheideparameter für Ti-Zwischenschicht; Kathodenfläche: 41,6 cm²

Schritte	Ar [sccm]	Druck [mbar]	Zeit [min]	Bias Leistung [W]	Leistung [W] für Kathode (Element) / Mode	
					1 (Cu) / DC	2 (Ti) / DC
1. Ar-Ionenätzen	25	$4,3 \cdot 10^{-3}$	2	200	---	---
2. Ti-Schicht	25	$4,3 \cdot 10^{-3}$	20	---	---	300
3. Cu-Schicht	25	$4,3 \cdot 10^{-3}$	10	---	300	---

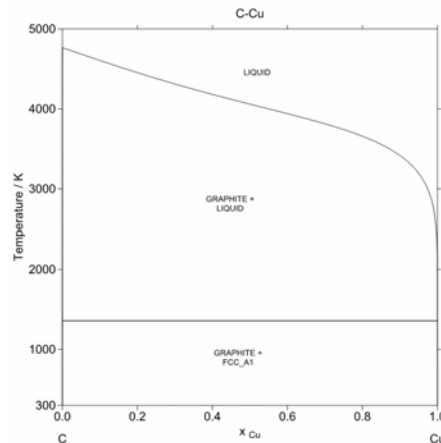


Abb. 3-6: Phasendiagramm C-Cu [108]

3.4 Herstellungsschritte des Komposits

Wie in Kapitel 3.3 beschrieben wurde, ist der erste Schritt der CuMMC-Herstellung die PVD-Beschichtung der Filamente mit der entsprechend nötigen Zwischenschicht. Der gesamte Prozess zur Herstellung von unidirektional faserverstärktem CuMMC setzt sich aus folgenden Schritten zusammen:

1. PVD Abscheidung der Zwischenschicht auf die Faseroberfläche (Kapitel 3.3)
2. galvanische Beschichtung der Fasern im CuSO₄-Bad:
Die Dicke der galvanischen Kupferschicht definiert den Faservolumenanteil V_f des späteren Komposits.
3. Wärmebehandlung der Fasern zum Ausgasen des im Cu gebundenen Wasserstoffs und zur Anregung der Zwischenschichtreaktionen (Bildung TiC, TaSi₂ bzw. Cu₄Ti). Abb. 3-7a zeigt den Temperatur-Zeitverlauf dieser ersten Wärmebehandlung.
4. Ätzen der Faseroberfläche zur Entfernung der Oxidschicht. Die Bestandteile des Säuregemischs sind 55% Phosphorsäure, 25% Essigsäure und 20% Salpetersäure. Anschließend Reinigung mit Aceton im Ultraschallbad. Um eine neuerliche Oxidschichtbildung zu begrenzen, wurde direkt mit Schritt 5 fortgefahren.
5. Anordnung der Fasern in der Kapsel (à 130-360 Fasern, Abb. 3-7b) bestehend aus sauerstofffreiem Kupfer (CW008A, [109]). Die fertigen Kapseln wurden für den Transport zum nächsten Prozessschritt vakuumverschweißt.
6. Elektronenstrahlverschweißung der Kapseln unter Vakuum (Firma Louis Renner GmbH, Dachau).
7. Heißisostatisches Pressen (HIPen) der Kapseln zur Konsolidierung des CuMMCs innerhalb der Kapsel (EADS; Ottobrunn).
8. Probenherstellung (Beispiel Zugversuchsprobe Abb. 3-7c)

Die Verwendung von reinem Kupfer im Komposit stellt einen Kompromiss bezüglich der Herstellung der Matrix dar. CuCrZr Legierungen sind bereits als Wärmesenken in Fusionsexperimenten im Einsatz, die sich für Einsatztemperaturen bis 300°C bewährt haben und daher als Matrixmaterial denkbar wären. Untersuchungen für dieses Stoffsystem wurden bereits von Peters publiziert [69].

Aus Mangel an einem effizienten und kostengünstigen Beschichtungsverfahren mit hohen Abscheideraten zur Legierungsherstellung wurde die galvanische Cu-Abscheidung als

Alternative gewählt. Dieses Vorgehen liefert eine schnelle, kostengünstige, homogene und dichte Abscheidung des Matrixmaterials.

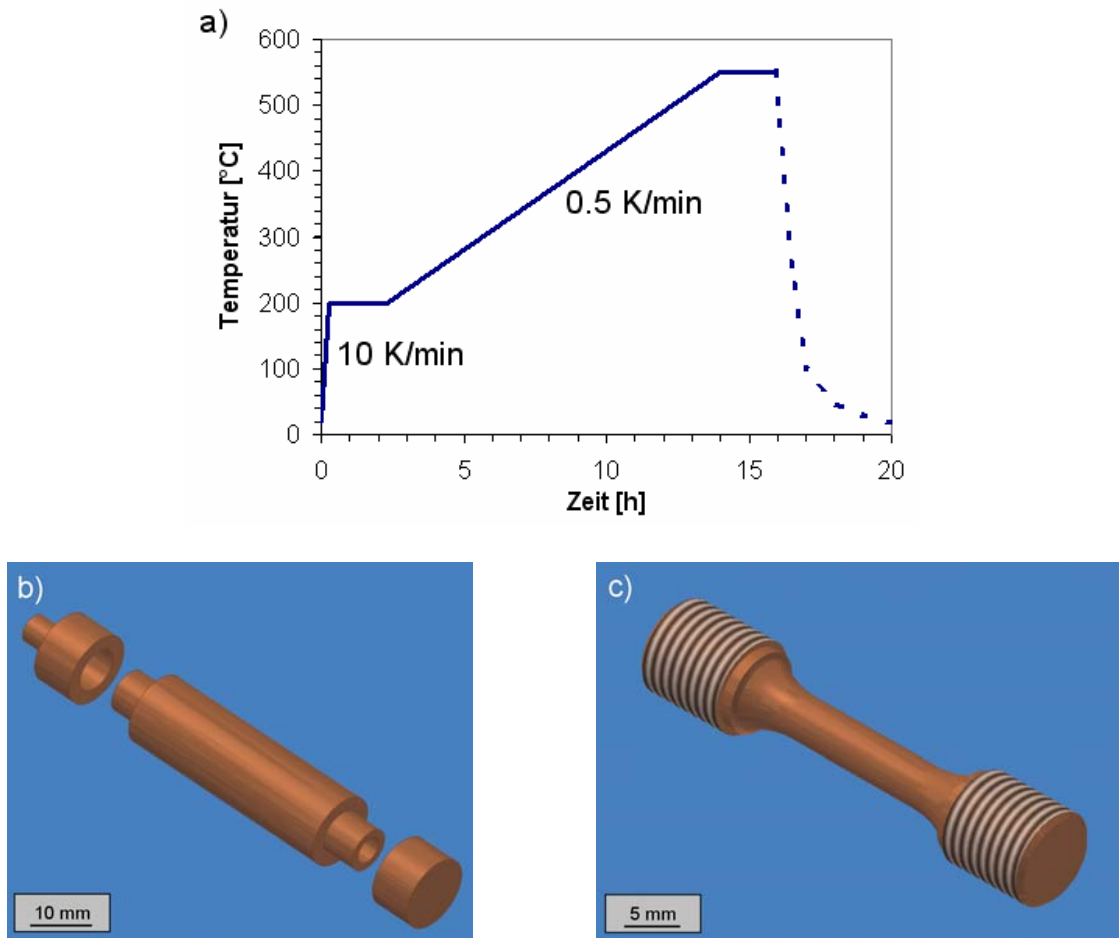


Abb. 3-7: a) Temperatur-Zeitverlauf der Wärmebehandlung zum H₂-Ausgasen; b) Cu-Kapsel in Explosionsdarstellung c) CuMMC Zugversuchsprobe

4 Experimentelle Methoden

Wie bereits in den Grundlagen der metallischen Verbundmaterialien geschildert (Kapitel 2), sind die Faserfestigkeit sowie die Faser-Matrix-Anbindung für die Verstärkungswirkung von entscheidender Bedeutung. Die Charakterisierung befasst sich demnach mit der Bestimmung der Einzelfaserfestigkeiten in Abhängigkeit von der zur Herstellung des CuMMC benötigten Prozessschritte (Kapitel 4.2). Hinzu kommt die Validierung der eingeführten Zwischenschichtsysteme (Kapitel 3.3) durch Faser-Push-Out-Versuche (Kapitel 4.3). Zusätzlich wurde die Härte der verwendeten Fasertypen durch Mikroindentation bestimmt (Kapitel 5.2). Basierend auf diesen Ergebnissen wurde ein CuMMC mit Sigma SM1140+ Fasern hergestellt und hinsichtlich seiner mechanischen und thermischen Eigenschaften charakterisiert. Die mechanische Charakterisierung erfolgte durch Zugversuche (Kapitel 4.4) sowie zyklische, dehnungsgeregelte Versuche (Kapitel 4.4.2) mit gekoppelter Schallemissionsmessung, um Informationen über Versagensmechanismen im CuMMC zu gewinnen (Kapitel 4.4.1). Die thermische Charakterisierung bestand aus Temperaturleitfähigkeitsmessungen mit anschließender Wärmeleitfähigkeitsbestimmung parallel und transversal zur Faserverstärkungsrichtung (Kapitel 4.5). Abschließend wurde das CuMMC durch *Auslagerung* bei 550°C für 400 h realistischen Einsatzbedingungen ausgesetzt, um deren Einflüsse auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften zu untersuchen (Kapitel 4.6). Wesentlicher Bestandteil aller Charakterisierungen ist die Mikroskopie (Kapitel 4.1), welche zur Untersuchung von Schadensmechanismen auf Bruchflächen oder in Querschliffen als bildgebendes Verfahren unersetzbar ist.

4.1 Mikroskopie

Zur Untersuchung von Bruchflächen und Querschliffen auf Einzelfasern und CuMMC-Proben wurden verschiedene Lichtmikroskope (*Olympus BX 60M*, *Olympus LEXT OLS4000*) verwendet, mit denen maximale Auflösungen von ca. 300 nm möglich sind. Limitierend wirkt sich jedoch die begrenzte Tiefenschärfe (ca. 1-2 μm) dieser Mikroskope aus. Speziell bei Aufnahmen von Bruchflächen mit stark strukturierter Oberfläche stoßen Lichtmikroskope daher schnell an ihre Einsatzgrenzen.

Für kleinere Vergrößerungen (bis 100x) stand alternativ ein Laser-Scanning-Mikroskop (LSM; *Olympus LEXT OLS 4000*) zur Verfügung, welches einen Höhenunterschied von 20 nm bis zu einigen Millimetern auf der Probe auflösen kann, indem diese durch einen Laser in verschiedenen Fokusebenen abgetastet wird.

Für höhere Vergrößerungen konnten zwei verschiedene Rasterelektronenmikroskope (REM) eingesetzt werden, die Auflösungen von 1 bzw. 6 nm gestatten. Dabei handelte es sich um ein *Philips XL30 ESEM* und ein *HELIOS NanoLab 600* der Firma *FEI*. Beide Geräte sind mit einem Röntgendetektor ausgestattet, um mit der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) Elementzusammensetzungen an der Probenoberfläche analysieren zu können.

Die Funktionsweise des REM basiert auf der Abrasterung der Probenoberfläche im Vakuum mittels eines fokussierten Elektronenstrahls. In Folge von Wechselwirkungen mit der Probenoberfläche werden Sekundärelektronen (SE) und Rückstreuielektronen (BSE) erzeugt, die von Detektoren gemessen werden. Die Signalstärke der detektierten SE und BSE wird in Graustufen umgerechnet, wobei helle Bereiche einer hohen Elektronenemission entsprechen. Bei der Abrasterung durch den Primärelektronenstrahl werden Elektronen in der Probe

angeregt und emittiert. Sie bilden die Sekundärelektronen und haben typischerweise niedrige Energien von einigen eV. SE entstammen aus den ersten Nanometern der Probenoberfläche und bilden daher vor allem die Topografie der Probe ab. Bei der Analyse von stark strukturierten Oberflächen ist daher die Detektorposition zur Probe zu berücksichtigen. Hohe Rauheiten können zu Abschattungseffekten in der Aufnahme führen. Gleichzeitig wirkt der Detektor in der Aufnahme als Lichtquelle und gibt dreidimensionale Informationen über die SE-Aufnahme wieder. Primärelektronen, die von dem Probenmaterial zurückgestreut werden, werden als Rückstreuelektronen bezeichnet. Aufgrund der höheren Energie des Primärelektronenstrahls besitzen BSE Energien von einigen keV. Die Rückstreuung ist stark von der Ordnungszahl des untersuchten Elements abhängig und wird daher als Materialkontrast bezeichnet. In Folge größerer Rückstreuung werden Elemente höherer Ordnungszahl in BSE-Aufnahmen heller dargestellt.

Aufgrund der Elektronenstrahlerzeugung und verwendeter Signalarten können die Aufnahmen beider Rasterelektronenmikroskope qualitativ stark unterschiedlich sein. Das REM von *Philips* arbeitet mit einer Glühkathode aus LaB_6 , während das Gerät von *FEI* mittels Feldemissionskathode Elektronen erzeugt. Beide Geräte können Beschleunigungsspannungen von bis zu 30 keV erzeugen, jedoch ist im REM von *FEI* die Strahlintensität höher und die Elektronengeschwindigkeit definierter, was sich in einer höheren Bildqualität niederschlägt (Auflösung bis 1 nm).

Das REM *Helios NanoLab 600* besitzt zusätzlich eine Ga^+ -Ionenkanone mit der ein fokussierter Ionenstrahl (FIB) erzeugt wird um in situ Schnitte in der Probe herzustellen. Diese können anschließend direkt ohne Probentransfer untersucht werden.

Da es sich bei den zu untersuchenden Keramikfasern um Isolatoren handelt, können Aufladungen der Probe durch den Primärelektronenstrahl zum Problem werden. Um die Faseroberfläche in solchen Fällen weiterhin mit EDX untersuchen zu können, wurde auf eine Beschichtung durch leitende Metalle verzichtet und stattdessen der ESEM-Modus des *Philips XL30* für die Aufnahmen verwendet. Dabei verbleibt ein höherer Restgasanteil in der Probenkammer, der zum Ladungsausgleich führt. Die Aufnahmen im ESEM-Modus sind jedoch meist kontrastärmer und wirken im Vergleich zu SE- oder BSE-Aufnahmen unscharf.

Detaillierte Informationen über Rasterelektronenmikroskopie, Analysemethoden und Geräte sind in der Literatur zu finden [110, 111].

4.2 Einzelfaserzugversuche

Wie in Kapitel 2.5 erläutert, ist die Festigkeit der einzelnen Fasern ausschlaggebend für die erreichbare Festigkeit des Gesamtkomposites.

Zur Ermittlung von Festigkeit, Bruchdehnung und E-Modul wurden Einzelfaserzugversuche durchgeführt. Diese wurden für jeden Schritt der CuMMC-Herstellung erstellt, wodurch eine Untersuchung der Grenzflächenbeschichtung auf die Faserfestigkeitseigenschaften möglich wurde.

Die Einzelfaserzugversuche wurden nach DIN EN 1007-4 [112] an einer Universalprüfmaschine (Tira Test 2820, TIRA GmbH) durchgeführt. Die Fasereinspannung erfolgte wie in Abb. 4-1 beschrieben.

Von der Norm abweichend wurden zur Einspannung Klemmbacken mit Papiereinlagen verwendet, um Kerbeinflüsse in diesen Bereichen abzuschwächen. Darüber hinaus wurde die Faserdehnung durch zwei Verfahren ermittelt: Zum einen konventionell über den Maschinenweg unter Berücksichtigung der vorher ermittelten Laststrangsteifigkeit ($2,7 \mu\text{m/N}$) und zum zweiten durch ein berührungsloses Messverfahren mit Hilfe eines Laser-Speckle-Interferometers (*LSE-4000 DE* [113]). Dieses Messverfahren verwendet zwei Laserpunkte auf der Faseroberfläche und erfasst das reflektierte Laserlicht in Form von Speckles über eine CCD-Kamera. Durch die Oberflächenrauheit der Faser interferiert das reflektierte Laserlicht bei Bewegungen im Nanometerbereich, womit eine sehr genaue Längenänderung messbar wird. Für starke plastische Verformungen auf der Probenoberfläche ist das berührungslose Messverfahren ungeeignet, da hier die Gesamtprobendehnung nicht mehr durch die punktuelle Oberflächenveränderung abgebildet wird. Zur Ermittlung der Faserdehnung wurden beide Verfahren parallel eingesetzt.

Als Einspannlänge l_e wurden 25 mm gewählt. Mit Ausnahme der ausgelösten Sigma Fasern (Kapitel 5.3.2) wurde jeder Faserzustand mit dieser Einspannlänge untersucht.

Die Traversengeschwindigkeit wurde für Sigma SM1140+ Fasern auf 0,6 mm/min festgelegt. Für Fasern des ISC wurde die Geschwindigkeit geringer gewählt (0,18 mm/min), da die Fasern der ersten Chargen keine perfekt gerade Form aufwiesen und deutlich geringere Festigkeit aufwiesen. Aufgrund der Vergleichbarkeit während der Faseroptimierung wurde die Prüfgeschwindigkeit für Polymer-abgeleitete-Fasern nicht mehr geändert.

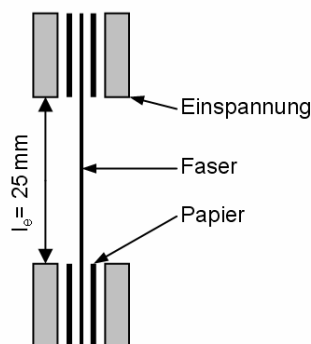


Abb. 4-1: Einspannung Einzelfaserzugversuch

Zur statistischen Auswertung der Ergebnisse wurde die Zwei-Parameter-Weibull-Verteilung nach DIN EN 843-5 herangezogen [114]. Das spröde Bruchverhalten von keramischen Fasern

wird durch die Weibull-Verteilung sehr viel besser abgebildet als beispielsweise durch eine Normalverteilung.

Die Bestimmung des Weibull-Moduls β und der charakteristischen Festigkeit σ_0 erfolgt über die Maximum-Likelihood-Methode, deren Likelihood-Funktion L einzelne kritische Fehlerverteilungen wie folgt beschreibt [114]:

$$L = \prod_{j=1}^N \left(\frac{\beta}{\sigma_0} \right) \left(\frac{\sigma_{fj}}{\sigma_0} \right)^{\beta-1} \exp \left[- \left(\frac{\sigma_{fj}}{\sigma_0} \right)^{\beta} \right] \quad (4-1)$$

Dabei ist N die Gesamtanzahl der einzelnen ermittelten Festigkeitswerte σ_{fj} eines getesteten Faserzustands.

Die Funktionsmaxima werden durch Differenzieren des log-Likelihood ($\ln(L)$) nach β und σ_0 und anschließendem Gleichsetzen der Funktion mit Null erhalten. Es ergeben sich die Schätzwerte für Weibull-Modul $\hat{\beta}$ und die charakteristische Festigkeit $\hat{\sigma}_0$:

$$\frac{\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{\beta}} \ln \sigma_{fj}}{\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{\beta}}} - \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{\beta}} - \frac{1}{\hat{\beta}} = 0 \quad (4-2)$$

und

$$\hat{\sigma}_0 = \left[\left(\sum_{j=1}^N \sigma_{fj}^{\hat{\beta}} \right) \frac{1}{N} \right]^{\frac{1}{\hat{\beta}}} \quad (4-3)$$

Gleichung (4-2) muss numerisch gelöst werden, um $\hat{\beta}$ zu bestimmen und anschließend $\hat{\sigma}_0$ durch Gleichung (4-3) zu erhalten.

In Abhängigkeit der Testanzahl N besitzt der bestimmte Schätzwert $\hat{\beta}$ eine systematische Abweichung, die eine Überbewertung des tatsächlichen Weibull-Moduls β zur Folge hat.

Um den erwartungstreuen Schätzwert für β zu erhalten, muss durch einen Erwartungswertberichtigungsfaktor b korrigiert werden. Dieser wurde durch eine zufällige Probennahme nach der Monte-Carlo-Methode aus einer Grundgesamtheit mit bekanntem Wert für β ermittelt. Der Faktor b ist somit abhängig von der Anzahl erfolgreich geprüfter Fasern und gestattet die Bestimmung des erwartungstreuen Schätzwertes für β nach [114]:

$$\beta = \hat{\beta} \cdot b \quad (4-4)$$

4.3 Push-Out-Versuche

Neben der Faserfestigkeit ist die Anbindung zwischen Faser und Matrix für die mechanische Belastbarkeit des Komposites von entscheidender Bedeutung. Zur Untersuchung der Grenzflächenhaftscherfestigkeit zwischen Faser und Matrix wurden Push-Out-Versuche von einzelnen Fasern aus der Matrix durchgeführt. Die Proben wurden dabei aus den in Kapitel 3.4 beschriebenen Probenkapseln hergestellt. Diese wurden in verschieden dicke Scheiben zersägt und beidseitig geschliffen sowie poliert. Die auszudrückende Faser wurde über ein Loch mit etwa doppeltem Faserdurchmesser positioniert und mit einem flachen Stempel von 60 μm Durchmesser, bei einer Wegrate von $1 \mu\text{m s}^{-1}$, herausgedrückt (Abb. 4-2a). Während des Versuchs wurden die benötigte Kraft und die in der Matrix erreichte Faserverschiebung aufgezeichnet. Abb. 3-3b illustriert den idealen Verlauf dieser Aufzeichnung. Ab der Last P_d beginnt die Ablösung zwischen Faser und Matrix. Der weitere Anstieg bis zur maximal Last P_{max} setzt sich aus der benötigten Kraft zur Faserablösung und den Reibungsanteilen der bereits gelösten Faseroberfläche zusammen. Am Punkt P_{max} ist die Faser vollständig aus der Matrix gelöst und es verbleibt lediglich der Reibanteil P_{fr} [115-117].



Abb. 4-2: a) schematischer Aufbau Push-Out-Versuch;
b) idealer Kraft-Weg-Verlauf Push-Out-Versuch

Die Berechnung der Haftscherfestigkeit τ_d der Grenzfläche kann mit Hilfe des Shear-lag-Modells [118, 119] aus den ermittelten Versuchsdaten erfolgen. Das Modell beschreibt den Transfer von Zugspannungen zwischen Matrix und Faser über die Scherspannungen der Grenzfläche und wurde erstmals von Cox beschrieben [120]. Diese Art der Beschreibung von Schadensfällen in faserverstärkten Kompositen ist weit verbreitet und soll hier Anwendung finden. Es ist zu berücksichtigen, dass das Modell für keramische CMCs entwickelt wurde und somit die plastische Deformation der Kupfermatrix während des Push-Out-Versuchs nicht einfließen lässt.

Das Modell beschreibt den Zusammenhang von benötigter Push-Out-Kraft P_d und der Grenzflächen-Haftscherfestigkeit τ_d über die Formel:

$$P_d = \frac{\tau_d 2\pi R}{\alpha} \tanh(\alpha L) \quad (4-5)$$

mit

$$\alpha = \sqrt{\frac{2G_i}{b_i R E_f}} \quad (4-6)$$

Darin sind der Faserradius R , die Probendicke L und der Shear-lag-Parameter α enthalten. Dieser setzt sich wiederum aus dem Schubmodul der Grenzfläche G_i , der Grenzflächendicke b_i und dem E-Modul der Faser E_f zusammen.

4.4 Mechanische Untersuchungen am CuMMC

Zur Bestimmung der mittels Faserverstärkung erreichten Festigkeitssteigerung im CuMMC wurden an Prüfanlagen der MTU Aero Engines Zugversuche und zyklische Ermüdungsversuche (LCF) durchgeführt.

Die Prüfungen erfolgten an Luft, bei Raumtemperatur und bei 300°C. Neben der Zugfestigkeit wurde das E-Modul für verschiedene Faservolumenanteile bestimmt. Bei den LCF-Versuchen stand vor allem das Verfestigungsverhalten in den ersten Zyklen im Vordergrund, um die Leistungsfähigkeit der Simulationssoftware zu testen (Kapitel 4.7). Die LCF-Proben wurden nicht bis zum Versagen untersucht.

Die CuMMC-Proben werden aus den in Kapitel 3.4 beschriebenen geHIPten Kapseln gedreht (Abb. 4-3). Bedingt durch den Herstellungsprozess ist in den Proben nur der Kern faserverstärkt. In Folge der Verdichtung während der Konsolidierung hat dieser einen Durchmesser von ca. 3,1-3,3 mm. Alle Proben besitzen somit einen bis zu 0,2 mm dicken Kupfermantel, der nicht wesentlich zur Festigkeit des CuMMCs beiträgt. Aus diesem Grund wurden alle Spannungswerte und Faservolumenanteile mit einem Durchmesser von 3,25 mm berechnet.

Die Gewindebereiche der Proben bestehen aus weichem unverstärktem Kupfer, was bei höheren Prüftemperaturen und größeren V_f von Nachteil ist. Die Krafteinleitung in den faserverstärkten Kern findet vor allem über Schubspannungen im Übergangsbereich statt. Ist die Festigkeit des Kerns höher als die übertragbare Spannung, versagt die Probe durch einen Auszug des CuMMC-Kerns aus dem Gewinde und ist nicht mehr auswertbar. Weicheres Kupfer bei höheren Temperaturen, gepaart mit hoher CuMMC Festigkeit durch größeren V_f begünstigt dieses Versagen. Um dem entgegen zu wirken, werden die Proben mit einem speziellen Adapter im Laststrang der Prüfapparatur hydraulisch verspannt. Somit wird eine zusätzliche radiale Spannungskomponente im Gewindebereich der Probe wirksam. Die Krafteinleitung in den faserverstärkten Bereich wird stark verbessert [46].

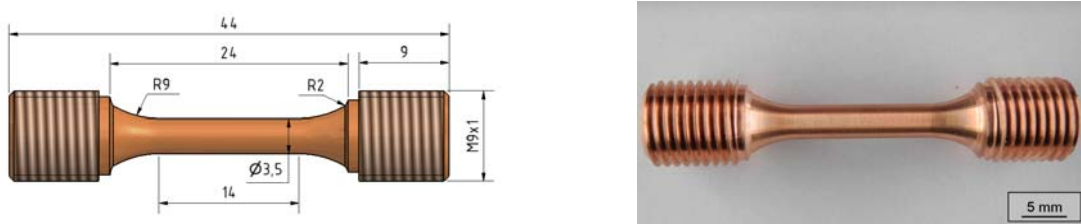


Abb. 4-3: CuMMC-Probe für mechanische Versuche

Versuche mit 300°C Prüftemperatur wurden mit induktiver Aufheizung der Proben realisiert. Somit kann die Heizzeit kurz gehalten werden und mögliche Schädigungen der Probe durch Oxidation mit Luftsauerstoff haben keinen Einfluss auf das Prüfergebnis. Die Heizrate betrug ca. 3 K s^{-1} .

Für die weggeregelteten Zugversuche wurde eine Rate von 1 mm min^{-1} gewählt. Die Dehnung wurde über einen Messaufnehmer mit 12 mm Schneidenabstand auf der Probenmesslänge (14 mm) gemessen. Der Einbauzustand ist in den Abb. 4-4a und b ersichtlich.

Um während des Versuchs Informationen über das Versagen innerhalb der Probe zu gewinnen, wurden parallel zu einigen Raumtemperaturversuchen Schallemissionsmessungen (SE-Messungen) durchgeführt. Abb. 4-4a zeigt die verspannte Zugprobe mit angesetztem Dehnungsaufnehmer und zwei Schallleitern an der oberen und unteren Probeneinspannung

von jeweils 470 mm Länge. Zur besseren Schalleinkopplung wurde zwischen den Kontaktflächen ein mittelviskoses Vakuumfett verwendet.

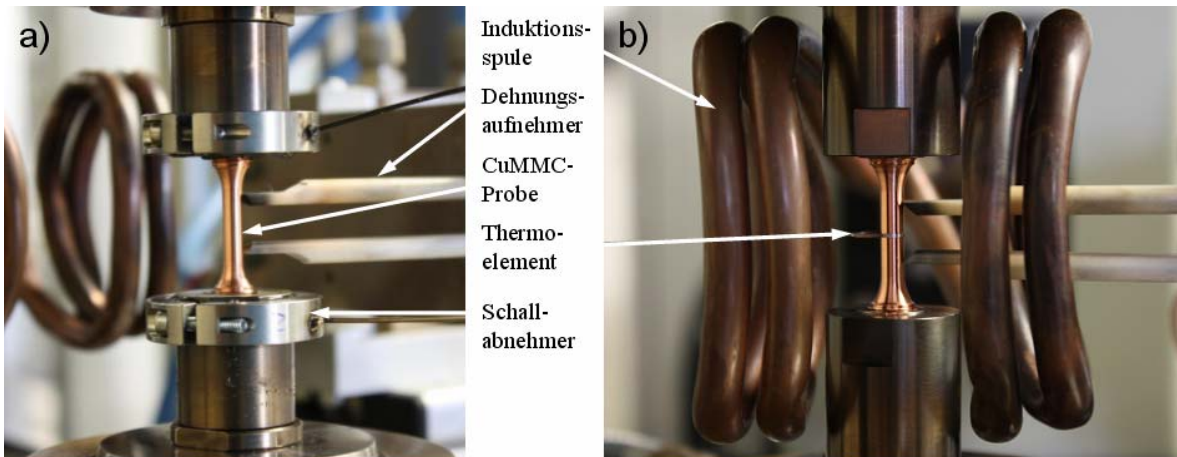


Abb. 4-4: Aufbau CuMMC Zugversuch
a) Zugprobe mit Dehnungs- und Schallemissionsaufnehmern
b) Zugprobe mit Thermoelement, Induktionsspule und Dehnungsaufnehmer

4.4.1 Schallemissionsmessung

Mittels der SE-Messung können sowohl Faserbrüche als auch mögliches Grenzflächenversagen detektiert werden und anschließend einem konkreten Spannungs- bzw. Dehnungswert zugeordnet werden. Als Messsystem diente das PCI-2 AE der *Physical Acoustics Corporation.*, welches in Verbindung mit zwei R80 Schallsensoren und einer Messrate von 1 MHz arbeitet. Die aufgenommenen Signale wurden mit 40 dB vorverstärkt und zwischen 100-3000 kHz gefiltert. Um den Einfluss von Umgebungsgeräuschen im Laststrang durch Maschinen und Pumpen auszuschließen, wurden die Signale erst ab einem Schwellwert von 30 dB aufgezeichnet. Zur zweifelsfreien Zuordnung der Schallereignisquelle zum Probeninneren muss das Ereignis von beiden Mikrofonen in Form eines Signals gehört werden. Die Zeitdifferenz zwischen den Signalen in beiden Aufnehmern darf nur um einige 10 μs von einander abweichen. Vor jedem Versuch wurde der Aufbau durch Bleistiftbrüche auf der Probenoberfläche überprüft. Die ausgelösten Schallimpulse mussten von der Software der geometrischen Mitte der Messkette, was der Probenposition entsprach, zugeordnet werden.

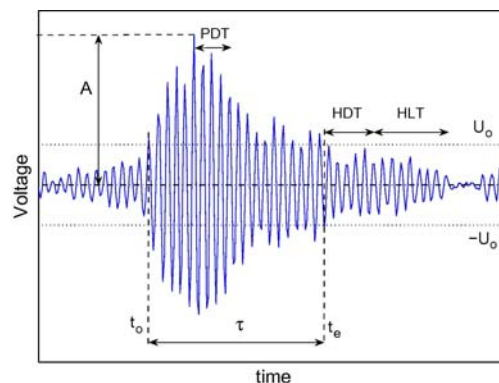
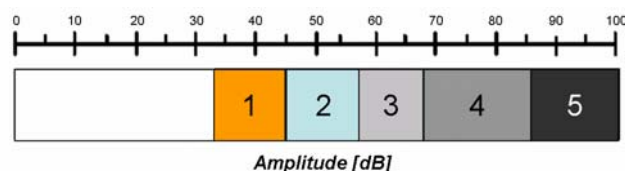


Abb. 4-5: Beispiel für Schallimpulssignal mit Messparametern [121]

Abb. 4-5 zeigt ein beispielhaftes Schallimpulssignal mit den einzustellenden Messparametern. Dabei ist U_0 der Schwellwert der Spannung, ab dem ein Signal als Ereignis gewertet werden kann. Die Laufzeit τ des Signals wird durch den Startzeitpunkt t_0 mit Überschreiten bzw. dem Endzeitpunkt t_e mit Unterschreiten des Schwellwertes definiert. Einstellende Parameter sind PDT (peak definition time), HDT (hit definition time) sowie HLT (hit lock time). Innerhalb von PDT muss der Schallimpuls vom ersten Überschreiten des Schwellwertes sein Maximum erreicht haben. So werden neben der zeitlichen Länge die Amplitude und die Anstiegszeit des Impulses gemessen. Mit HDT wird das Ende des Signals beschrieben, da der Schwellwert U_0 für den mit HDT festgelegten Zeitraum nicht mehr überschritten werden darf. Ist dies doch der Fall, so wird das nachfolgende Schallimpulssignal mit dem vorhergehenden als ein Ereignis betrachtet, obwohl das Signal zwei Impulse aufweist. Aufgrund der geometrischen Verhältnisse im Messaufbau (dünne Probe, lange Schalleiter) ist dieser anfällig auf Reflektionen der Schallimpulse an Grenzflächen. Die Folge können Mehrfachsignale sein, welche durch die HDT Einstellung unterdrückt werden sollen. Kommt es dennoch zu mehreren Schallimpulsen innerhalb eines Ereignisses, kann der Energiewert herangezogen werden. Dieser wird durch Integration aller Spannungswerte über die Messzeit eines Ereignisses ermittelt. Bei der Energie handelt es sich somit um eine qualitative, dimensionslose Größe. Für eine exakte Kalibrierung des Energiewertes auf eine bekannte Größe, wie beispielsweise Joule, müsste ein definierter Schallimpuls mit bekannter Energie aufgenommen werden. Stark unterschiedliche Energiewerte lassen zu meist auf mehrere Schallimpulse in einem Messereignis oder auf grundlegend verschiedene Signalquellen schließen. Der HLT Parameter soll ebenfalls reflektierte Signale oder spät eintreffende Signale ausschließen. In diesem Zeitraum werden jedoch keine Signale aufgezeichnet. Für alle durchgeführten SE-Versuche wurden folgende Parameter verwendet: PDT= 200 μ s, HDT= 800 μ s und HLT= 1000 μ s. Die Parameter wurden nicht verändert, um die Messungen von mehreren Versuchen qualitativ vergleichen können. Des Weiteren ist die Parameterwahl ein Kompromiss, da die Schallimpulse der zu erwartenden Ereignisse im CuMMC sehr starke Unterschiede aufweisen können und das heterogene Probenmaterial eine Vielzahl möglicher Grenzflächen in der Probe bildet. Beispielsweise besitzen Impulse, die von Faser-Matrixablösungen oder Matrixversagen herrühren, sehr viel niedrigere Schallamplituden, als der Faserbruch verursacht. Abb. 4-6 zeigt eine Übersicht der Versagensarten im MMC mit korrespondierenden Schallamplituden, welche nach den Ergebnissen von Gong, Meraghni, Wadin und William [122-125] durch Laksimi [126] zusammengetragen wurden. Für Faserbrüche sind zudem die Laufzeiten der Schallimpulse sehr viel länger. Matikas [127] stellte in faserverstärktem Titan Laufzeiten von ca. 2000 μ s fest. Die Folge wären daher entsprechende Reflektionen, die durch die Wahl der längeren HDT und HLT unterdrückt werden müssen. Von Nachteil ist dies bei kurz aufeinander fallenden Schallsignalen, die von der Software entweder als ein Signal gewertet werden oder im Bereich der HLT gar nicht aufgezeichnet werden.



Bereich 1	Matrix Mikrobrüche
Bereich 2	Matrix/Matrix Reibung
Bereich 3	Grenzflächenversagen
Bereich 4	Faser-Matrix Reibung, Faserablösung
Bereich 5	Faser- und Faserbündel Bruch

Abb. 4-6: Schallamplitude zu Versagensmechanismen im Komposit [126]

Alle Schallereignisse wurden hinsichtlich ihres Schallimpulses und der Energie des Ereignisses ausgewertet. Da die Messkette für jede Versuchsdurchführung identisch aufgebaut wurde, können die Ergebnisse der SE-Messung qualitativ verglichen werden. Ausführlichere Beschreibungen des Messprinzips und der Parameter sind in der Literatur zu finden [128-130].

4.4.2 CuMMC-zyklische-Versuche

Zur Untersuchung des Verfestigungsverhaltens und der Eigenspannungsentwicklung im CuMMC in Abhängigkeit von Temperatur, Faservolumenanteil und Dehnungsschwingbreite wurden dehnungsgeregelte Ermüdungsversuche durchgeführt. Aufgrund der begrenzten Probenanzahl und Versuchszeit wurden diese jedoch nicht bis zum Versagen der einzelnen Proben durchgeführt, sondern bei einer gewählten Zykluszahl abgebrochen. Die Mindestzykluszahl zur Untersuchung des Verfestigungsverhaltens betrug 100 Zyklen. Um trotz stark begrenzter Probenanzahl Vergleiche zu ermöglichen, wurden einzelne Proben erst zyklisch beansprucht und anschließend im Zugversuch bis zum Bruch belastet. Diese Proben sind in den Zugversuchsergebnissen (Kapitel 5.5.1) gesondert gekennzeichnet.

Die Versuche wurden dehnungsgeregelt mit einer dreieckigen Zyklusform durchgeführt, was eine konstante Dehngeschwindigkeit von $0,1\% \text{ s}^{-1}$ gewährleistet. Durch die Wahl gleicher und kleiner Dehnraten werden mögliche viskoplastische Effekte auf die Ergebnisse ausgeschlossen. Lediglich die Versuchslaufzeit wird mit höheren Dehnungsschwingbreiten größer (Abb. 4-7).

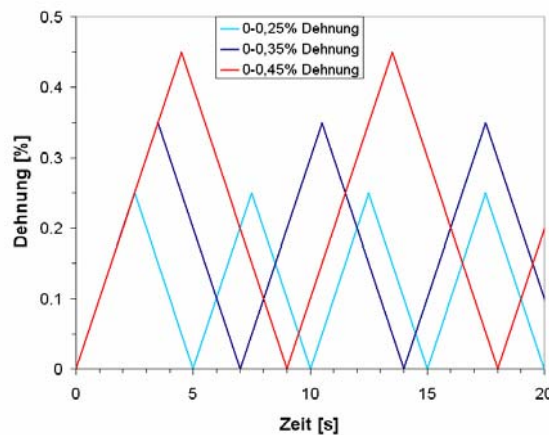


Abb. 4-7: Dehnungsverläufe für verschiedene zyklische Versuche

Um ein Ausknicken der Proben durch zu hohe Druckbelastung zu verhindern, wurde keine symmetrische Zug-Druck-Belastung gewählt, sondern die geregelte Totaldehnung während der Versuche stets positiv gehalten. Folgende Abhängigkeiten des CuMMC-Materialverhaltens sollten untersucht werden:

- Vergleich hoher und niedriger V_f bei 0-0,25% Dehnung unter RT
- Vergleich identischer V_f bei 0-0,25% Dehnung unter RT und 300°C
- Vergleich identischer V_f bei verschiedenen maximalen Dehnungen.

Entscheidend für die Wahl der Dehnungsschwingbreite waren zum einen die auszulösende plastische Deformation der Kupfermatrix und zum anderen, dass das CuMMC während der zyklischen Versuche keine Schädigung durch Faserbrüche erfahren sollte. Somit wird verhindert, dass zyklische Vorversuche die Ergebnisse der anschließenden Zugversuche

negativ beeinträchtigen. Der Versuchsaufbau und die Probengeometrie sind identisch zu den Beschreibungen in Kapitel 4.4.

Aus den experimentellen Versuchsergebnissen sollten im Anschluss, unter Verwendung der Materialsimulationssoftware *DIGIMAT MF (e-Xstream)*, Materialparametersätze für die Beschreibung des CuMMC-Verhaltens nach dem gekoppelten isotrop-kinematischen Stoffgesetz identifiziert werden.

Eine solche Materialbeschreibung ist nötig, um eine spätere Bauteilkomponente strukturmechanisch berechnen zu können.

4.5 CuMMC-Wärmeleitfähigkeit

Die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs erfolgte durch Messung der Temperaturleitfähigkeit mit Hilfe der Laser Flash Apparatur (LFA; *NETZSCH LFA 427* [131]) und anschließender Berechnung.

Über den physikalischen Zusammenhang:

$$\lambda = a \cdot \rho \cdot c_p \quad (4-7)$$

kann die Wärmeleitung λ eines Materials über seine Dichte ρ , der spezifischen Wärmekapazität c_p und der Temperaturleitfähigkeit a bestimmt werden.

4.5.1 Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit

Bei der LFA Messung handelt es sich um eine transiente Messmethode zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit. Dabei wird eine isotherme Probe auf ihrer gesamten Unterseite einem kurzen Laserimpuls (Wellenlänge 1064 nm) von 0,5 ms Dauer ausgesetzt. Der gleichmäßig über die gesamte Probenunterseite aufgeweitete Laser wird von der nicht transparenten Probe absorbiert. Die Folge ist eine Temperaturerhöhung auf der Probenunterseite, welche sich durch den Wärmetransport homogen in der Probe ausbreitet und an ihrer Oberseite durch einen InSb-Infrarotdetektor gemessen werden kann. Die Temperaturleitfähigkeit ist somit ein Maß für die Geschwindigkeit der Temperaturausbreitung durch das untersuchte Material und kann unter den in (Tab. 4-1) genannten Voraussetzungen durch das eindimensionale Wärmetransportmodell (Gleichung (4-8)) beschrieben werden [131].

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (4-8)$$

Die IR-Kamera erfasst eine relative Temperaturerhöhung auf der Probenoberseite in einem Messzeitintervall von ca. 0,5 s. Die Temperatur wird dabei nicht quantitativ erfasst, sondern wird in Form eines Spannungssignals ausgegeben. Abb. 4-8b zeigt den typischen Temperatursignalverlauf der IR-Kamera nach einem Laserimpuls. Entscheidend für die Auswertung ist dabei die Zeit $t_{0,5}$, bei der 50% des maximalen Temperaturanstiegs an der Probenoberseite erreicht werden. In Verbindung mit Probendicke l und der Annahme adiabatischer Messbedingungen kann die Temperaturleitfähigkeit in annähernder Weise durch die Lösung der Differentialgleichung (4-8) für den eindimensionalen Wärmetransport mit der Gleichung [131]:

$$a = 0,138758 \frac{l^2}{t_{0,5}} \quad (4-9)$$

abgeschätzt werden.

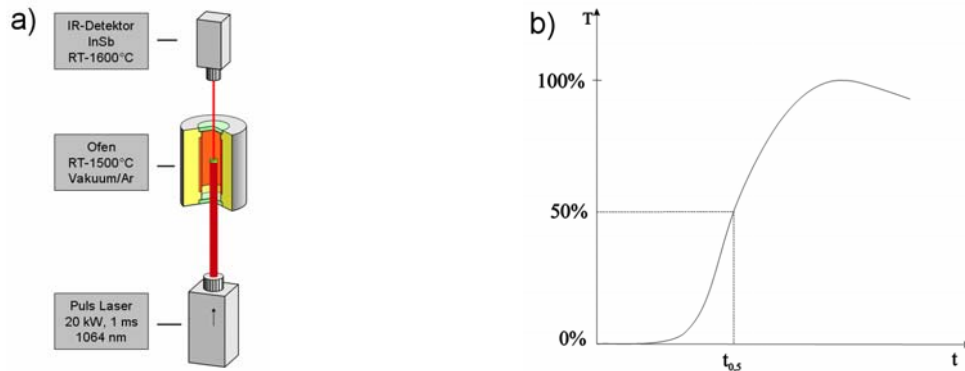


Abb. 4-8: a) schematischer Aufbau LFA 427 [131];
b) Temperatur-Zeit-Verlauf einer LFA-Messung [131]

Zur genaueren Messkurvenauswertung der CuMMC-Proben wurde das Cape-Lehmann-Modell [131], welches auf dem zweidimensionalen Wärmetransport beruht, verwendet. Dies bietet den Vorteil, dass mögliche Wärmeverluste durch Strahlung, Leitung oder Konvektion in der Auswertung berücksichtigt und korrigiert werden. Zusätzlich erfolgte eine Pulskorrektur durch die Software, wodurch die reale Pulsbreite des Lasers in die Auswertung einbezogen wurde.

Tab. 4-1: Voraussetzungen für eindimensionales Wärmetransportmodell

<i>Probe adiabatisch</i>	- gleichmäßige Absorption des Laserstrahls in unendlich kurzer Zeit - isotherme Ausgangstemperatur - kein Wärmeaustausch mit Umgebung - homogene Probe
<i>endliche Pulsbreite</i>	Intensitätsverteilung des Laserstrahls über Puls beeinflusst nicht die zeitliche Temperaturverteilung in der Probe.
<i>Wärmeaustausch mit Umgebung</i>	Die Temperaturerhöhung durch den Laserimpuls darf nicht durch Strahlung, Wärmeleitung oder Konvektion in die Probenumgebung abgegeben werden.
<i>gleichmäßiges Probenaufheizen</i>	Führen falsche Laserjustage, Beschichtungen oder inhomogen reflektierende Oberflächen zu einer ungleichmäßigen Erwärmung der Probe, liegt ein dreidimensionaler Wärmetransport vor.

Die Messung der Temperaturleitfähigkeit des CuMMCs erfolgte transversal sowie parallel zur Faserverstärkung. Für die transversalen Proben wurden die Einspannbereiche (Gewinde) der Zugversuchproben (vgl. Abb. 3-7c) verwendet. Sie wurden abgefräst und auf ein Endmaß von ca. 3,3 x 3,3 x 11 mm geschliffen. Diese Geometrie wurde gewählt, da die Fasern im verstärkten Kern der Zugprobe homogen verteilt sind und somit den maximal möglichen Probenquerschnitt begrenzt. Darüber hinaus steigt die Signalintensität des Detektors der LFA Messung mit zunehmender Messoberfläche, wodurch das Signal-zu-Rauschverhältnis verbessert wird. Mögliche Messungenauigkeiten werden hierdurch verringert. Die Probenlänge vergrößert dieses Kriterium, wird aber vom Querschnitt des Messsystems begrenzt.

Für die Messung der Temperaturleitfähigkeit parallel zur Faserrichtung ist das Probenvolumen ebenfalls auf den Bereich homogener Faserverstärkung in CuMMC Kapseln begrenzt. Die zylindrischen Proben sind mit 3,25 mm Durchmesser und einer Höhe von ca. 4 mm entsprechend klein.

Zur besseren Absorption des Laserlichts werden die Proben zunächst sandgestrahlt, um eine homogen diffus reflektierende Oberfläche zu schaffen und anschließend mit Graphit beschichtet (Abb. 4-9), wodurch der Emissionsgrad vergrößert und die Lichtabsorption verbessert wird.

Bei Materialien mit sehr hoher Temperaturleitfähigkeit spielt die Probendicke für die Qualität und Auswertbarkeit der Messung eine zunehmend wichtigere Rolle. Ist die Probe zu dünn, wird die Laserpulsbreite gegenüber der Wärmetransportzeit durch die Probe zu lang. Es kommt zur Beeinflussung des zeitlichen Temperaturverlaufs (vgl. Tab. 4-1; endliche Pulsbreite). Zusätzlich muss bei faserverstärkten Materialien eine homogene Verteilung der Fasern gewährleistet sein. Die Probendicke sollte ein Vielfaches des Faserdurchmessers betragen und eine hohe Faseranzahl einschließen. Für das CuMMC ist die homogene Probendicke durch den faserverstärkten Bereich der transversalen Probe auf ca. 3,3 mm limitiert.

Für die spezielle Probengeometrie musste ein Halter konstruiert werden, der die Genauigkeit des Messsystems im Rahmen der Anforderungen (vgl. Tab. 4-1) nicht beeinträchtigt. Hauptkriterien für die Werkstoffauswahl waren die maximalen Messtemperaturen sowie eine geringe Temperaturleitfähigkeit, um den möglichen Fehler durch Wärmeleitung in den Halter zu verringern. Schließlich wurde Stahl (X5CrNi18-10; 1.4301) als Werkstoff gewählt.

Abb. 4-9b zeigt die transversale Probe im Einbauzustand. Der Halter besteht aus zwei identisch geschlitzten Scheiben für die Laser- und IR-Kamera zugewandte Seite. Die Auflage der Probe beschränkt sich auf eine den Schlitz umlaufende Nut mit 0,3 mm Breite. Folglich wird die Kontaktfläche minimiert (minimale Wärmeleitung) und gleichzeitig optische Dichtigkeit für den Laser gewährleistet. Analog zu dieser Konstruktion wurde ein Halter für die parallel zu messenden Proben erstellt (Abb. 4-10).

Tab. 4-2: LFA Versuchparameter für NETZSCH LFA 427

Laserspannung	500 V
Pulslänge	0,8 ms
Argon-Fluss	190 ml/min
Temperaturen	RT, 100, 200, 300, 400, 500, 600°C

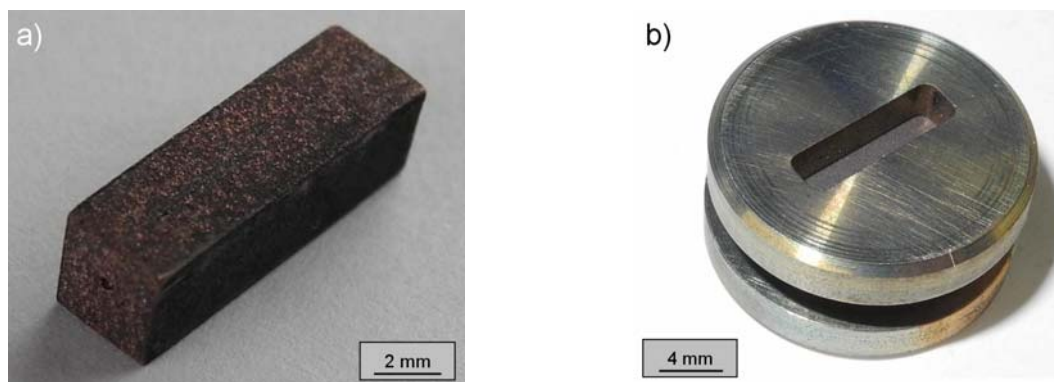


Abb. 4-9: transversale Messrichtung
 a) CuMMC LFA-Probe mit Graphit Beschichtung;
 b) CuMMC LFA-Probe in Halter

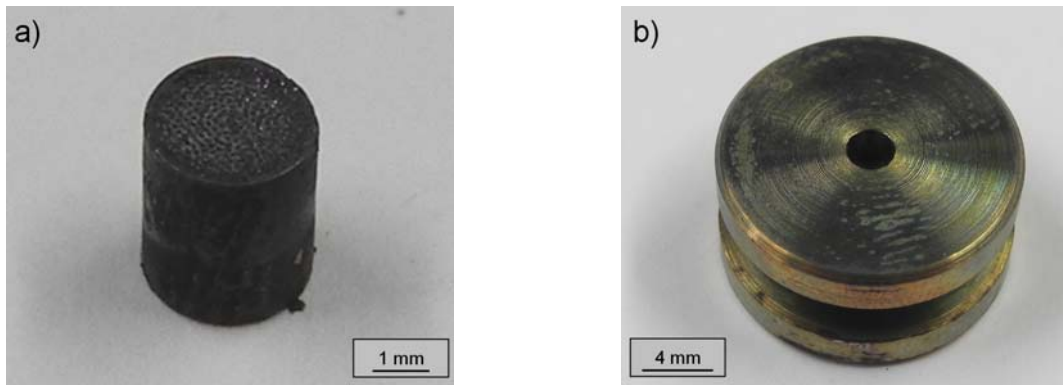


Abb. 4-10: parallele Messrichtung
a) CuMMC LFA-Probe mit Graphit Beschichtung;
b) CuMMC LFA-Probe in Halter

4.5.2 Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit

Aus den mittels LFA bestimmten Werten der Temperaturleitfähigkeit für CuMMC Proben kann die Wärmeleitfähigkeit über den in Gleichung (4-7) beschriebenen Zusammenhang berechnet werden.

Im betrachteten Verbundwerkstoff bestehend aus SiC-Fasern ($\lambda_{\text{SiC}, \text{RT}} = 16 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, Peters [132]) und Cu-Matrix ($\lambda_{\text{CuMMC}, \text{RT}} = 333 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, Paffenholz [44]) wird die Wärmeleitung durch die Cu-Matrix dominiert. Für die vereinfachte Berechnung der Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs wurde daher der Wärmetransport durch die Verstärkungsfasern vernachlässigt. Gleiches gilt für die spezifische Wärmekapazität der SiC-Faser, deren Berücksichtigung die Wärmeleitfähigkeit um bis zu 15% gegenüber der Methode nach Gleichung (4-10) vergrößern kann. Das Ergebnis der Wärmeleitfähigkeitsberechnung hängt jedoch maßgeblich von der Genauigkeit der spezifischen Wärmekapazität ab. Eine nicht Berücksichtigung der Fasern führt darüber hinaus zu eher konservativen Ergebnissen, weshalb dieses Vorgehen gewählt wurde. In Kapitel 4.5.3 wird darauf noch näher eingegangen. Die Fasern wurden als nicht wärmeleitende Poren betrachtet und ihr Materialanteil über den bekannten Faservolumenanteil jeder Probe abgezogen. Daraus resultiert die effektive Dichte ρ_{eff} , die in Verbindung mit der spezifischen Wärmekapazität von galvanisch abgeschiedenem Kupfer $c_{p, \text{Cu}}$ (Tab. 4-3) und der gemessenen Temperaturleitfähigkeit a_{CuMMC} die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit λ_{CuMMC} in Abhängigkeit der Temperatur erlaubt.

$$\lambda_{\text{MMC}}(T) = a_{\text{MMC}}(T) \cdot c_{p, \text{Cu}} \cdot \rho_{\text{eff}} \quad (4-10)$$

mit

$$\rho_{\text{eff}} = \frac{m_{\text{ges}} - \rho_{\text{SiC}} \cdot V_f \cdot V_{\text{ges}}}{V_{\text{ges}}} \quad (4-11)$$

Die zur Dichtebestimmung nötige Masse m_{ges} wurde durch Wägung mit einer Analysewaage (Sartorius MC21S) auf 10 μg Genauigkeit bestimmt. Der Faservolumenanteil V_f ist durch die Faseranzahl bekannt und das Probenvolumen V_{ges} wurde durch Messung mit einer Mikrometerschraube geometrisch ermittelt.

Tab. 4-3: Temperaturleitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität von galvanischem Cu [44]

T [°C]	a [mm ² s ⁻¹]	λ [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	$c_{p,Cu}$ [Jg ⁻¹ K ⁻¹]
RT	101,1 ±1,24	333,2	0,384
100	100,2 ±0,38	356,1	0,414
200	97,1 ±0,37	361,5	0,433
300	93,7 ±0,13	355,7	0,442
400	90,9 ±0,17	349,1	0,447
500	88,3 ±0,10	346,0	0,456
600	85,2 ±0,09	338,4	0,462

Die Bestimmung der in Tab. 4-3 angegebenen Werte aus [44] erfolgte über Vergleichsmessungen der Temperaturleitfähigkeit von galvanischem Kupfer mit bekannten Materialien. In [44] wird der c_p -Wert von Kupfer als größte Fehlerquelle benannt und der Fehler mit ca. 10% angegeben.

4.5.3 Theoretische Berechnung

Die transversale Wärmeleitung eines kontinuierlich, langfaserverstärkten Verbundwerkstoffs kann nach Hatta und Taya [133], bzw. Clyne und Withers [89], theoretisch über die Gleichung (4-12) abgeschätzt werden.

$$\lambda_{CuMMC} = \lambda_{Cu} + \frac{\lambda_{Cu}(\lambda_{SiC} - \lambda_{Cu})V_f}{\lambda_{Cu} + \frac{(1-V_f)(\lambda_{SiC} - \lambda_{Cu})}{2}} \quad (4-12)$$

Diese Gleichung basiert auf der Eshelby Methode [89, 133]. Diese gilt sowohl für höhere Faservolumenanteile, in denen sich die thermischen Einflüsse in Folge der Faserverstärkung innerhalb der Matrix überschneiden, als auch für kleinere Aspektverhältnisse der Verstärkungselemente, d.h. für Partikel und Kurzfasern. Grundvoraussetzung für die Gültigkeit der Abschätzung ist eine sehr gute Faser-Matrixanbindung ohne Beeinträchtigung des Wärmeübergangs.

Abb. 4-11 zeigt die Fehlerentwicklung der theoretisch berechneten Wärmeleitfähigkeit für das CuMMC bei Raumtemperatur mit und ohne Beteiligung der SiC-Fasern am Wärmetransport. Die Berechnungsgrundlage bildet Gleichung (4-12). Mit steigendem Faservolumenanteil steigt der durch die Vereinfachung entstehende Fehler. Dieser ist jedoch zum einen gegenüber dem normalen Fehler der LFA-Messung gering (Kapitel 5.6.2) und zum anderen konservativ, da der tatsächliche Wert der Wärmeleitfähigkeit unter Berücksichtigung des Wärmetransports durch die Faser höher ist.

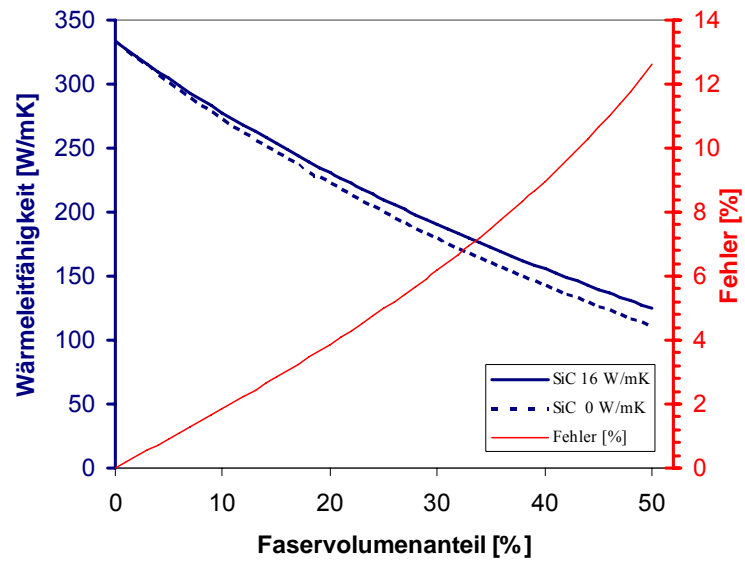


Abb. 4-11: Fehlerentwicklung der theoretischen Wärmeleitfähigkeit über V_f bei RT

4.6 CuMMC-Auslagerung für 400 h bei 550°C

Bei der Verwendung des CuMMCs in Wärmesenken muss der Werkstoff für eine hohe Lebensdauer unter entsprechend hoher Temperatur und Neutronenbelastung konzipiert werden. Für den hochbelasteten Divertorbereich wird von einer Einsatzzeit von 2 Jahren bzw. 2000 thermischen Zyklen ausgegangen (Vergleich Kapitel 2.5). Die Prüfung der Einflüsse von hochenergetischen Fusionsneutronen auf mögliche Materialien ist aktuell nicht möglich, da keine Einrichtung existiert, die solche Neutronen erzeugen kann. Analogie-Experimente werden in Kernspaltungsreaktoren durchgeführt, sind jedoch zeit- und kostenintensiv.

Daher soll hier lediglich der Einfluss längerer Betriebstemperatur auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften des CuMMCs untersucht werden, wobei folgende Möglichkeiten in Betracht gezogen werden können:

Gefügeänderungen:

Kornwachstum im Kupfer führt zu einer geringeren Anzahl an Korngrenzen, wodurch die Wärmeleitfähigkeit verbessert wird. Andererseits bestehen damit weniger Grenzen für Versetzungsbewegungen und das Material verliert an Festigkeit.

Weiteres Wasserstoffausgasen:

Der Wasserstoffanteil im galvanischen Kupfer wurde bereits bei der CuMMC-Herstellung erwähnt (Kapitel 3.4) und wird durch Ausheizen reduziert. Weiteres Ausgasen reduziert die Gefahr der Wasserstoffversprödung durch Bildung großer Poren an den Korngrenzen des Kupfers.

Degradation der Fasern:

Die Faserfestigkeitsreduktion durch Titancarbidbildung zwischen Faseroberfläche und Ti-Zwischenschicht wurde für SCS6-Fasern (*Specialty Materials Inc.*) bereits festgestellt [42, 44] und durch Einzelfaserzugversuche (Kapitel 5.3.2) untersucht.

Eigenspannungsabbau durch Kriechprozesse:

Wie bereits erwähnt, bilden sich in Folge unterschiedlicher Ausdehnungskoeffizienten zwischen Fasern und der Matrix beim Herstellungsprozess Eigenspannungen in beiden Komponenten aus (Kapitel 1). Bei Wärmebehandlungen unterhalb der spannungsfreien Temperatur können diese Eigenspannungen durch Kriechprozesse und damit verbundene inelastische Deformationen abgebaut werden. Die spannungsfreie Temperatur bezieht sich dabei auf eine Temperaturschwelle, ab der innerhalb des Werkstoffs mit zunehmendem Abkühlen Spannungen aufgebaut werden können. Im reinen Kupfer treten Kriechprozesse schon bei niedrigen Temperaturen (<100°C) auf.

Diffusionsprozesse zwischen Faser-Zwischenschicht-Matrix:

Die Verwendung von Titan in der Grenzfläche zur besseren Verbindung zwischen Faser und Matrix hat nicht nur Vorteile. Wie Köck [42] mittels Rutherford-Rückstreuungsspektroskopie (RBS) nachweisen konnte, zeigt Titan schon bei moderaten Temperaturen und kurzer Haltezeit sehr starke Diffusion durch Kupfer (820 K, 1h). Gleiches wurde von Abel [134]

mittels Augerelektronenspektroskopie (AES) beobachtet (590°C, 30 min). Die hohe Affinität zur Legierungsbildung von Kupfer und Titan ist ebenfalls in anderen Quellen beschrieben und hinlänglich bekannt [135, 136]. Das Ti-Cu-Phasendiagramm zeigt eine Vielzahl von möglichen Verbindungen bei Temperaturen, die im CuMMC Herstellungsprozess erreicht werden und für die spätere Anwendung relevant sind (Abb. 4-12). Die Cu₄Ti Phase wurde bereits als Haftvermittler zwischen Faser und Matrix in Kapitel 3.3 erwähnt. Die reine Kohlenstoffoberfläche der Faser wirkt als Diffusionsbarriere für Titan und Kupfer.

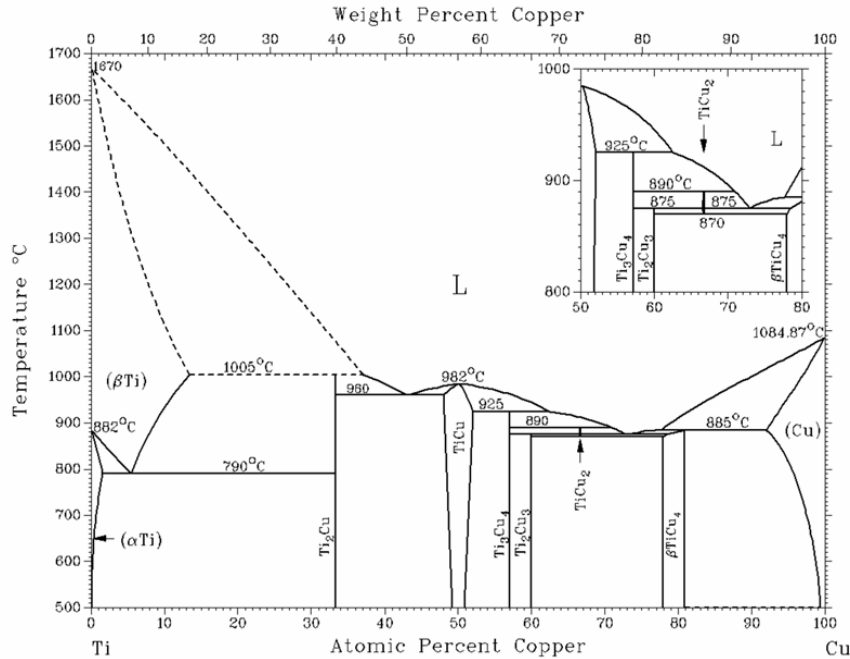


Abb. 4-12: Ti-Cu-Phasendiagramm [136]

Reduktion der Wärmeleitfähigkeit durch Titan-Verunreinigung:

Die Verringerung der Wärmeleitfähigkeit von Kupfer durch Titan beträgt bei einem Ti-Gehalt von 0,01 at. % im Cu bereits 10% [137]. Daher muss die Dicke der Titan-Zwischenschicht für die Haftung ausreichend sein, jedoch möglichst dünn gehalten werden, um Verunreinigung der Kupfermatrix zu vermeiden. Hinsichtlich der maximal möglichen Beeinträchtigung durch Titandiffusion kann eine einfache Abschätzung durchgeführt werden. Sie beruht auf der Annahme, dass das Titan in der Zwischenschicht vollständig in die Cu-Matrix diffundiert und so eine maximale Titankonzentration im Kupfer erreicht (Gleichung (4-13)) [134].

$$\text{Titan (at. \%)} = \frac{2d}{R} \cdot \frac{V_f}{1-V_f} \cdot \frac{D_{ZS}}{M_{ZS}} \cdot \frac{M_m}{D_m} \quad (4-13)$$

Dabei geht neben dem Faserradius R, dem Volumenanteil V_f und der Zwischenschichtdicke d, die Dichte D und die Atommasse M der Zwischenschicht ZS beziehungsweise der Matrix m ein.

Da die Schichtdicke der gesputterten Titanschicht aufgrund der Faseranordnung in der Beschichtungslage (Abb. 3-4) leicht variiert, wurde die Abschätzung für verschiedene Dicken vorgenommen (Abb. 4-13). Im Mittel liegen die abgeschiedenen Titanschichten bei ca. 200 nm. Wesentlich größere Schichtdicken wären jedoch nach der Abschätzung ebenso möglich, ohne größere Verunreinigungen im Kupfer zu erhalten. Von Vorteil ist hierbei der

große Durchmesser der Sigma-Faser, der zu einem günstigen Verhältnis von Schichtdicke zu Faserdicke führt.

Ausgehend von der Abschätzung ist nicht von einer gravierenden Verschlechterung der Wärmeleitfähigkeit des CuMMC durch Titandiffusion auszugehen.

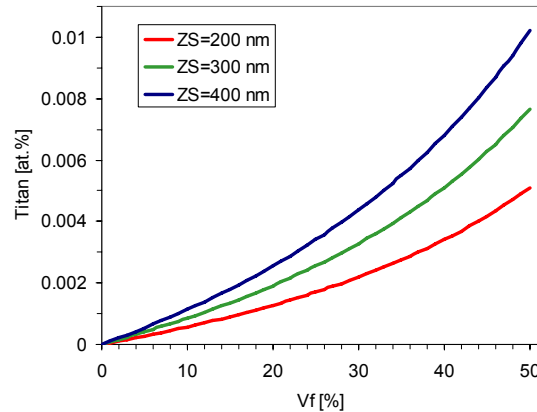


Abb. 4-13: Abschätzung Titan in Kupfermatrix

Um die theoretischen Überlegungen mit praktischen Ergebnissen zu bestätigen, wurden fertige Zugversuchproben im Vakuum (ca. $3 \cdot 10^{-7}$ mbar) für 400 h bei 550°C ausgelagert. Anschließend wurden Zugversuche analog der Beschreibung in Kapitel 4.4 durchgeführt, die Wärmeleitfähigkeit bestimmt (Kapitel 4.5), sowie Schlibfbilder des CuMMCs angefertigt.

Parameterwahl

Für die Wahl von Temperatur und Haltezeit der Auslagerung erfolgte eine Abschätzung anhand einfacher Annahmen für die Diffusion von Titan in Cu-Matrix.

Bereits bei der Herstellung des CuMMCs erfolgen zwei Schritte unter erhöhten Temperaturen und Haltezeit (vgl. Kapitel 3.4), in denen Diffusion stattfinden kann:

- Wärmebehandlung der galvanisch beschichteten Einzelfasern zum H_2 -Ausgasen und Anregen der Zwischenschichtreaktionen (2h @ 550°C).
- Konsolidierung der CuMMC Kapseln durch HIPen (2h @ 650°C).

Zur Beobachtung von möglichen Schädigungen durch Diffusionseffekte muss der Einfluss der Auslagerung größer sein, als die bereits durch die Herstellung des CuMMCs erfolgte Diffusion. Daraus ergeben sich die folgenden Ansätze.

Die Diffusion in einem Festkörper ist ein thermisch aktivierter Prozess, welcher von Temperatur und Zeit abhängig ist. Die Diffusionsausbreitung x in der Zeit t wird vom Diffusionskoeffizienten D und damit dem Stoffsystem bestimmt:

$$x^2 = D \cdot t \quad (4-14)$$

Der Diffusionskoeffizient wird experimentell bestimmt und ist abhängig von der Temperatur T :

$$D = D_0 \cdot e^{-\frac{E_A}{k \cdot T}} \quad (4-15)$$

Darin ist D_0 der Preexponentialfaktor, welche typischerweise zwischen 10^{-6} und $10^{-3} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ liegt und experimentell bestimmt wird. Des Weiteren werden die Boltzmann-Konstante k und die Aktivierungsenergie E_A des Stoffsystems benötigt.

Da der tatsächliche Wert für D_0 nicht experimentell bestimmt wurde, soll für die Bewertung der Titandiffusion in die Cu-Matrix, in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit der Wärmebehandlungen, das Verhältnis der Parameterkombinationen genügen:

$$\frac{x_1^2}{x_2^2} = \frac{e^{\frac{E_A}{k \cdot T_1}} \cdot t_1}{e^{\frac{E_A}{k \cdot T_2}} \cdot t_2} \quad (4-16)$$

mit:

T_1	550°C	T_2	650°C
t_1	400 h	t_2	2 h
E_A	-1,96 eV [138]		

Wird in Gleichung (4-16) $x_2=1$ festgelegt und das Verhältnis x_1/x_2 über der Haltezeit t dargestellt (Abb. 4-14) können folgende Aussagen getroffen werden:

- für $x_1/x_2 > 1$: stärkere Diffusion bei 550°C und längerer Haltezeit (400 h)
- für $x_1/x_2 < 1$: stärkere Diffusion bei 650°C und kürzerer Haltezeit (2 h)

Das Diagramm in Abb. 4-14 zeigt, dass die gewählten Parameter für die Auslagerung (roter Punkt) zu einer größeren Diffusion (ca. 3,1fach) von Titan führen, als bereits durch HIPen (blauer Punkt) erfolgt ist. Dennoch sind beide Prozesse für die Diffusion relevant, da der Unterschied nicht mehrere Größenordnungen beträgt.

Längere Auslagerungszeiten waren aufgrund knapper Ofenkapazitäten nicht möglich.

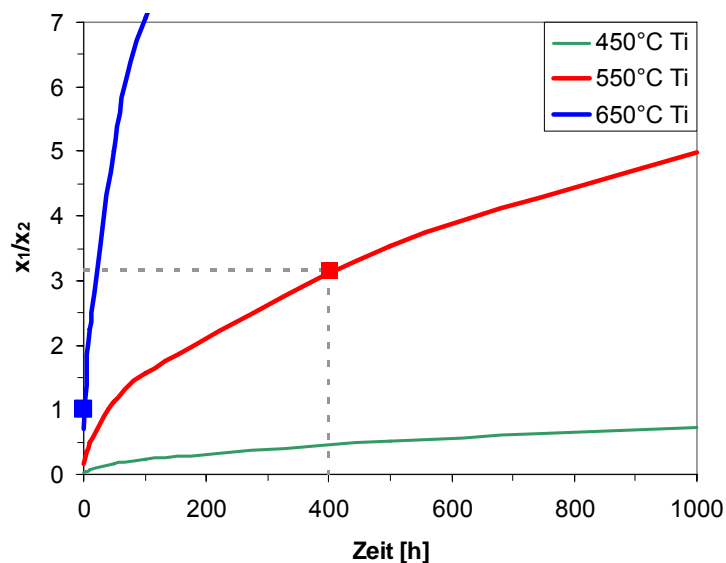


Abb. 4-14: Ti-Diffusion in Cu-Matrix

4.7 Simulation des CuMMC mit DIGIMAT MF und Abaqus

Neben der Ermittlung von experimentellen Daten zur mechanischen Charakterisierung des CuMMCs sollten die erhobenen Daten zur Erstellung von Parametersätzen für das gekoppelte isotrop-kinematische Stoffgesetzes verwendet werden, um eine mathematische Beschreibung des Kompositverhaltens zu ermöglichen.

Im Einsatzfall des CuMMCs ist von einer zyklischen Beanspruchung auszugehen, die durch unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten der beteiligten Materialien und variierende, hohe Wärmelasten verursacht wird. Kommt es bei dieser zyklischen Beanspruchung zur plastischen Deformation der Kupfermatrix, ist eine zyklische Verfestigung möglich. Im reinen Kupfer beruht diese auf der Bewegung von Versetzungen und ihrer Ansammlung beispielsweise an Korngrenzen, an denen sie der Deformation entgegen wirken. Folglich wird für die Deformation im nächsten Zyklus eine höhere Spannung benötigt als im Vorhergehenden. Die Verfestigungswirkung schreitet mit fortschreitender Zyklenzahl voran.

Im CuMMC liegt reines Kupfer als Matrixmaterial vor, das bereits bei sehr geringen Dehnungen (<0,1%) plastische Deformation aufweist und unter zyklischer Beanspruchung Verfestigungsverhalten zeigen sollte. Ziel der zyklischen Versuche war es demnach, bei geringen Dehnungsschwingbreiten plastische Deformationen der Kupfermatrix auszulösen, ohne die SiC-Verstärkungsfasern zu schädigen und den Einfluss der Kupfermatrixverfestigung auf das CuMMC untersuchen zu können.

Die experimentellen Resultate (Kapitel 5.5.3) sollten mit Hilfe der auf die inkrementelle *Mori-Tanaka-Homogenisierung* basierten (Kapitel 2.6) Software DIGIMAT MF (*e-Xstream*) simuliert werden. Hiermit kann das Komposit unter Berücksichtigung der Matrixmaterial- und Verstärkungselementeigenschaften sowie der mikrostrukturellen Morphologie (Anordnung und Aspektverhältnis der Verstärkungsphase) beschrieben werden. Die Beschreibung des Verfestigungsverhaltens in der Kupfermatrix ist in DIGIMAT MF über das gekoppelte isotrope und kinematische Verfestigungsmodell nach Frederick-Armstrong-Chaboche möglich (Kapitel 2.6). Die dafür nötigen Materialparameter werden durch iterative Anpassung der Simulation an das experimentelle Ergebnis identifiziert.

Zur Überprüfung des ermittelten Parametersatzes wird ein 3-dimensionales FEM-Model der CuMMC-Probe in Abaqus (DS Simulia) mit identischem Stoffgesetz und Parametersatz berechnet. Die Ergebnisse und mögliche Abweichungen sollen anschließend diskutiert und die Leistungsfähigkeit der verwendeten Software beurteilt werden.

Weiterführend werden hier die getroffenen Randbedingungen und Vereinfachungen für beide Simulationsansätze beschrieben.

Randbedingungen für das CuMMC bei der Simulation mit DIGIMAT MF:

Anisotropie:

Im Gegensatz zu homogenen Materialien besitzen Langfaser verstärkte Komposite eine besonders ausgeprägte Anisotropie bei uni- bzw. biaxialer Verstärkung. Für den Vergleich von experimentell erhobenen Daten mit Simulationsergebnissen ist daher vor allem auf die Krafterleitungsrichtung zu achten. In dieser Arbeit werden ausschließlich unidirektional verstärkte CuMMCs simuliert und mit experimentellen Ergebnissen verglichen.

Mehrphasensystem:

Grundsätzlich besteht jedes Komposit aus mindestens zwei unterschiedlichen Phasen, die sich durch ihre unterschiedlichen Eigenschaften hinsichtlich der zum Ziel gesetzten

Einsatzbedingungen gegenseitig ergänzen. Für die Simulation des CuMMCs fließen ebenfalls zwei Phasen mit unterschiedlichen Materialeigenschaften als Randbedingungen ein. Dies sind die SiC-Faser und die Kupfermatrix. Auf die Simulation der Grenzflächensysteme wurde aus Gründen der Vereinfachung im Hinblick auf die Berechnungszeit verzichtet. Dies ist sinnvoll, da die Simulation vor allem die makroskopischen Eigenschaften der realen Proben wiedergeben soll und es sich bei der Anpassung des Parametersatzes um einen Iterationsprozess handelt.

1.Phase SiC-Faser:

Die SiC-Faser wurde vollständig aus SiC bestehend angenommen und der in Kapitel 3.2 geschilderte Aufbau vernachlässigt. Der E-Modulwert entstammt den Charakterisierungsergebnissen der Einzelfaserzugversuche. Die Beschreibung des Faserverhaltens erfolgte in DIGIMAT MF mit dem rein elastischen Modell. Da die untersuchten Dehnungsschwingbreiten kein Faserversagen zur Folge haben sollten und entsprechend unterhalb der Faserbruchdehnung (Tab. 5-5) lagen, wurde auf die Implementierung eines Schadensmodells für die Verstärkungsfasern verzichtet. Innerhalb der Simulation werden die Fasern als ideal parallel zu einander ausgerichtet angenommen.

2.Phase Kupfermatrix:

Die Beschreibung des plastischen Verhaltens der Kupfermatrix erfolgte über das gekoppelte isotrop-kinematische Stoffgesetz nach Frederick-Armstrong-Chaboche. Darin sind die elastischen Anteile für reines Kupfer aus [137] entnommen (E-Modul_{Cu, RT}= 110 GPa; E-Modul_{Cu, 300°C}= 90 GPa und $\nu_{Cu}=0,34$). Auf die zusätzlich benötigten Materialparameter wird in Kapitel 2.6 eingegangen.

Limitierungen:

Neben den getroffenen Vereinfachungen im CuMMC-Aufbau ist es in DIGIMAT MF nicht möglich, eine gekoppelte thermo-mechanische Berechnung durchzuführen. Daher können herstellungsinduzierte Eigenspannungen nicht simuliert werden.

Die Faser-Matrix-Anbindung wurde als ideal simuliert. Weder für das Faserbruchverhalten, noch für mögliches Grenzflächenversagen wurden Schadensmodelle implementiert. Da die experimentellen Versuche unter geringen Belastungen lediglich das plastische Verformungsverhalten des CuMMCs untersuchen sollten, sind Schadensmodelle für diese Simulation irrelevant. Die Versuchsproben wurden nicht bis zum Versagen getestet.

Randbedingungen für das CuMMC in ABAQUS (DS Simulia):

Für die 3-dimensionale FEM-Berechnung in Abaqus gelten die gleichen Voraussetzungen wie für die Digimat MF Simulation. Die Stoffbeschreibungen von Matrix und Fasern sind identisch, die Fasern sind ideal an die Matrix angebunden und es wurden keine Schadensmodelle implementiert.

Für kürzere Rechenzeiten wurde nur ein Viertel der CuMMC-Probe simuliert, was aufgrund der Spannungssymmetrien in rotationssymmetrischen Bauteilen unkritisch ist (Abb. 4-15). In der FEM-Simulation werden die realen geometrischen Bedingungen der CuMMC-Probe wiedergegeben. Das heißt, der Faservolumenanteil wird über die Anzahl der Verstärkungsfasern eingestellt und entspricht einem realistischen Wert. Abb. 4-15 zeigt das verwendete FE-Modell mit einem Faservolumenanteil von $V_f=14,4\%$.

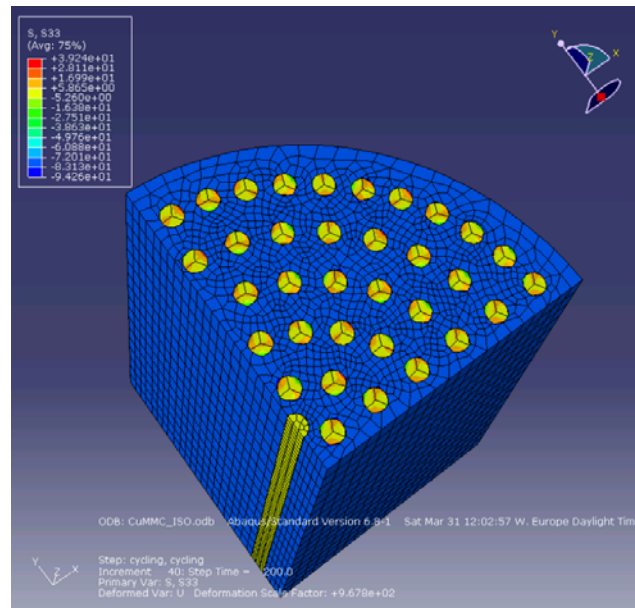


Abb. 4-15: FEM-Modell der viertel CuMMC-Probe in ABAQUS

5 Ergebnisse

5.1 Entwicklung der Polymer-abgeleiteten-Faser

Der Optimierungsprozess der Faser am ISC wurde durch ihre Charakterisierung am IPP begleitet. Hierfür wurden zum einen Einzelfaserzugversuche durchgeführt, um E-Modul, Zugfestigkeit und Bruchdehnung zu bestimmen. Zum anderen wurde die Härte des SiC über Mikroindentationen bestimmt. Die Prinzipien beider Versuche werden in Kapitel 4.2 und 5.2 beschrieben. Je Charge standen hierfür mehr als hundert einzelne Fasern von ca. 10-13 cm Länge zur Verfügung. Da die Faserquerschnitte und ihre Form (elliptisch und rund) zwischen den Chargen stark variierten, wurde jede Bruchfläche nach dem Versuch unter dem Lichtmikroskop vermessen. Somit konnte die Bruchspannung anhand der tatsächlichen Bruchfläche berechnet werden.

Für das Erreichen einer homogenen und hohen Faserfestigkeit spielen die Defektdichte und -größe innerhalb der Faser eine entscheidende Rolle. In der Frühphase der Optimierung wurde diesbezüglich ein Vergleich zweier Chargen im Zugversuch angestellt. Wie Tab. 5-1 zeigt, nimmt die Festigkeit mit zunehmender Einspannlänge L_0 ab, was auf eine zunehmende Anzahl von Defekten zurückzuführen ist. Das gleiche Verhalten tritt mit größer werdendem Faserdurchmesser auf und ist als Faserparadoxon bekannt [45, 46]. Tab. 5-2 zeigt die Festigkeitsentwicklung der letzten untersuchten Chargen in Abhängigkeit vom Faserquerschnitt mit der höchsten Festigkeit bei kleinstem Faserquerschnitt. Hohe Standardabweichungen der Einzelfaserzugversuchsergebnisse weisen ebenfalls auf große, sporadisch auftretende Defekte hin. Die Faserfestigkeit ist stark inhomogen über die Länge. Als Beispiele für deutliche Defekte sind Partikeleinschlüsse (Abb. 5-1b) und Lumenbildung (Hohlräume) (Abb. 5-1a) zu nennen. Letzteres trat mit der Faseroptimierung nicht mehr auf. Die Einschlüsse konnten durch EDX Scans als MgO und Al identifiziert werden und treten vermutlich aufgrund der Faserablage auf Aluminiumfolie auf.

Tab. 5-1: Polymer-abgeleitete-Faser, Vergleich verschiedener L_0

Charge		$L_0=10$	$L_0=20$	$L_0=30$	$L_0=40$	$L_0=50$	Alle
1 24.06.2010	Mittelwerte R_m [MPa]	246.8	---	218.1	171.4	---	219.7
	STABW [MPa]	109.1	---	52.3	62.9	---	89.1
	Versuche:	13	---	6	6	---	25
2 27.07.2010	Mittelwerte R_m [MPa]	---	337.5	431.5	363.1	231.9	321.9
	STABW [MPa]	---	23.5	148.1	150.2	70.8	114.9
	Versuche:	---	3	3	4	6	16

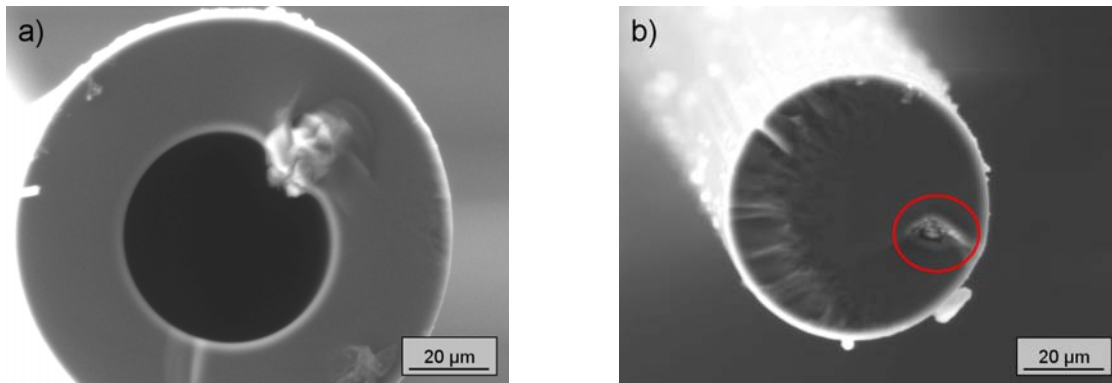


Abb. 5-1: Polymer-abgeleitete-Faser in REM-Aufnahmen im ESEM-Modus
a) Lumenbildung Faser
b) Aluminium Verunreinigung (roter Kreis) in Faser

Tab. 5-2 verdeutlicht die Querschnitts- und Festigkeitsverbesserung der Fasern über den Optimierungszeitraum. Dabei hat sich herausgestellt, dass die Spinnlösungsviskosität vor allem die Faserquerschnittsform beeinflusst und die anschließende Trocknungszeit großen Einfluss auf Faserfestigkeit hat. Die Härteangaben sind durch Mikroindention mittels Berkovich-Indenter gewonnen worden. Nähere Angaben hierzu sind in Kapitel 5.2 zu finden. Jeder in Tab. 5-2 angegebene Datenpunkt entspricht etwa 50-100 Indentationen.

Es ist festzuhalten, dass durch schrittweise Verbesserung der Herstellung die zum Ziel gesetzte runde Faserform mit einem Durchmesser von über 100 µm erreicht werden konnte. Hinsichtlich der Faserfestigkeit und der nötigen Faseranzahl zur Herstellung eines CuMMCs ist der Laboraufbau hingegen zu stark limitiert. Weiterhin ist die Steifigkeit bzw. das E-Modul der Faser um Faktor 2-3 niedriger als im Vergleich zur SCS0-Referenzfaser. Ein zusätzlicher Sinterschritt könnte die Steifigkeit erhöhen. Dennoch hat die Faser vor allem in Bezug auf ihre Festigkeit noch deutliches Verbesserungspotential. Es wurden bereits deutliche Fortschritte erzielt, die durch einen verbesserten Neuaufbau der Herstellungsrouten nochmals gesteigert werden könnten.

Die in Tab. 5-2 angegebene Charge 8 stellt den besten Kompromiss zwischen großem Querschnitt und hoher Festigkeit dar. Mit diesen Fasern wurden weitere Untersuchungen bezüglich der Kompositherstellung durchgeführt.

Tab. 5-2: Entwicklung der Polymer-abgeleiteten-Faser

Charge	Viskosität [Pas]	Trocknungszeit [d]	Faserquerschnitt		R_m [MPa]	E-Modul [GPa]	Härte [GPa]
3 09.09.2010	400	15	elliptisch 117x84 µm	Mittelwerte:	324.6	97.0	12.7
			Testanzahl = 12	STABW:	122.9	14.4	0.9
4 09.09.2010	400	19	elliptisch 115x80 µm	Mittelwerte:	314.4	87.6	---
			Testanzahl = 7	STABW:	111.2	14.5	---
5 29.09.2010	907	33	rund \varnothing 66 µm	Mittelwerte:	764.7	143.4	13.2
			Testanzahl = 10	STABW:	187.7	45.7	2.1
6 29.09.2010	907	33	rund \varnothing 65 µm	Mittelwerte:	1054.9	162.5	---
			Testanzahl = 20	STABW:	242.8	9.5	---
7 29.09.2010	907	30	elliptisch 115x92 µm	Mittelwerte:	985.2	162.5	14.4
			Testanzahl = 11	STABW:	171.4	10.0	1.4
8 13.12.2010	974	30	rund \varnothing 105 µm	Mittelwerte:	778.8	162.8	15.9
			Testanzahl = 20	STABW:	178.7	10.9	0.6

5.2 Ergebnisse der Mikroindentationsversuche

Begleitend zur Verbesserung der Polymer-abgeleiteten-Faser wurden Mikroindentationsversuche auf den Faserquerschnitten durchgeführt, um Informationen über die Härte des SiC zu gewinnen. Hinzu kommt der Vergleich zum konventionell CVD-abgeschiedenen SiC der Sigma SM1140+ Faser.

Um auf dem Faserquerschnitt prüfen zu können, wurden die Fasern in senkrechter Lage in Einbettmittel eingegossen. Die daraus entstehenden Scheiben werden beidseitig bis zu den Faserenden abgeschliffen und poliert.

Die Versuche wurden an dem Prüfaufbau NanoTest 600 durchgeführt, dessen Funktionsweise bei Newey [139] beschrieben ist. Als definierter Prüfkörper dient eine dreiseitig Pyramide, ein so genannter Berkovich-Indenter [140]. Diese Geometrie erlaubt eine sehr genaue Kontaktflächenbestimmung, die für die Messgenauigkeit entscheidend ist. Die Auswertung des Versuchs erfolgt hier nicht optisch, wie beispielsweise bei der Vickers-Härtebestimmung, sondern anhand der Aufzeichnungen des Kraft-Weg-Verlaufs während der Indentation bis hin zur vollständigen Entlastung. Für die Messungen beider SiC-Fasern wurde eine Prüfkraft von 50 mN verwendet. Je nach Härte der Faser entspricht dies einer Eindringtiefe von ca. 250-450 nm.

Abb. 5-2a zeigt insgesamt 30 Mikroindentationen auf einem Sigma-Faserquerschnitt. Alle Indentationen wurden mit einer Last von 50 mN durchgeführt und haben einen identischen Abstand zueinander. Die Ergebnisse für die Wolframseele sind kritisch zu betrachten, da die geringere Härte des Wolframfaserkerns zu höheren Eindringtiefen führt und der Abstand zwischen den Indentationen zu klein ist. Dies führt zur gegenseitigen Beeinflussung der einzelnen Indentationen und geht in die Härtemessung ein. Ein Mindestabstand von 3 Indenterdiagonalen ist daher einzuhalten. Über den Faserradius ist im SiC-Mantelbereich ein kontinuierlicher Abfall von Härte und E-Modul festzustellen. Dies deckt sich mit Beobachtungen von Garcia-Leiva [82] und ist auf die Änderung der Morphologie über den Radius zurückzuführen (Vergleich Kapitel 3.2). Bei der Untersuchung der Polymer-abgeleiteten-Faser war ein ähnliches Verhalten nicht festzustellen. Im Rahmen der Fehlergenauigkeit besitzen die Polymer-abgeleiteten-Fasern über den gesamten Querschnitt eine konstante Härte. Verglichen mit Charge 8 dieser Fasern (Vergleich Tab. 5-2), ist das CVD-abgeschiedene SiC der Sigma-Faser jedoch um etwa Faktor 2 härter als die letzte untersuchte Entwicklungsstufe der Polymer-abgeleiteten-Faser.

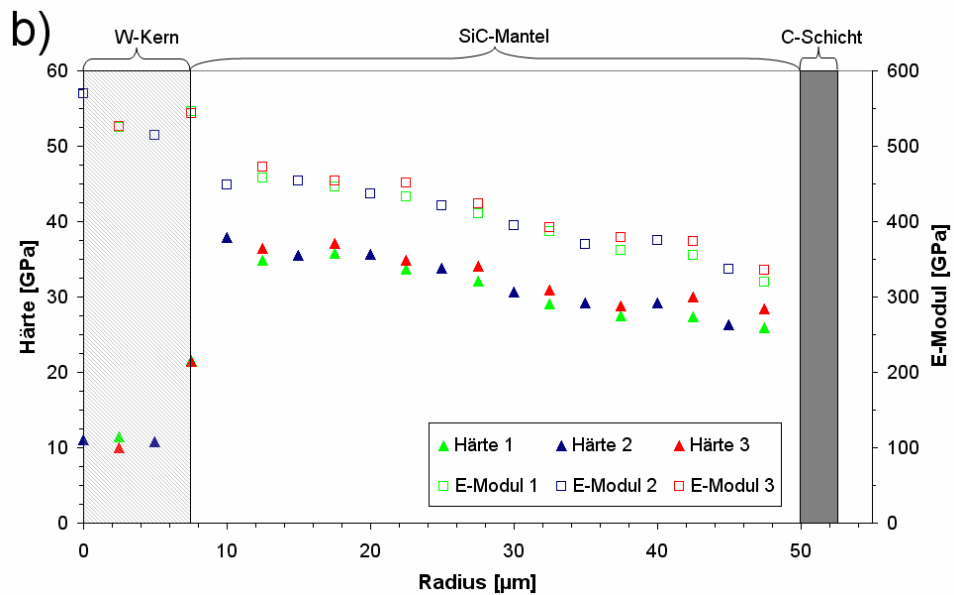
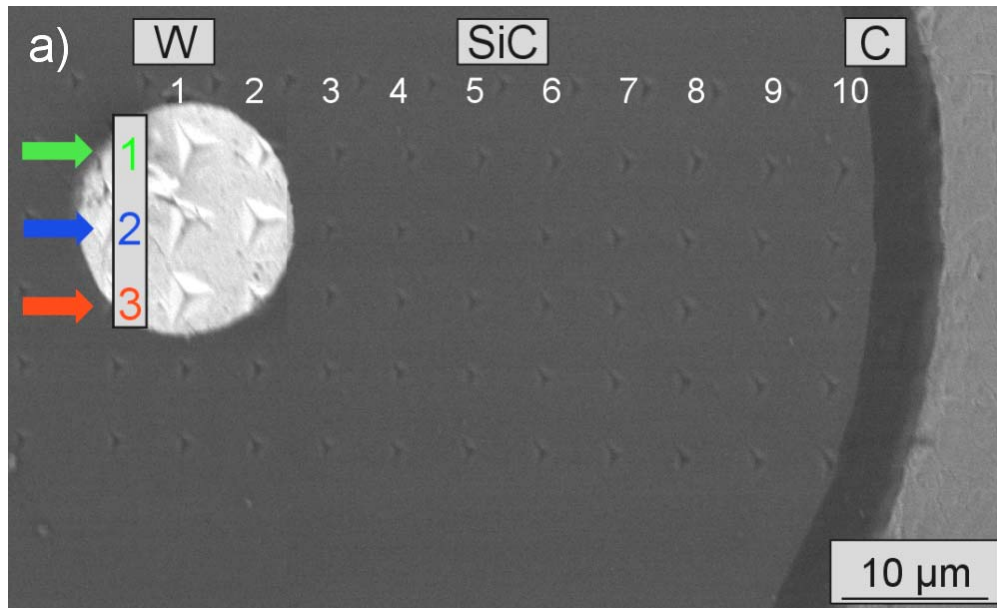


Abb. 5-2: a) Mikroindentationen aus Sigma-Faser in 3 Reihen mit jeweils 10 Indentationen
b) Härte und E-Modul Verlauf über den Sigma-Faserradius

5.3 Ergebnisse Einzelfaserzugversuche

Die einzelnen Schritte der Kompositherstellung beeinflussen die Festigkeit der Verstärkungsfasern und damit die Leistungsfähigkeit des Komposits nachhaltig. Durch Einzelfaserzugversuche konnten Zugfestigkeit, E-Modul und Bruchdehnung ermittelt und für verschiedene Stadien der Herstellung verglichen werden (nach [112, 114]). Tab. 5-3 enthält die Versuchsübersicht der verschiedenen Faserzustände für beide Faserarten.

Tab. 5-3: Zustandsübersicht Einzelfaserzugversuche

Zustandsbeschreibung	Polymer-abgeleitete- Faser	Sigma SM 1140+
Faser Rohzustand	durchgeführt	durchgeführt
gesputtert	durchgeführt (Ti-Ta-C)	durchgeführt (Ti)
gesputtert + WB	durchgeführt	durchgeführt
gesputtert + galvanischem Cu + WB 1h	durchgeführt	durchgeführt
gesputtert + galvanischem Cu + WB 1h + 400h	nicht durchgeführt	durchgeführt
Fasern aus CuMMC gelöst	nicht durchgeführt	durchgeführt

Die Versuchsdurchführung und Auswertung ist in Kapitel 4.2 beschrieben.

5.3.1 Polymer-abgeleitete-Faser

Abweichend von der DIN-Norm zur Bestimmung mechanischer Eigenschaften von monolithischen Keramiken [114] wurde für die Berücksichtigung der statistischen Ergebnisverteilung keine Zweiparameter-Weibull-Verteilung verwendet. Die zum Prüfungszeitpunkt in der Entwicklung befindlichen Polymer-abgeleiteten-Fasern befanden sich nicht im dafür vorgesehenen Zustand. Zur Prüfung lagen Einzelfilamente vor, die in Folge der Trocknung partiell stark deformiert und nicht perfekt gerade waren. Die Norm sieht in diesem Fall keine vorherige Auslese potentiell schwächerer Fasern vor und kann demnach bezüglich der Auswertung nicht angewendet werden.

Die Angabe der statistischen Ergebnisverteilung erfolgt daher über die Standardverteilung, obwohl dies ebenfalls keine exakte Aussage darstellt. Dies erlaubt lediglich eine qualitative Betrachtung der Ergebnisstreuung.

Für die Einflussuntersuchung der CuMMC Herstellungsphasen auf die Faserfestigkeit wurde die Charge 8 der Faserentwicklung (Tab. 5-2) ausgewählt.

Tab. 5-4: Einzelfaserzugversuchsergebnisse Polymer-abgeleitete-Faser

Charge	\varnothing [μm]	Zwischen-schicht	1-WB H ₂ -Ausgasen	galv. Cu	Testanzahl	R _m [MPa]		E-Modul [GPa]		Bruchdehnung [%]	
						MW [MPa]	STABW [MPa]	MW [GPa]	STABW [GPa]	MW [%]	STABW [%]
8	105	---	---	---	20	778.8	178.7	162.8	10.9	0.49	0.14
8	105	ja	---	---	20	769.0	122.5	144.3	4.3	0.51	0.15
8	105	ja	ja	---	20	721.4	118.6	145.1	2.9	0.50	0.09
8	218-260	ja	ja	ja	13	257.4	56.1	35.7	3.6	0.74	0.18

Wie bereits im Kapitel 5.1 beschrieben, ist der Zustand der Faser stark durch den Herstellungsprozess im Labormaßstab beeinflusst. REM Aufnahmen an Faserbruchflächen nach dem Zugversuch zeigten teilweise Einschlüsse von Verunreinigungen innerhalb der Faser.

Abb. 5-3a zeigt eine Fehlstelle von mehr als 5 μm Größe in einer Faser, die ein R_m von 583 MPa erreichte und damit etwa 25 % weniger als der in Tab. 5-4 angegebene Mittelwert. Bezogen auf den Faserquerschnitt sind diese Fehlstellen sehr groß, aber nicht zahlreich über die Faserlänge verteilt. Bei dem für die Zugversuche gewählten $l_e=25$ mm traten Faserbrüche durch große Fehlstellen nur vereinzelt auf. Dennoch wird ihr Einfluss anhand der großen Standardabweichungen im Verhältnis zur Faserfestigkeit deutlich.

In dem abgebildeten Bruchflächenbeispiel (Abb. 5-3) konnte in der Fehlstelle mittels EDX Aluminium nachgewiesen werden. Andere Faserbruchflächen zeigten Magnesiumverunreinigungen.

Dieses Problem konnte innerhalb der hier untersuchten Entwicklungsschritte der Faser nicht beseitigt werden. Als mögliche Ursachen sind Filterverunreinigungen innerhalb der Handschuhbox oder die Faserablage auf Al-Folie zu nennen. Genauer wurde nicht identifiziert.

Es ist davon auszugehen, dass ein Transfer der Herstellungsrouten in eine vertikale, kontinuierlich arbeitende Prozesskette ohne Faserablage, eine potentielle Lösung für die Probleme durch Fasereinschlüsse darstellt. Dünnere SiC-Fasern werden am ISC so bereits im vorindustriellen Technikumsmaßstab hergestellt.

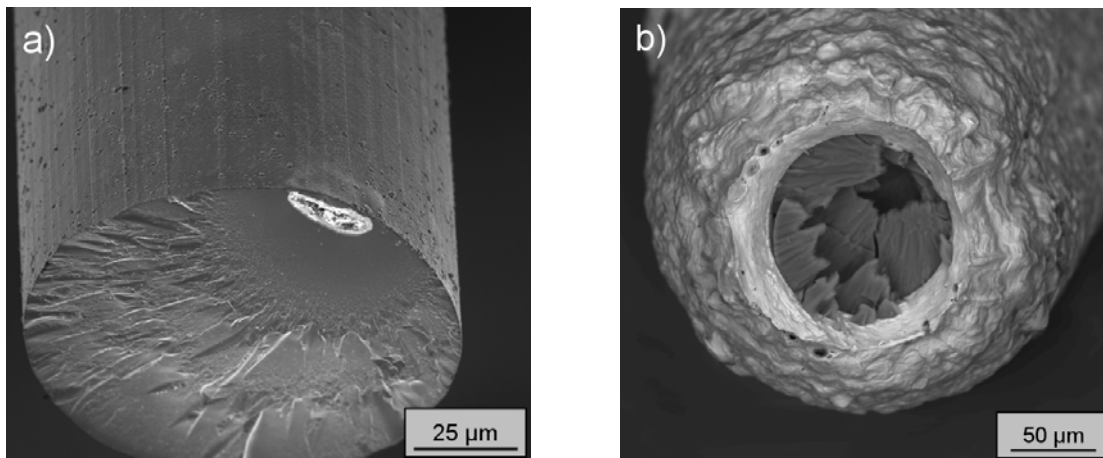


Abb. 5-3: a) Faserbruchfläche mit Al-Einschluss
b) galv. Cu Faserbruchfläche

Sowohl nach Beschichtung mit der Ti-Ta-C Zwischenschicht als auch nach der anschließenden 1. Wärmebehandlung zur CuMMC-Herstellung (Kapitel 3.4) ist kein signifikanter Festigkeitsabfall in der Faser nachweisbar (Tab. 5-4).

Die Testergebnisse der galvanisch beschichteten Einzelfasern (Tab. 5-4) liegen bereits unterhalb der zum Ziel gesetzten Festigkeit von 300 MPa für das CuMMC. Daher ist davon auszugehen, dass die Zielstellung unter Verwendung der Polymer-abgeleiteten-Fasern nicht erreichbar sein wird. Der Faservolumenanteil der geprüften Fasern lag zwischen 16,3-23,2 %. Die Faserbruchfläche in Abb. 5-3b zeigt, dass Faserbruchstücke nach dem Zugversuch an der Matrix haften, was auf eine gute Faser-Matrix-Anbindung schließen lässt.

Das E-Modul der Polymer-abgeleiteten-Faser (~150 GPa) ist im Vergleich zu CVD-abgeleiteten SiC Fasern (~400 GPa; Tab. 5-5) sehr viel geringer. Da die Faser lediglich pyrolysiert wurde, ist sie nicht vollständig kristallin [102] und daher weniger steif. Es ist anzunehmen, dass ein zusätzlicher Sinterschritt das E-Modul durch verstärkte Kristallisation deutlich steigern würde.

5.3.2 Sigma SM 1140+ Faser

Neben den ermittelten Parametern der Weibull-Verteilung sind in Tab. 5-5 die Mittelwerte und Standardabweichungen angegeben, um einen qualitativen Vergleich zu den Ergebnissen der Polymer-abgeleiteten-Fasern zu ermöglichen.

Tab. 5-5: Einzelfaserzugversuchsergebnisse Sigma SM 1140+

Charge	ø [µm]	Zwischen-schicht	1. WB H ₂ -Ausgasen	galv. Cu	2. WB Auslagern	geHIpt und aufgelöst	Testanzahl	Weibull Analyse			R _m [GPa]		E-Modul [GPa]		Bruchdehnung [%]	
								β	σ ₀	b	MW [GPa]	STABW [GPa]	MW [GPa]	STABW [GPa]	MW [%]	STABW [%]
1	105	---	---	---	---	---	18	14.3	3.462	0.923	3.339	0.295	375.4	23.4	0.77	0.14
2	105	---	---	---	---	---	26	31.0	3.266	0.947	3.212	0.120	344.0	18.6	0.77	0.12
2	105	ja	---	---	---	---	31	21.5	3.291	0.957	3.211	0.178	352.7	20.4	0.78	0.09
2	105	ja	ja	---	---	---	22	13.9	2.735	0.938	2.642	0.212	354.5	31.6	0.64	0.13
2	177-236	ja	ja	ja	---	---	38	6.1	0.927	0.964	0.866	0.144	87.8	17.2	1.01	0.23
1	205-242	ja	ja	ja	ja	---	29	11.8	0.859	0.953	0.805	0.130	85.5	8.9	0.87	0.15
2	105	ja	ja	(ja)	---	ja	30	9.2	2.853	0.955	2.725	0.291	371.9	26.8	0.71	0.12

Die Herstellung der CuMMC-Proben erfolgte aus zwei verschiedenen Chargen der Sigma-Faser. Der Zugfestigkeitsvergleich zeigt keine gravierenden Unterschiede für die unbehandelte Faser. Charge 1 ist im Mittel etwas fester, dafür streuen die Resultate etwas stärker.

Nach der 1. Wärmebehandlung für die CuMMC-Herstellung (Abb. 3-7a) fällt die Zugfestigkeit der beschichteten Sigma-Faser im Mittel um ~17 % ab. Diese Schädigung ist bereits aus Untersuchungen von Paffenholz und Köck [42, 44] für vergleichbare Fasern bekannt. Als Begründung wird die Zwischenschichtreaktion zu TiC und Cu₄Ti an der Faseroberfläche genannt. Diese ist für die Verstärkungswirkung jedoch essentiell (Kapitel 3.3.2).

Herauszustellen ist der Vergleich zwischen den Ergebnissen nach der ersten Wärmebehandlung und den herausgelösten, geHIpten Fasern. Hierbei handelt es sich um Fasern, welche aus einem bereits geHIpten CuMMC durch die in Kapitel 3.4 beschriebene Lösung ausgelöst wurden. Für den Vergleich ist zu berücksichtigen, dass die freie Einspannlänge L₀ der gelösten Fasern nur 10 mm betrug, da die Kapselgröße des CuMMCs kein L₀ von 25 mm zuließ. Ausgehend von homogen verteilten Fehlern über die Faserlänge ist

für die kleinere Einspannlänge eine größere Faserfestigkeit zu erwarten. Die ausgelösten Fasern sind in ihrer Festigkeit demnach absolut vergleichbar mit den beschichteten Fasern nach der ersten Wärmebehandlung. Somit konnte keine unmittelbare Faserschädigung durch das HIPen nachgewiesen werden.

Verglichen mit der Rohfaser führt jede Zustandsänderung durch Beschichtung bzw. Wärmebehandlung zu einer Varianzerhöhung in den Ergebnissen. Dies ist ebenfalls in den Weibull-Parametern und der aufgetragenen Ausfallwahrscheinlichkeit nachvollziehbar (Abb. 5-4a).

Bezüglich des E-Moduls und der Bruchdehnung sind die Werte für alle nicht galvanisch beschichteten beziehungsweise gelösten Faserzustände vergleichbar.

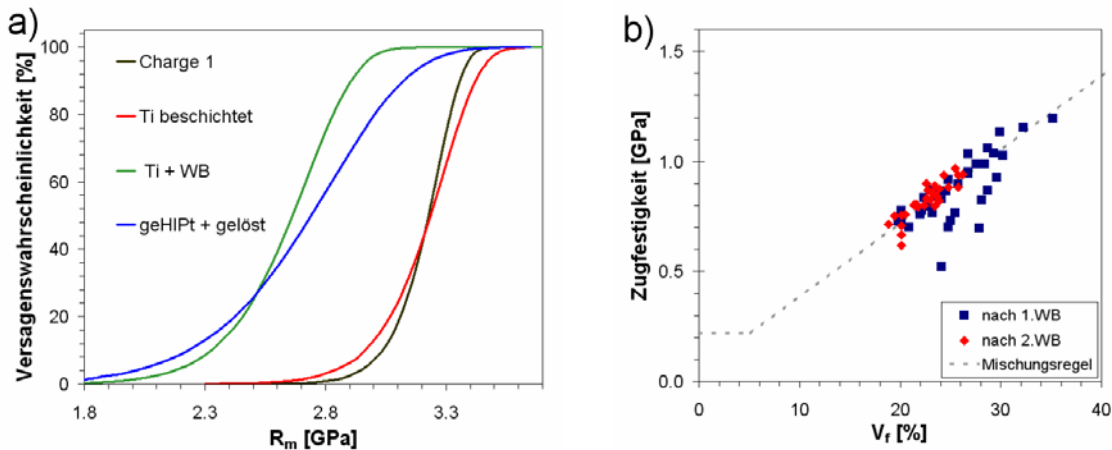


Abb. 5-4: a) Sigma-Faser Versagenswahrscheinlichkeit nach Weibull-Parametern; b) Einzelfaserzugversuchsergebnisse für galvanisch beschichtete Sigma-Fasern

Die Ergebnisse für galvanisch beschichtete Einzelfasern müssen etwas gesondert betrachtet werden, da es sich hierbei um Einfaser-verstärktes-Kupfer handelt und in Abhängigkeit der Schichtdicke der Faservolumenanteil V_f variiert. Für eine exakte Bestimmung der Zugspannung wurden alle geprüften Fasern hinsichtlich ihres Querschnitts unterm REM vermessen.

Jeder Datenpunkt in Abb. 5-4b entspricht einem Einzelfaserzugversuch. Die gestrichelte Linie entspricht dem theoretischen nach linearer Mischungsregel (Gleichung (2-1)) errechneten Spannungsverlauf in Abhängigkeit des Faservolumenanteils. Die gute Übereinstimmung zu den Versuchsergebnissen lässt auf eine gute Faser-Matrix-Anbindung schließen. Unterschiede sind wiederum dem spröden Faserverhalten zuzuschreiben. Weiterhin ist keine Verringerung der Zugfestigkeit für die galvanisch beschichteten Einzelfasern nach Auslagerung (2. Wärmebehandlung; 400 h bei 550°C) erkennbar.

Abb. 5-5 zeigt die Bruchfläche einer galvanisch beschichteten Einzelfaser nach dem Zugversuch. Darin ist eine sehr starke plastische Verformung des Kupfermantels mit entsprechender Einschnürung an der Bruchkante zu erkennen. Die Kohlenstoffbeschichtung der Sigma-Faser haftet nach dem Bruch weiterhin an der Kupfermatrix, wodurch die Push-Out-Ergebnisse hinsichtlich der sehr guten Faser-Matrix-Anbindung nochmals bestätigt werden.

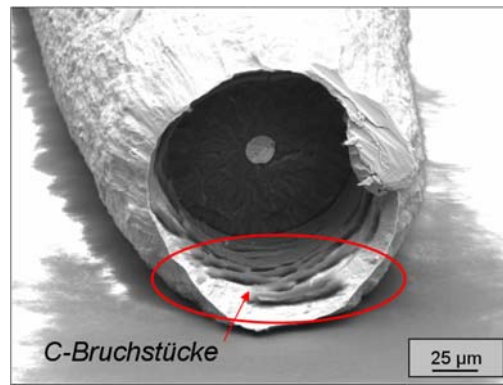


Abb. 5-5: Bruchfläche einer galvanisch beschichteten Sigma-Faser; REM Aufnahme BSE-Mode

5.3.3 Einzelfaserzugversuch Ergebnisvergleich

Die Zugfestigkeit der galvanisch beschichteten Fasern folgt der linearen Mischungsregel in Abhängigkeit zum Faservolumenanteil V_f . Unter idealen Faser-Matrix Anbindungsverhältnissen kann die theoretisch erreichbare maximale Festigkeit des CuMMCs berechnet werden (Gleichung (2-1)). Hierfür wird neben der Einzelfaserfestigkeit die Festigkeit des Matrixmaterials Kupfer benötigt ($\sigma_{Cu,max}=221$ MPa, $E_{Cu}=110$ GPa; [44]). Aufgrund der stark unterschiedlichen Bruchdehnungen von duktilem Kupfer gegenüber der Keramikfaser ε_{Faser} wird die maximale Festigkeit der Matrix im MMC nicht ausgenutzt. Stattdessen muss in die Abschätzung der Spannungswert des verwendeten Kupfers bei entsprechender Bruchdehnung der Verstärkungsfaser einfließen $\sigma_{Cu,\varepsilon_{Faser}}$ (vgl. Kapitel 2.3).

Durch Gleichsetzen von $\sigma_{Cu,max}$ und $\sigma_{Komposit}$ kann aus Gleichung (2-1) der kritische Faservolumenanteil $V_{f,krit}$ abgeleitet werden. Erst bei Faserverstärkungen größer $V_{f,krit}$ tritt überhaupt eine Verstärkungswirkung der Fasern im Kupfer ein und die lineare Mischungsregel wird anwendbar.

Tab. 5-6: Abschätzung Faserverstärkung

Faser	σ_{Cu} [MPa]	$\sigma_{Cu,\varepsilon_{Faser}}$ [MPa]	σ_{Faser} [MPa]	ε_{Faser} [%]	$V_{f,krit}$ [%]	V_f für $\sigma_{CuMMC}=300$ MPa [%]
Polymer-abgeleitete	221	40	779	0.5	25.9	37.2
Sigma SM1140+	221	50	2735	0.77	6.4	9.3

Für die experimentell ermittelten Faserfestigkeitswerte ergeben sich die in Tab. 5-6 angegebenen Werte für $V_{f,krit}$ sowie der theoretisch nötige Faservolumenanteil für das Erreichen einer CuMMC-Festigkeit von 300 MPa bei Raumtemperatur und der entsprechenden Verstärkungsfaser.

In der Literatur wurden bei vergleichbaren Stoffsystemen aus Cu-Matrix und SiC-Fasern von Peters (SCS6/CuCrZr, $V_{f,krit}=5-6\%$; [132]) und Paffenholz (SCS6/Cu, $V_{f,krit}=4\%$; [44]) im Bezug auf die Sigma Faser ähnliche Werte ermittelt.

Die Polymer-abgeleitete-Faser zeigt im hier untersuchten Zustand starke Festigkeitslimitierung gegenüber der Sigma Faser. Hohe Werte für $V_{f,krit}$ und dem nötigen Faservolumenanteil zum Erreichen der mechanischen Zielstellung für das CuMMC verdeutlichen dieses Ergebnis. In Bezug auf die anvisierte Wärmeleitfähigkeit von $200 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ für das CuMMC ist bei hohem V_f nicht von einer Realisierung auszugehen (siehe theoretische Abschätzung Abb. 4-11).

Von diesen Resultaten ausgehend wurde von der Herstellung eines CuMMCs mit Polymer-abgeleiteten-Fasern Abstand genommen. Die Charakterisierungsergebnisse des CuMMCs sind daher ausschließlich im Zusammenhang mit Sigma Fasern zu betrachten.

5.4 Ergebnisse Faser-Push-Out Versuche

Die Push-Out-Versuche dienen zur Verifizierung der Zwischenschichtfunktionalität im Hinblick auf die Faser-Matrix-Anbindung.

Aufgrund der geringen Faserquerschnitte von rund $100\ \mu\text{m}$ musste für die Versuche ein Wolframcarbid-Indenter mit $60\ \mu\text{m}$ Durchmesser verwendet werden, um eine Positionierung über der Faser zu ermöglichen. Durch den Indenter ist die maximal mögliche Push-Out-Kraft limitiert, da zu hohe Kräfte zum Bruch des Indenters führen. Die Härte des Indentermaterials ist somit für die Maximalkraft maßgebend und über Wolframcarbid hinaus kaum mehr zu verbessern. Dies hat zur Folge, dass die Probenscheiben besonders bei sehr guter Faser-Matrix-Anbindung nur bis zu einer begrenzten Dicke geprüft werden können. Darüber hinaus wird das Kraftlimit erreicht.

5.4.1 Polymer-abgeleitete Faser

Die Push-Out-Ergebnisse bestätigten die bereits aus den REM-Aufnahmen der Einzelfaserzugversuche (Abb. 5-3b) getroffene Annahme einer sehr guten Anbindung zwischen Faser und Matrix.

Abb. 5-6a zeigt eine aus der Matrix gedrückte Faser inklusive anhaftender Zwischenschicht. Des Weiteren ist die deutliche plastische Deformation der Cu-Matrix zu erkennen, die auf entsprechend hohe Spannungen während des Versuchs hinweist.

Die zum Teil erhebliche Streuung in den Resultaten in Abb. 5-6b erklärt sich wiederum durch den Entwicklungszustand der Faser. Fehlstellen durch Einschlüsse sowie geringe Härte (Kapitel 5.1) führen zum Brechen der Faser während des Versuchs. Da diese somit nicht auswertbar und ungültig sind, ist die Statistik für höhere Probendicken und damit größere benötigte Kräfte entsprechend schlecht. Eine Berechnung der Grenzflächen-Haftscherfestigkeit aus diesen Daten wäre nicht aussagekräftig.

Dennoch bestätigen die Push-Out-Versuche die Eignung des Ti-Ta-C-Zwischenschichtsystems (Kapitel 3.3.1) für die Polymer-abgeleitete-Faser, da die Kraft-Weg-Verläufe der einzelnen Versuche den für ein Grenzschichtversagen charakteristischen Verlauf aufweisen (wie Abb. 4-2b). Hinzu kommt, dass die erreichten Kräfte um mehr als Faktor 2 höher liegen als die Push-Out-Ergebnisse von Köck [56] für unbeschichtete SCS0-Fasern (*Specialty Materials Inc.*) in Kupfer.

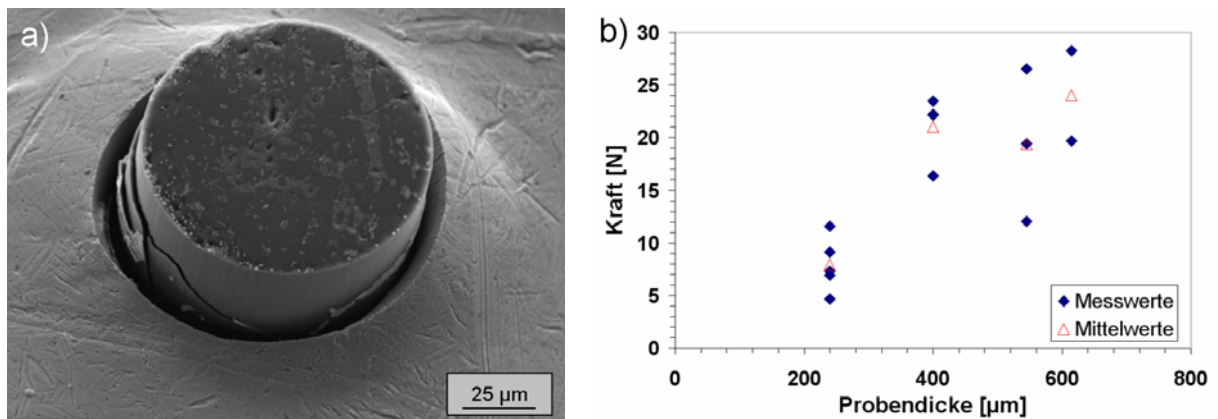


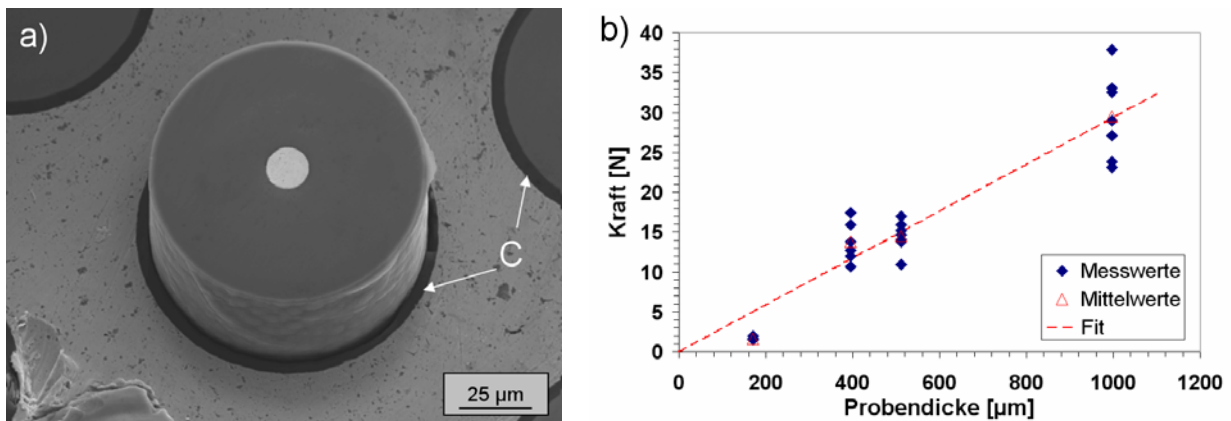
Abb. 5-6: a) Polymer-abgeleitete-Faser nach Push-Out-Versuch, REM-Aufnahme; b) Ergebnisse Push-Out-Versuche

5.4.2 Sigma-Faser

Für die Sigma-Faser mit Ti-Zwischenschicht zur Cu-Matrix lassen die Push-Out-Ergebnisse erkennen, dass die Anbindungsschwachstelle nicht zwischen Faser und Matrix sondern innerhalb der Faser liegt. Die REM-Aufnahme in Abb. 5-7a zeigt das Versagen zwischen C-Schicht und SiC-Mantel innerhalb der Faser. Die intakte Kohlenstoffschicht ist in der Abbildung markiert. Die Anbindung an die Cu-Matrix ist somit besser als die Bindung innerhalb der Faser.

Nach dem in Kapitel 4.3 beschriebenen Verfahren kann die Grenzflächenhaftscherfestigkeit zwischen SiC-Mantel und C-Schicht der Sigma Faser mit $\tau_d=89$ MPa angegeben werden. Die gestrichelte rote Linie in den dargestellten Ergebnissen (Abb. 5-7b) entspricht der mit diesem Wert gefitteten Kurve nach Gleichung (4-5).

Das gleiche Grenzflächenversagen wurde für SCS6-Fasern im Push-Out-Versuch festgestellt. Brendel [53] bestimmte für die Grenzflächenhaftscherfestigkeit im CuMMC mit SCS6-Fasern einen Wert von $\tau_d=70$ MPa.



5.5 Ergebnisse mechanische Charakterisierung CuMMC

Gemäß den Schlussfolgerungen aus Kapitel 5.3.3 wurden nur Kompositproben mit unidirektionaler Verstärkung durch Sigma-Fasern erstellt. Wird im Folgenden über Ergebnisse des CuMMCs berichtet, so bezieht sich dies ausschließlich auf Faserverstärkungen mit Sigma-Fasern.

Die Versuchsdurchführung sowie die Auswertung sind in Kapitel 4.4 beschrieben.

5.5.1 Zugfestigkeit CuMMC

Abb. 5-8 zeigt den Spannungs-Dehnungs-Verlauf einiger CuMMC-Zugversuche mit verschiedenen Faservolumenanteilen bis zum Bruch aller SiC-Monofilamente innerhalb der CuMMC-Probe. Im weiteren Verlauf wird dieses Versagen als Bruch des Faserbündels bezeichnet. Die erreichten Bruchdehnungen liegen im Bereich der Einzelfaserzugversuchsergebnisse (Tab. 5-5). Sowohl die Zugfestigkeit als auch das E-Modul steigen mit zunehmendem V_f . Die Bruchdehnung lässt jedoch keinen Zusammenhang zu V_f erkennen.

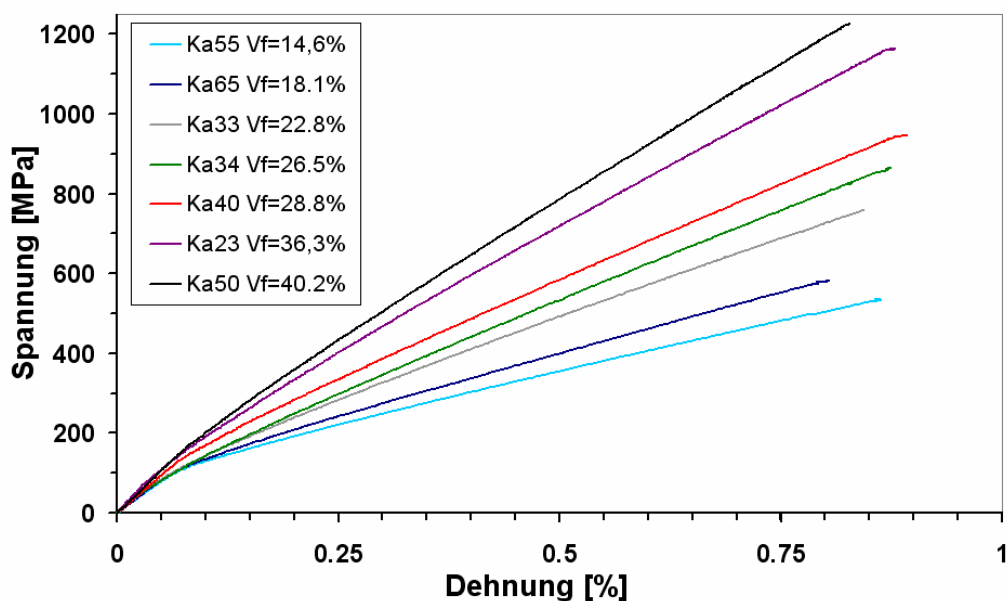


Abb. 5-8: Spannungs-Dehnungs-Verläufe ausgewählter CuMMC-Zugversuche bei RT

Tab. 5-7 enthält die Ergebnisse aller durchgeführten Zugversuche für Raumtemperatur und 300°C. Um die Datenlage der zyklischen Versuche zu verbessern (Vergleich Kapitel 4.4.2 und 5.5.3), wurden einige CuMMC-Proben zyklisch beansprucht (100 Zyklen) und anschließend im Zugversuch bis zum Bruch belastet. Die Dehnungsschwingbreiten dieser Versuche wurden so gewählt, dass eine Schädigung des CuMMCs durch einzelne Faserbrüche auszuschließen ist. Die entsprechenden Werte sind sowohl in Tab. 5-7 grau gekennzeichnet, als auch in den Abb. 5-9a und b gesondert hervorgehoben. Durch die zyklischen Versuche kann es zur Verfestigung innerhalb der Kupfermatrix kommen, wodurch initiale Eigenspannungen beeinflusst werden. Diese Thematik wird in folgenden Kapiteln eingehender behandelt (Kapitel 5.5.3 und 5.8.2). Die Abb. 5-9a und b zeigen keine signifikante Abweichung zwischen den Zugversuchsergebnissen mit zyklischer Belastung und

denen ohne. Dies spricht dafür, dass die Proben durch die zyklische Last nicht signifikant geschädigt wurden.

Neben Zugfestigkeit, E-Modul und der Bruchdehnung sind in Tab. 5-7 Werte für die theoretische Zugfestigkeit nach der linearen Mischungsregel (Kapitel 2.3) enthalten. Wie bereits in Kapitel 5.3.3 beschrieben, kann mit bekannten Festigkeitswerten sowie V_f nach Gleichung (2-2) die maximal erreichbare Verstärkungswirkung abgeschätzt werden. Die Faserfestigkeit wurde aus den Einzelfaserzugversuchen (Tab. 5-5) entnommen. Für Kupfer wurde $\sigma_{Cu, \varepsilon_{Faser RT}} = 50 \text{ MPa}$ aus einem durchgeführten Versuch ermittelt und $\sigma_{Cu, \varepsilon_{Faser, 300^\circ\text{C}}} = 40 \text{ MPa}$ angenommen. Die Grenzflächenhaftscherfestigkeit wurde aus den Ergebnissen in Kapitel 4.5.1 für die Sigma-Faser ermittelt ($\tau_d = 89 \text{ MPa}$). Die Länge L_g der CuMMC-Probe ist in Abb. 4-3 mit 44 mm angegeben.

Für Raumtemperatur stimmen die theoretischen R_m -Werte sehr gut mit den experimentellen Daten überein. Kleinere Abweichungen einzelner Proben sind auf unterschiedliche CuMMC Qualität zurückzuführen. Unterschiedliche Gefügemerkmale wie Poren oder Korngrenzen können zu Streuungen in den experimentellen Ergebnissen führen. Darüber hinaus bleibt die modifizierte Mischungsregel (Kapitel 2.3) eine theoretische Abschätzung, die der Genauigkeit der Eingangsparameter unterliegt. Potentiell festigkeitssteigernde Mechanismen, wie beispielsweise Rissüberbrückung durch benachbarte Fasern oder die Steifigkeitserhöhung innerhalb der Matrix, werden von der modifizierten Mischungsregel nicht berücksichtigt. Der Vergleich zwischen Theorie und Praxis zeigt bei 300°C eine leicht größere Diskrepanz, was unter anderem auf einen zu hoch angenommenen Festigkeitswert für Kupfer bei dieser Temperatur zurückzuführen sein kann. Im Allgemeinen lassen die Ergebnisse auf eine sehr gute Faser-Matrix-Anbindung schließen, welche die Gültigkeitsvoraussetzung für die lineare Mischungsregel ist.

Im Allgemeinen liegen die Resultate in guter Übereinstimmung mit den Einzelfaserzugversuchen (Vergleich Abb. 5-4b) für Sigma-Fasern und bestätigen diese Ergebnisse für das CuMMC. In den Abb. 5-9a und b ist der berechnete Verlauf nach linearer Mischungsregel für Raumtemperatur in gestrichelten Linien visualisiert.

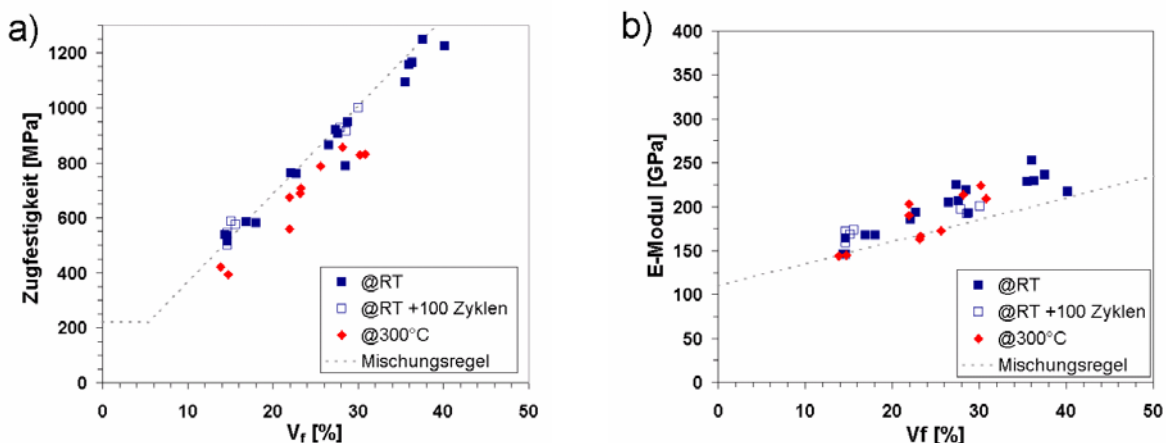


Abb. 5-9: a) Zugfestigkeit in Abhängigkeit von Faservolumenanteil und Temperatur
b) E-Modul in Abhängigkeit von Faservolumenanteil und Temperatur

Die Zugfestigkeit folgt der linearen Mischungsregel in sehr guter Übereinstimmung (Abb. 5-9a). Der Verlauf des E-Moduls über V_f wurde nach Gleichung (5-1) abgeschätzt, wobei $E_{\text{Matrix}} = 110 \text{ GPa}$ und $E_{\text{Faser}} = 360 \text{ GPa}$ (aus Tab. 5-5) verwendet wurden.

$$E_{\text{Komposit}} = (1 - V_f) \cdot E_{\text{Matrix}} + V_f \cdot E_{\text{Faser}} \quad (5-1)$$

Das E-Modul des CuMMCs verläuft linear steigend mit V_f , die theoretischen Werte liegen jedoch tendenziell niedriger als die Gemessenen (Abb. 5-9b). Als Begründung ist zum einen die einfache Abschätzung von Gleichung (5-1) zu nennen. Sie bezieht die Steifigkeitserhöhung in der Kupfermatrix nicht ausreichend ein, wodurch die theoretischen Werte niedriger liegen. Weiterhin werden mögliche Eigenspannungen im CuMMC durch Gleichung (5-1) nicht berücksichtigt.

Zum anderen gestaltet sich die experimentelle Ermittlung des E-Moduls bei Kupfer besonders schwierig. Kupfer verfügt über keine ausgeprägte Streckgrenze, was sich auf das CuMMC auswirkt und ebenfalls in Abb. 5-8 nachvollziehbar ist. Technisch wird zur Bestimmung des E-Moduls sehr oft die Dehngrenze $R_{p0,2}$ verwendet, die sich auf den Spannungswert bei 0,2 % Dehnung bezieht. Abb. 5-8 stellt dar, dass eine Verwendung von $R_{p0,2}$ im CuMMC zu fehlerhaften Resultaten des E-Moduls führen würde, da alle Spannungs-Dehnungs-Kurven bei diesem Dehnungswert bereits deutliche plastische Verformung zeigen. Aus diesem Grund wurde bei der E-Modulbestimmung im CuMMC der Dehnungswert 0,05 % verwendet, wodurch die Werte realistischer und tendenziell höher liegen, jedoch relativ stark streuen.

Tab. 5-7: Zugversuchergebnisse CuMMC; (zyklisch belastete Proben in grau)

Probe	Temp. [°C]	V_f [%]	R_m [MPa]	theoretisch R_m [MPa]	E-Modul [GPa]	Bruchdehnung [%]
Kapsel 54	RT	14.4	538.1	521.4	145.7	0.95
Kapsel 53	RT	14.6	513.9	528.2	145.3	0.86
Kapsel 55	RT	14.6	535.1	528.2	163.4	0.86
Kapsel 56	RT	14.6	544.5	528.2	158.5	0.72
Kapsel 57	RT	14.6	501.3	528.2	171.9	0.63
Kapsel 63	RT	15.1	586.3	545.3	168.5	0.81
Kapsel 64	RT	15.7	576.1	562.4	173.1	0.69
Kapsel 51	RT	16.9	583.1	603.4	167.4	0.81
Kapsel 65	RT	18.1	582.5	640.9	167.6	0.80
Kapsel 32	RT	22.1	763.8	774.2	185.4	0.93
Kapsel 33	RT	22.8	759.8	794.6	193.2	0.84
Kapsel 34	RT	26.5	864.3	917.6	204.8	0.87
Kapsel 48	RT	27.3	918.5	944.9	224.7	0.90
Kapsel 47	RT	27.7	904.9	955.2	206.3	0.88
Kapsel 44	RT	27.9	929.1	962.0	196.8	0.82
Kapsel 49	RT	28.5	788.2	982.5	218.8	0.71
Kapsel 37	RT	28.6	913.6	985.9	191.5	0.78
Kapsel 40	RT	28.8	946.9	992.8	192.9	0.89
Kapsel 42	RT	30.1	1000.0	1033.8	200.5	0.77
Kapsel 19	RT	35.5	1092.1	1211.4	228	0.92
Kapsel 24	RT	36.0	1157.2	1228.5	252.4	0.88
Kapsel 23	RT	36.3	1164.1	1238.7	228.8	0.88
Kapsel 20	RT	37.6	1246.4	1279.7	236	0.90
Kapsel 50	RT	40.2	1225.7	1365.1	217.4	0.83
Kapsel 59	300	13.9	422.6	495.7	143.4	0.65
Kapsel 60	300	14.7	394.2	523.1	144.3	0.51
Kapsel 11	300	21.9	558.1	759.5	203.2	0.53
Kapsel 12	300	21.9	675.0	759.5	190.2	0.75
Kapsel 30	300	23.2	688.3	800.6	163.3	0.77
Kapsel 31	300	23.3	709.0	804.1	166.3	0.85
Kapsel 36	300	25.6	786.7	879.4	172.4	0.87
Kapsel 27	300	28.2	855.9	965.1	213.5	0.78
Kapsel 25	300	30.2	828.1	1030.2	223.6	0.71
Kapsel 26	300	30.8	830.5	1050.7	209.2	0.74

Bruchmechanik

Bezüglich der Bruchmechanik existieren im CuMMC deutliche Unterschiede zur Einzelfaser. Während die Einzelfaser im Zugversuch an ihrer schwächsten Stelle spröde versagt, können im kontinuierlich, langfaserverstärktem CuMMC benachbarte Fasern dieses Versagen überbrücken. So wird Bruchenergie aufgenommen und der Rissfortschritt durch das CuMMC verlangsamt. Die Folge sind stark strukturierte Bruchflächen mit entsprechenden Höhenunterschieden, wie die Abb. 5-10 zeigt. Neben dem Faser-Pull-Out (Abb. 5-10a) sind starke plastische Deformationen der Kupfermatrix (Abb. 5-10b) sowie das Versagen der Kohlenstofffaserbeschichtung erkennbar. Dies ist vergleichbar mit den Beobachtungen der Einzelfaserzugversuche (Vergleich Abb. 5-5). Die Bruchstücke des Kohlenstoffs haften an der Matrix. Die Ergebnisse aus den Push-Out-Versuchen (Kapitel 5.4.2) reproduzieren sich in den CuMMC-Zugversuchen. Die Faser-Matrix-Grenzfläche ist sehr viel stärker als die Grenzfläche zwischen Kohlenstoffschicht und SiC-Mantel innerhalb der Sigma-Faser. Dadurch wird der Faser-Pull-Out stark begünstigt, wie vor allem in Abb. 5-10a deutlich wird.

Die Abb. 5-10a und b zeigen des Weiteren den Vergleich zweier Bruchflächen mit stark unterschiedlichem V_f . In beiden Fällen sind an der Probenoberfläche die Bearbeitungsspuren des Drehens zur Probenkontur zu erkennen. Diese Drehriefen der Oberflächenbearbeitung geben einen Hinweis auf stärkere plastische Deformation der CuMMC-Probe bei geringerem V_f . Während die Drehriefen in Abb. 5-10a parallel um die Probe laufen, sind sie in Abb. 5-10b stark deformiert, was auf deutlich höhere plastische Verformung hindeutet. Weiterhin ist die ausgeprägte Einschnürung in Bruchflächennähe bei niedrigem V_f ersichtlich (Abb. 5-10b). Der geringere Faservolumenanteil führt demnach zu einer sehr viel stärkeren plastischen Deformation bis zum vollständigen Versagen des CuMMCs. In den Abb. 5-10a und c für höhere V_f ist der Faser-Pull-Out sehr viel stärker zu erkennen als in den Abb. 5-10b und e für niedrigen V_f . Aufgrund des größeren Matrixanteils und der starken plastischen Deformation wird der Faser-Pull-Out bei niedrigem V_f scheinbar durch die plastifizierte Kupfermatrix verdeckt. Bei höherer Vergrößerung der REM-Aufnahmen (Abb. 5-10c,d und f) wird der für Kupfer und andere duktile Werkstoffe charakteristische Verformungsbruch nach einaxialer Belastung deutlich. Innerhalb des CuMMCs wirken die einzelnen Fasern wie riesige Einschlüsse bzw. Poren, durch die sich bei plastischer Kupfermatrixdeformation Hohlräume um die Fasern herum ausbilden. Diese vergrößern sich mit steigender Dehnung und werden nur durch dünner werdendes Matrixmaterial voneinander getrennt, bis diese „Stege“ schließlich ebenfalls versagen. In der Literatur wird dies als Wabenstruktur bezeichnet [68, 99, 141]. In Kapitel 6.1.2 wird die Bruchdehnung noch einmal eingehender diskutiert.

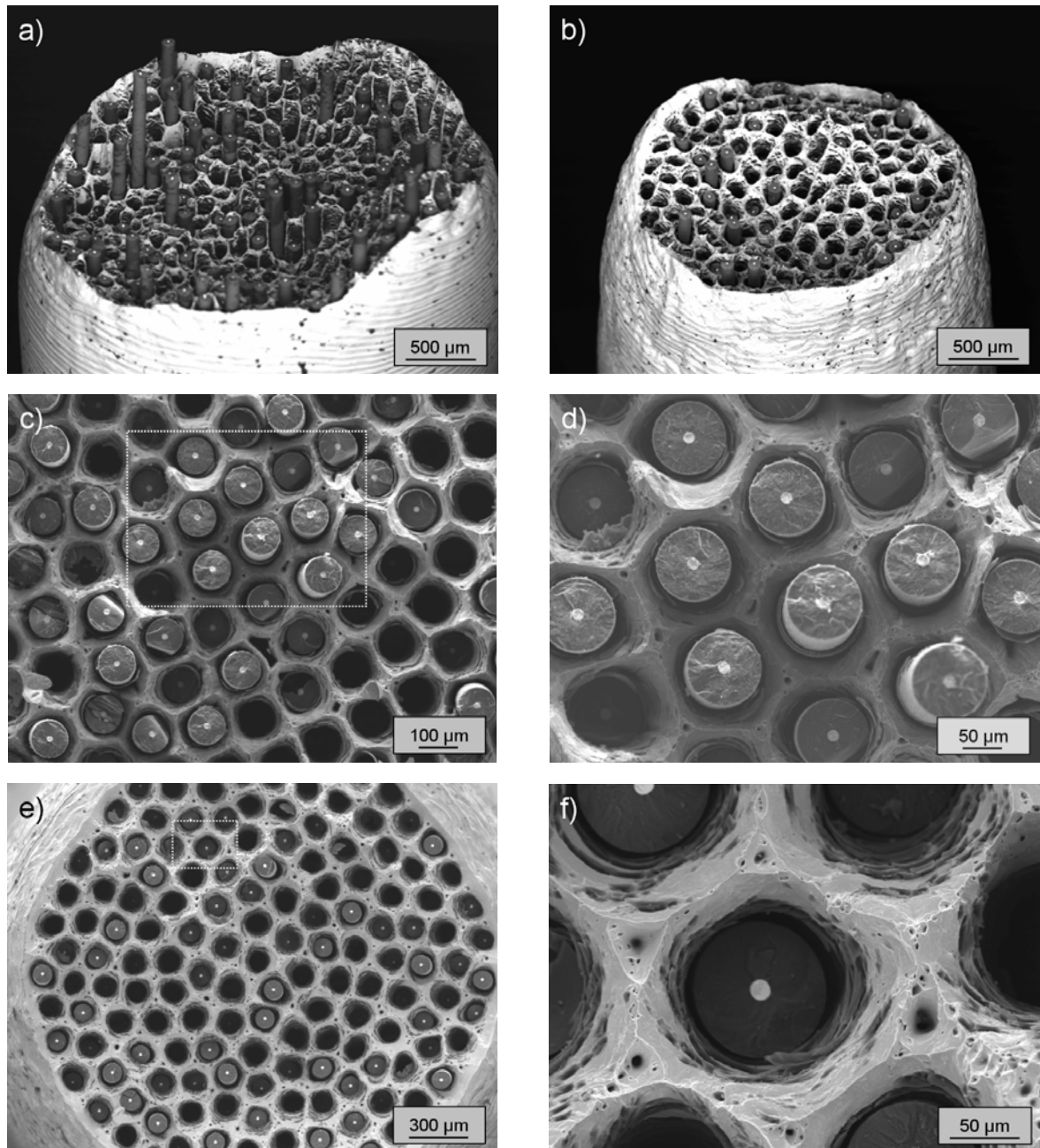


Abb. 5-10: Bruchflächen CuMMC Zugversuche RT, REM-Aufnahmen im BSE-Mode
a) Ka50 $V_f=40,2\%$ ca. 20° gekippt b) Ka64 $V_f=15,7\%$ ca. 20° gekippt
c, d) Ka23 $V_f=36,3\%$ mit Vergrößerungsausschnitt
e, f) Ka64 $V_f=15,7\%$ mit Vergrößerungsausschnitt

Je mehr Matrixmaterial zwischen den Fasern zur Verfügung steht, desto mehr Bruchenergie kann durch die hohe Bruchdehnung des Kupfers dissipieren. Im Vergleich der beiden Bruchflächen von Abb. 5-10a und b ist ebenfalls auffällig, dass bei größerem V_f scheinbar sehr viel mehr Faser-Pull-Out vorliegt. Dieser Eindruck steht jedoch ebenfalls in Verbindung mit höherer plastischer Matrixdeformation in Abb. 5-10b. Hier brechen die Fasern in verschiedenen Höhen bzw. Tiefen, wobei die Matrixdeformation die unterschiedlichen Faserbrüchebenen verdeckt. Abb. 5-10e lässt erkennen, dass einzelne Faserbruchflächen in der REM-Aufnahme nicht mehr sichtbar sind, wenn sie durch die plastische Verformung der Kupfermatrix für den verwendeten Detektor im Schatten liegen. Dies ist für tief liegende Faserbruchflächen der Fall und steigert sich mit kleiner werdendem V_f , da die plastische Matrixverformung zunimmt.

Das zunehmend duktile Verhalten, welches in Folge der Herabsetzung der Streckgrenze mit höheren Temperaturen auftritt, begünstigt den Verformungsbruch bei den 300°C Versuchen zusätzlich. Abb. 5-12a, b und c zeigen die Bruchfläche der Probe Ka11 mit $V_f=21,9\%$ nach dem Zugversuch bei 300°C in verschiedenen Vergrößerungen. Die Übersichtsaufnahme Abb. 5-12a zeigt wie bei den Raumtemperaturversuchen eine stark strukturierte Oberfläche. Bei 300°C scheint die Schwachstelle des CuMMCs ebenfalls innerhalb der Faser zu liegen. Die Kohlenstofffaseroberfläche haftet an der Matrix (Abb. 5-12b und c) und es ist vielfach Faser-Pull-Out zu beobachten. Bei höheren Vergrößerungen ist wiederum die Wabenstruktur innerhalb der Kupfermatrix erkennbar, die für den Verformungsbruch charakteristisch ist.

Die Zugfestigkeitsergebnisse bei 300°C Prüftemperatur liegen bei höherem V_f sehr viel niedriger als die theoretisch ermittelte Kompositfestigkeit (ca. 20%, Vergleich Tab. 5-7). Die Ursache hierfür ist auf die für hohe Temperaturen und gleichzeitig hohen V_f ungeeignete Probenform zurückzuführen. Im verspannten Gewindebereich besteht die Probe aus reinem, weichem Kupfer, das die Spannungen aus dem verstärkten Faserbündelbereich des Probenkerns über Schubspannungen aufnimmt. Mit höherer Temperatur wird dieser Einspannungsbereich weicher und kann weniger Schubspannungen aufnehmen, was im schlimmsten Fall zum Ausreißen des Faserverstärkten Bereichs aus der Einspannung führt (Abb. 5-11a). In diesem Fall ist die Schädigung durch die Kraftübertragung in der Probe eingetreten nicht durch die Spannungen im Faserverstärktenbereich auf der parallelen Probenlänge. Dennoch ist das Ergebnis als konservativ zu bewerten, da die maximal erreichbare Spannung beim Bruch auf der parallelen Probenlänge höher liegen muss und somit näher an der linearen Mischungsregel liegt. Für kleinere Faservolumenanteile war die Schubspannungsübertragung in den Einspannungen hingegen ausreichend, wie Abb. 5-11b zeigt.

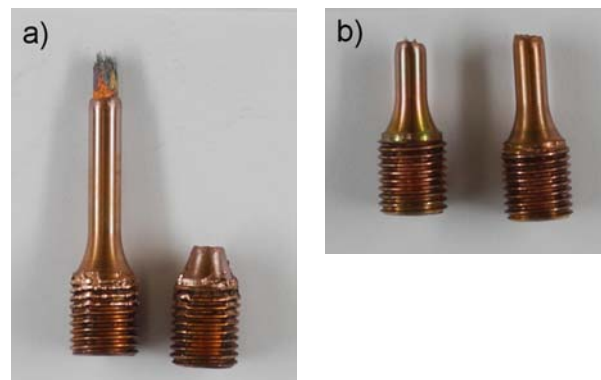


Abb. 5-11: CuMMC-Proben nach Zugversuch, 300°C a) Ka25 $V_f=30,2\%$; b) Ka11 $V_f=21,9\%$

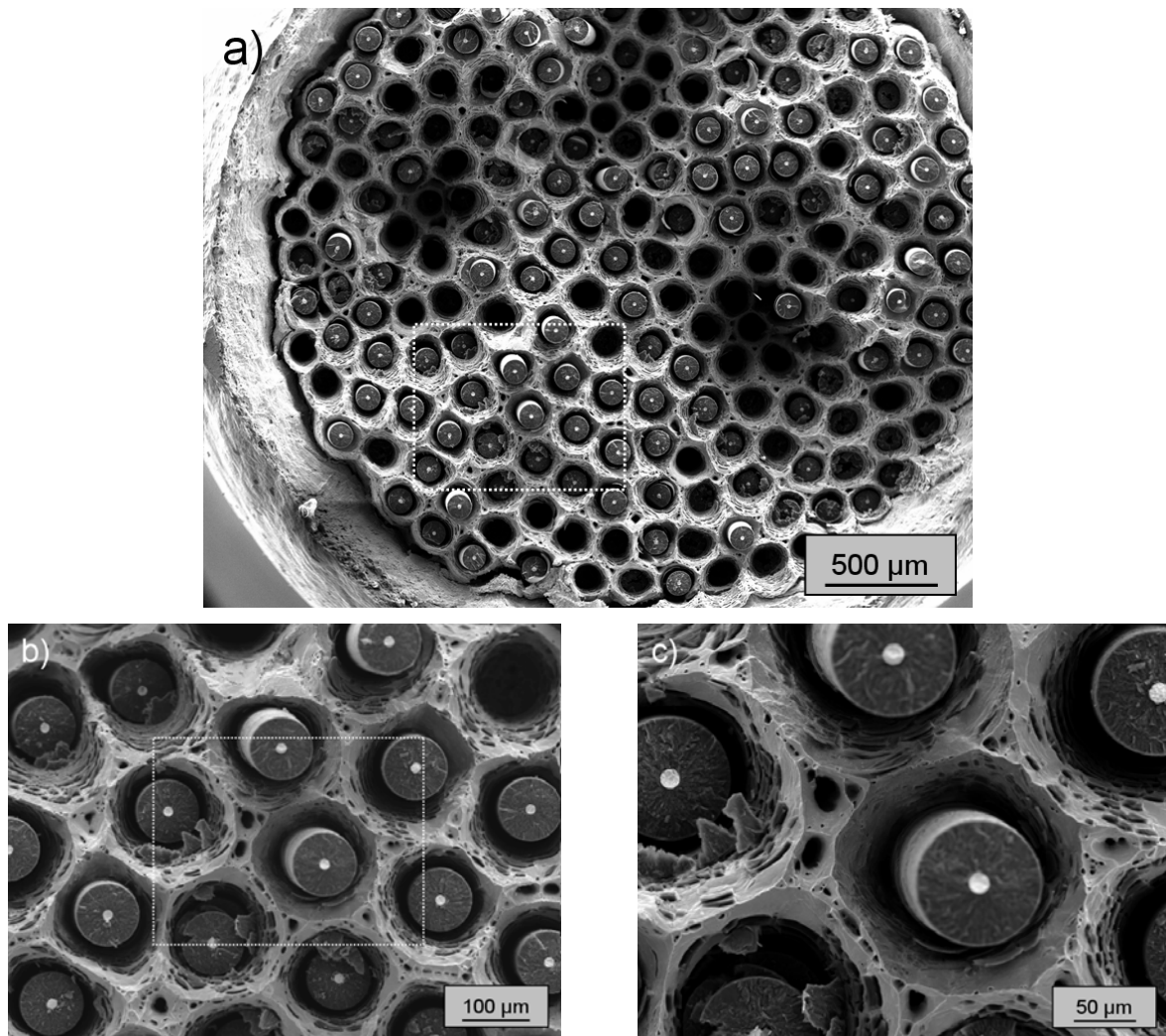


Abb. 5-12: Bruchfläche CuMMC Zugversuch 300°C, REM Aufnahme im BSE-Mode
a), b) Ka11 $V_f=21,9\%$

5.5.2 Schallemissionsergebnisse

Abb. 5-13 zeigt das Spannungs-Dehnungs-Diagramm von Versuch Ka19 mit $V_f = 35,5\%$ und den Resultaten der Schallemissionsmessung. Im Diagramm ist jedes aufgezeichnete Schallereignis mit Schallamplitude und zugehöriger Energie aufgetragen. Der Schwellwert dieser Beispielmessung lag bei 40°dB .

Mit Ausnahme eines einzelnen Ereignisses treten erst ab ca. $0,2\%$ -Dehnung vermehrt Schallereignisse mit Amplituden bis ca. 70 dB auf. Nach der Einteilung für MMC Schädigungen nach Laksimi (Abb. 4-6; [126]) entsprechen diese Ereignisse dem Grenzflächenversagen sowie Matrixschädigungen. Mit steigender Dehnung nimmt die Anzahl an Ereignissen zu, ihre Amplitude bleibt jedoch in einem maximalen Bereich von ca. 75 dB . Dies steht im Zusammenhang mit fortschreitender plastischer Deformation des Matrixmaterials. Wie Thomas [142] für Titan-Matrix Komposite nachweisen konnte, steigt die Schallereignisanzahl mit Erreichen der Dehngrenze im Titan sehr stark an. In der Kupfermatrix setzt die plastische Deformation jedoch schon bei sehr viel geringeren Dehnungen ein ($<0,1\%$). Bis $0,7\%$ -Dehnung sind die Amplituden der Ereignisse unter 75 dB und ihre Energien unter einem Wert von 100 . Die Schallereignisse sind der plastischen Matrixverformung sowie vermutlich beginnendem Versagen der Grenzfläche im Bereich der Kohlenstoffschicht zuzuschreiben (Vergleich Abb. 5-10d).

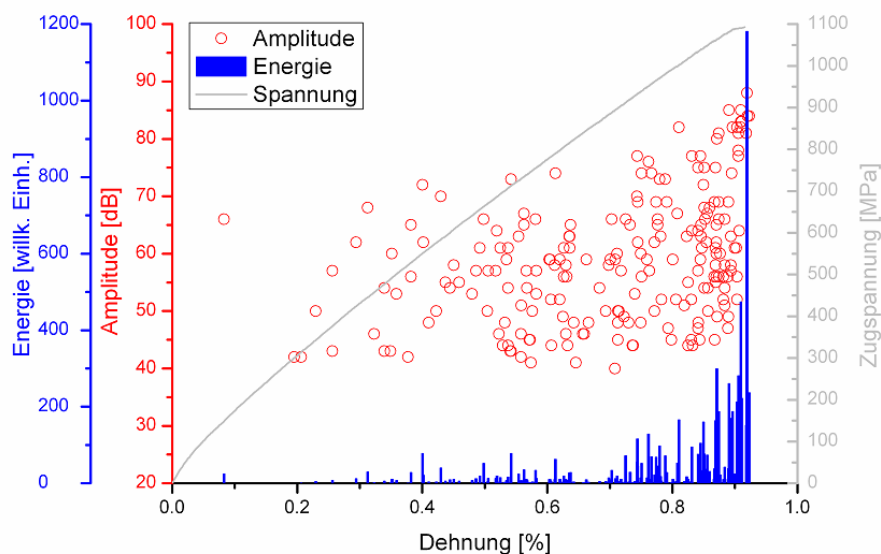


Abb. 5-13: Spannungs-Dehnungs-Diagramm Ka19 mit SE-Messung

Mit zunehmender Dehnung wird der Bereich der Einzelfaserbruchdehnung erreicht (Tab. 5-5). Höhere Schallamplituden und Energien lassen auf erste Faserbrüche schließen. Das endgültige Probenversagen fällt mit dem höchsten Amplituden- und Energiewert der SE-Messung zusammen. Bis zum Ende sind für die gesamte, messbare Amplitudenbandbreite Ereignisse detektierbar. Matrixschädigungen, Grenzflächenversagen und -reibung sowie Faserbrüche fallen beim Versuchsende zusammen.

Die Analyse der aufgezeichneten Kurvenverläufe für die Ereignissignale soll nun Aufschluss über die Qualität der SE-Messung geben und die Ergebnisinterpretation verbessern.

Abb. 5-14 gibt den Signalverlauf für vier aufgezeichnete Schallereignisse zur Probe Ka19 wieder. Die Energie und Amplitude in Abb. 5-14a sind in der Auswahl am geringsten und wahrscheinlich der plastischen Matrixverformung zuzuordnen. Das Signal in Abb. 5-14b

zeigt Grenzflächenversagen und Abb. 5-14c einen einzelnen Faserbruch. Abb. 5-14d verdeutlicht das größte Problem der durchgeführten SE-Messungen. Im Moment des Faserbündelbruches können einzelne Schallereignisse nicht mehr voneinander getrennt werden. Das Diagramm stellt ein einzelnes, gezähltes Schallereignis dar, obwohl deutlich mehrere, voneinander getrennte Ereignisse aufgezeichnet wurden. Speziell der Vergleich der Spannungswerte von Abb. 5-14c und d zeigt deutlich, dass in d mehrere Fasern zeitgleich versagen und ihre Schallsignalüberlagerung zu deutlich größeren Spannungswerten führt. Entsprechend sind die errechneten Energien sehr viel höher. Des Weiteren sind die zeitlichen Abstände zwischen den einzelnen Ereignissen zum Teil so kurz, dass der Schwellwert für die Auslösung der HDT (Kapitel 4.4) nicht erreicht wird (Abb. 5-14d). Das heißt bei kürzeren HDT Einstellungen könnten diese Ereignisse ebenfalls nicht voneinander getrennt werden. Vielmehr besteht die Gefahr, dass aufeinander folgende Ereignisse bei kurzer HDT in der anschließenden HLT verloren gehen, da diese nicht mehr aufgezeichnet wird. Im Rahmen der Speicherkapazität der Messeinrichtung können mit der gewählten Aufzeichnungsfrequenz von 1 MHz maximal ca. 5,2 ms des Signalverlaufs aufgezeichnet werden, die Berechnung der Energie erfolgt jedoch über den gesamten Laufzeitraum der Ereigniskette. In Abb. 5-14d ist dieses Maximum bereits erreicht. Die Wahl der längeren HDT nutzt somit die gesamte Speichergröße des Messsystems mit dem Kompromiss mehrere Ereignisse durch ein Einzelnes darzustellen. Die Information über mehrfache Faserbrüche oder andere Schadensfälle bleibt jedoch durch den Energiewert erhalten. Wird der Energiewert aus Abb. 5-14c beispielsweise als repräsentativ für einen einzelnen Faserbruch genommen, so müssten alle Schallereignisse mit Energien über 100 eine Kombination aus mehreren Ereignissen sein.

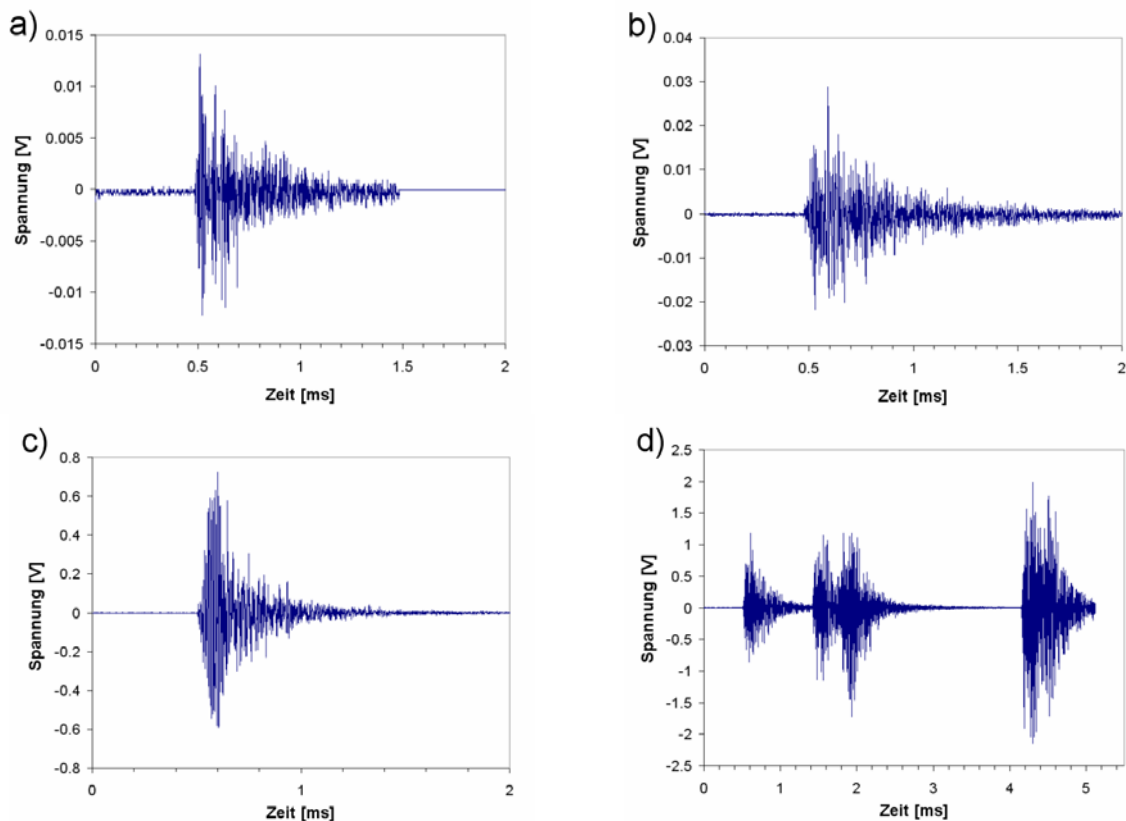


Abb. 5-14: ausgewählte SE-Signalverläufe aus Versuch Ka19
a) Amplitude=42 dB, Energie<0;
b) Amplitude=66 dB, Energie=25;
c) Amplitude=77 dB, Energie=105 (einzelner Faserbruch);
d) Amplitude=88 dB, Energie=1181 (Faserbündelbruch)

Alternativ könnte der Schwellwert für die SE-Messungen angehoben werden, um die Brüche einzelner Fasern mit hoher Amplitude besser auflösen zu können. Damit wären kleinere Ereignisse durch Matrixverformung oder Grenzflächenschädigung jedoch nicht mehr detektierbar. Die verwendeten Parameter der SE-Messung stellen somit einen annehmbaren Kompromiss bezüglich der Auflösung von Schadensfällen im CuMMC mit SE-Messung dar. Die Signalverläufe zeigen darüber hinaus, dass die Ergebnisse wohl nicht negativ durch Reflektionen beeinflusst werden. Die langen Laufzeiten von mindestens 1 ms pro Ereignis lassen keine Unterdrückung der Reflektionen im Messaufbau zu. Die Laufzeiten der Schallwellen im Messaufbau sind aufgrund der kleinen Probengeometrie und den hohen Schallgeschwindigkeiten in den Materialien eher im μs -Bereich. Reflektionen sind somit höchst wahrscheinlich Bestandteil des Signals.

5.5.3 Ergebnisse der zyklischen CuMMC-Versuche

Die Abb. 5-15 zeigt Spannungs-Dehnungs-Diagramme und die Verläufe von Spannungen und plastischer Dehnungsschwingbreite über die komplette Versuchszeit für drei Versuche mit jeweils 0-0,25% zyklischer Dehnungsbelastung. Es sind zwei Versuche bei Raumtemperatur mit unterschiedlichem V_f ($Ka61=14,4\%$; $Ka46=28,4\%$) sowie ein weiterer mit vergleichbarem V_f bei 300°C Versuchstemperatur ($Ka58=14,9\%$) durchgeführt worden.

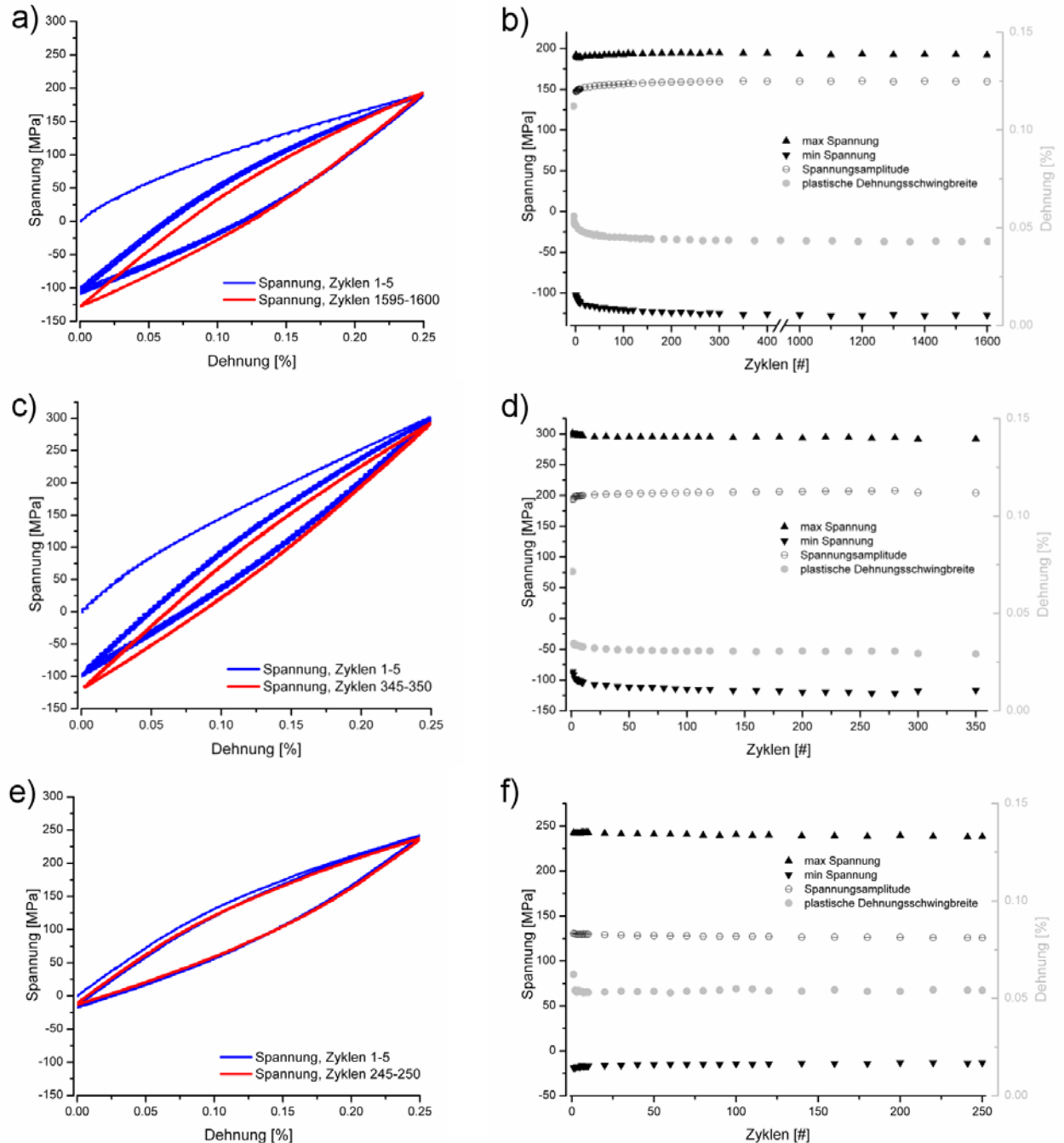


Abb. 5-15: CuMMC mit zyklischer Beanspruchung 0-0,25% Dehnung
a) Spannungs-Dehnungs-Diagramm, $Ka61$ $V_f=14,4\%$, Raumtemperatur
b) $Ka61$, Entwicklung Spannungen und plast. Dehnungen über Versuchszeit
c) Spannungs-Dehnungs-Diagramm, $Ka46$ $V_f=28,4\%$, Raumtemperatur
d) $Ka46$, Entwicklung Spannungen und plast. Dehnungen über Versuchszeit
e) Spannungs-Dehnungs-Diagramm, $Ka58$ $V_f=14,9\%$, 300°C
f) $Ka58$, Entwicklung Spannungen und plast. Dehnungen über Versuchszeit

Keine der drei Proben wurde bis zum Versagen beansprucht. Vielmehr sollten die Entwicklungen von Spannungs- und Dehnungsverläufen mit fortschreitender Versuchsdauer untersucht werden. Alle drei Versuche zeigen starkes Verfestigungsverhalten in den ersten Zyklen, welches systematisch abnimmt und danach eine Sättigung erreicht an der die Spannungsextremalwerte annähernd konstant verlaufen. Da die Fasern in diesem Dehnungsbereich vollkommen elastisch sind, muss sich die Kupfermatrix zyklisch verfestigen. Dieses Verhalten ist vor allem bei den Raumtemperaturversuchen ausgeprägt und wird im Vergleich der ersten mit den letzten Spannungs-Dehnungs-Hysteresen der beiden Versuche deutlich (Abb. 5-15b und d). Mit fortschreitender Versuchsdauer werden die Hysteresen enger, was auf weniger hohe plastische Verformung im Kupfer hinweist und der Verfestigung zuzuschreiben ist. In den Diagrammen (Abb. 5-15b, d, f) weisen besonders die Verläufe von plastischer Dehnungsschwingbreite und Spannungsminima auf die Anteile der plastischen Verformung in der Kupfermatrix hin. Mit dem Erreichen der konstanten Spannungswerte verbleiben in allen drei Versuchen plastische Dehnungen über die komplette Versuchzeit. Da die Sättigung scheinbar erreicht ist, ist anzunehmen, dass die Kupfermatrix selbst bei geringen Dehnungen von 0-0,25% über die gesamte Lebensdauer einer zyklischen plastischen Deformation ausgesetzt ist. Bei den Raumtemperaturversuchen wird die Sättigung der Verfestigung etwa zwischen dem 50.-100. Zyklus erreicht. Im 300°C Versuch (Abb. 5-15f) zeigen die Kurven schon ab dem zweiten Zyklus keine effektive Änderung mehr. Das heißt, die Kupfermatrix zeigt unter diesen Versuchsbedingungen keine zyklische Verfestigung. Das Ausmaß an plastischer Deformation innerhalb eines Zyklus im gesättigten Zustand ist bei 300°C größer als bei Raumtemperatur. Dies zeigt sowohl der Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Hysteresen (Abb. 5-15a und e) als auch die Werte der plastischen Dehnungsschwingbreite (Abb. 5-15b und f). Der Vergleich von nahezu identischem V_f bei RT und 300°C (Probe Ka61 und Ka58) zeigt anhand der Maximalspannungen ein nicht zu erwartendes Materialverhalten. Trotz höherer Temperatur erreicht Ka58 bei identischer Maximaldehnung eine höhere Spannung als Ka61. Auf diese Diskrepanz wird im Diskussionsteil (Kapitel 6.1.3) näher eingegangen.

Beim Vergleich der CuMMCs mit unterschiedlichem V_f unter Raumtemperatur werden die Versteifungs- und Verfestigungseigenschaften der Sigma-Fasern im CuMMC deutlich. Der höhere Faseranteil in Ka46 führt zu 50% höherer Maximalspannung im Vergleich zu Ka61 (Abb. 5-15b und d), während sich die Minimalspannung in nahezu identischen Werten bewegt. Höhere Faseranteile steigern das E-Modul des CuMMCs, wodurch höhere Spannungen bei gleicher Dehnung erreicht werden. Die Minimalspannung wird benötigt, um die Probe nach erfolgter plastischer Deformation im Zugbereich wieder in ihre Ausgangslänge zurückzuverformen. Auffällig ist, dass sich die Verfestigung in den ersten Zyklen bei Raumtemperatur scheinbar nur auf die Druckspannung bei Rückverformung auswirkt. Sie steigt betragsmäßig an, während die Zugspannungsmaxima in jedem Zyklus identische Werte erreichen. Bei isotroper Verfestigung im homogenen Material steigen die Spannungen im Normalfall symmetrisch in Zug- und Druckrichtung. Eine mögliche Erklärung hierfür liefert die mechanische Spannungsumverteilung im Komposit. Durch die starke plastische Verformung der Cu-Matrix ist der Maximalspannungswert vor allem durch die elastisch verformte Verstärkungsfaser und ihren Faservolumenanteil dominiert. Die Verfestigungswirkung in der Kupfermatrix kann die Maximalspannung nicht deutlich steigern, da die Spannungen in der Faser sehr viel höher liegen und in die Spannungsumverteilung dominieren. Im Druckbereich fällt die Verfestigung der Kupfermatrix hingegen stärker ins Gewicht, da hier die Faserspannungen niedriger sind. Auf die Spannungsverteilung in Faser und Matrix wird Kapitel 5.8.1 näher eingegangen.

Abb. 5-16 zeigt die Versuchsergebnisse für vergleichbare Faservolumenanteile unter verschiedenen hohen Dehnungsschwingbreiten bei Raumtemperatur. Alle Versuche wurden bei

unterschiedlichen Zyklenzahlen vor dem Probenversagen beendet. In den Spannungs-Dehnungs-Kurven sind jeweils die ersten fünf sowie der 100. Zyklus des jeweiligen Versuchs abgebildet. Der 100. Zyklus entspricht dem gesättigten Spannungsniveau nach vollständiger Verfestigung, wie aus den Abb. 5-16b, d und f hervorgeht.

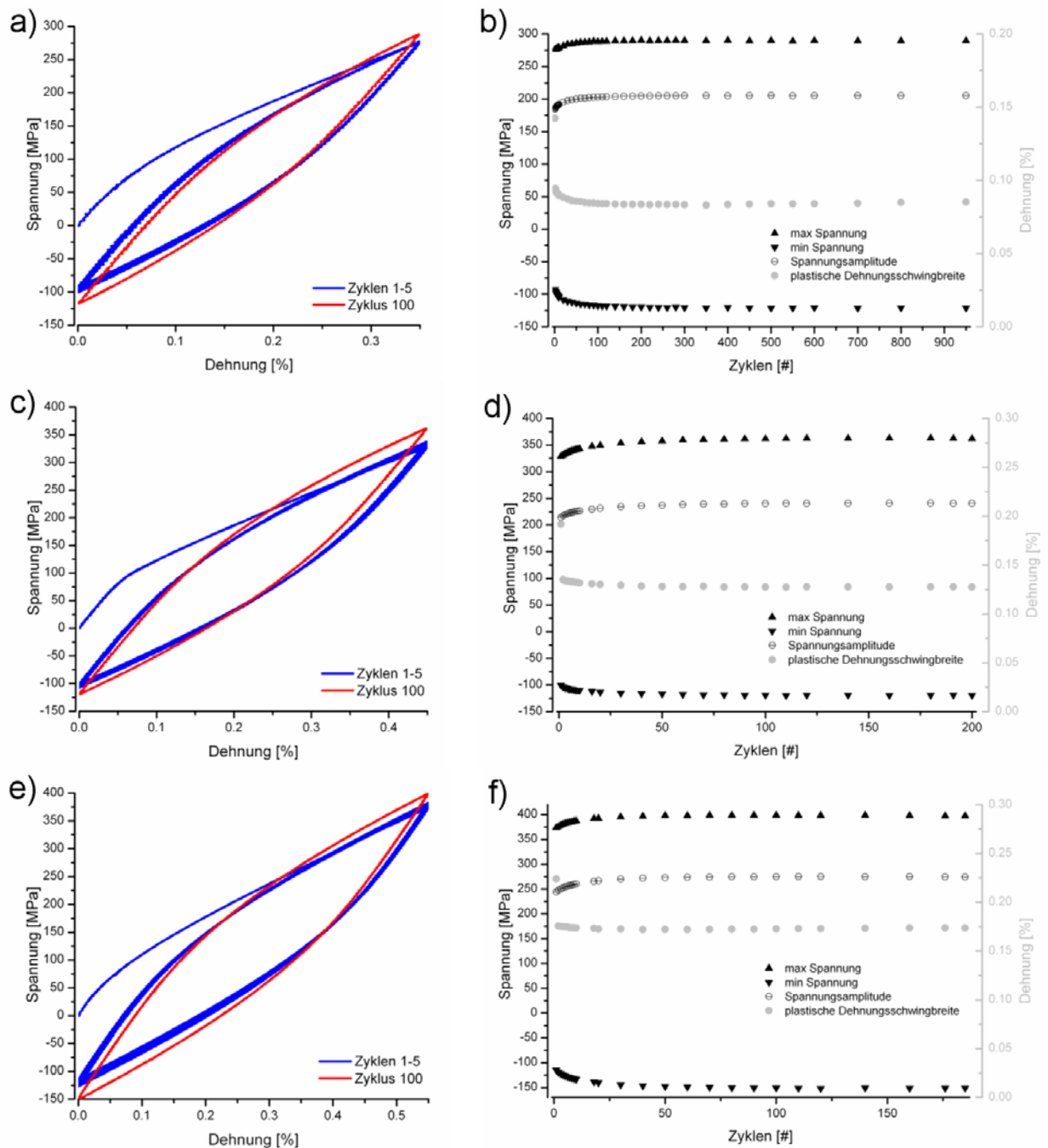


Abb. 5-16: CuMMC, zyklischer Beanspruchung verschiedene Dehnungsschwingbreiten, RT
a) Spannungs-Dehnungs-Diagramm, Ka63 $V_f=15,7\%$, 0-0,35%
b) Ka63, Entwicklung Spannungen und plast. Dehnungen über Versuchszeit
c) Spannungs-Dehnungs-Diagramm, Ka56 $V_f=14,6\%$, 0-0,45%
d) Ka56, Entwicklung Spannungen und plast. Dehnungen über Versuchszeit
e) Spannungs-Dehnungs-Diagramm, Ka57 $V_f=14,6\%$, 0-0,55%
f) Ka57, Entwicklung Spannungen und plast. Dehnungen über Versuchszeit

Sowohl aus den Spannungs-Dehnungs- als auch aus den Spannungsverläufen über die Versuchszeit (Abb. 5-16) geht hervor, dass die Verfestigung bei höheren Dehnschwingbreiten deutlicher zu erkennen ist als bei dem 0,25%-Versuch (Abb. 5-15a und

b). Vor allem die isotrope Verfestigung des Kupfers, die sich anhand des Spannungsanstiegs in Zug- sowie Druckrichtung zeigt, ist in allen drei Versuchen mit höherer Dehnschwingbreite erkennbar (Abb. 5-16). Der plastische Verformungsanteil der geregelten Dehnung steigt mit zunehmender Dehnschwingbreite kontinuierlich an, wie der Vergleich der plastischen Dehnschwingbreite zwischen den Versuchen Ka61, Ka63, Ka56 und Ka57 zeigt (Abb. 5-15a und b; Abb. 5-16). Die Versuche mit höheren Dehnschwingbreiten erreichen ebenfalls konstante Spannungswerte innerhalb der ersten 50-100 Zyklen und damit die augenscheinlich maximale Verfestigung in der Kupfermatrix. Der Vergleich zeigt wiederum, dass höhere plastische Dehnungen pro Zyklus, in Folge höherer geregelter Dehnschwingbreiten (Ka56 und Ka57) zu schnellerer Sättigung der Spannungswerte führen (Vergleich Abb. 5-15b und Abb. 5-16f).

5.6 Wärmeleitfähigkeit CuMMC

5.6.1 Ergebnisse

Nach dem in Kapitel 4.5 beschriebenen Vorgehen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs wurde zunächst die Temperaturleitfähigkeit mittels LFA bestimmt.

Bei jeder Probe wurden für jeden Temperaturschritt 10 Messungen durchgeführt und daraus Mittelwerte und Standardabweichungen gebildet (Tab. 5-8).

Tab. 5-8: Temperaturleitfähigkeit transversal zur Faserverstärkung

Probe	V _f [%]		Temperaturleitfähigkeit [mm ² /s]						
			RT	100°C	200°C	300°C	400°C	500°C	600°C
Kapsel 54	13.4	MW	90.6	85.8	85.7	85.7	79.6	77.4	74.7
		STABW	3.1	1.3	0.8	0.8	0.7	0.8	0.8
Kapsel 12	22.0	MW	82.1	78.4	74.2	70.0	67.2	67.7	64.0
		STABW	1.6	1.0	0.3	0.4	0.9	0.4	0.4
Kapsel 34	25.5	MW	74.3	69.8	65.8	61.9	60.8	59.0	56.7
		STABW	2.1	1.1	0.8	0.6	0.6	0.7	0.5
Kapsel 27	28.0	MW	73.2	68.5	65.1	61.9	60.1	58.9	56.4
		STABW	1.2	0.4	0.2	0.4	0.3	0.3	0.4
Kapsel 20	36.9	MW	62.0	58.5	57.1	54.5	52.4	49.4	47.2
		STABW	0.5	0.3	0.7	0.5	0.3	0.4	0.3

Tab. 5-9: Temperaturleitfähigkeit parallel zur Faserverstärkung

Probe	V _f [%]		Temperaturleitfähigkeit [mm ² /s]						
			RT	100°C	200°C	300°C	400°C	500°C	600°C
Kapsel 54	13.4	MW	100.7	101.4	92.7	90.2	89.4	84.2	80.9
		STABW	3.5	2.2	0.9	1.4	1.2	0.7	1.2
Kapsel 12	22.0	MW	95.8	90.5	87.4	83.5	81.8	79.2	77.0
		STABW	2.0	1.6	1.5	1.1	1.0	0.9	0.8
Kapsel 34	25.5	MW	90.9	88.7	84.0	80.5	79.6	76.3	73.9
		STABW	3.2	1.4	0.9	0.7	0.9	0.9	0.8
Kapsel 27	28.0	MW	87.0	84.6	82.7	81.3	79.2	73.3	70.9
		STABW	6.1	3.3	1.1	1.5	1.5	0.9	0.8
Kapsel 20	36.9	MW	75.0	73.0	68.7	66.6	63.6	62.0	60.2
		STABW	1.2	0.6	0.8	0.9	0.6	0.5	0.8

Die Resultate geben den Zusammenhang zwischen dem Faservolumenanteil und der Temperaturleitfähigkeit sehr gut wieder. Durch den schlechteren Wärmetransport innerhalb der Fasern fallen die Werte mit steigender Faseranzahl. Hinzu kommt ein nahezu linearer Abfall über die Temperaturerhöhung für jede einzelne Probe. Die Messungen bei 600°C zeigen eine Temperaturleitfähigkeitsverringerung gegenüber Raumtemperatur von ca. 23%. Beim richtungsabhängigen Vergleich der Messergebnisse wird die starke Anisotropie des

Wärmetransports durch das faserverstärkte CuMMC deutlich. Zusätzlich lässt sich ein Zusammenhang zu V_f erkennen, da die Anisotropie mit steigendem V_f wächst. Während der Wärmetransport in Probe 54 ($V_f=13,4\%$) beispielsweise entlang der Verstärkungsfasern um ca. 8-10% schneller gegenüber der transversalen Messung ist, beträgt der Unterschied zwischen beiden Messrichtungen in Probe 20 ($V_f=36,9\%$) ca. 25%. Dieses Verhalten ist auf die mit V_f vergrößerte effektive Weglänge der Temperatursausbreitung im CuMMC zurückzuführen. Generell wird die Geschwindigkeit der Temperatursausbreitung durch die Kupfermatrix dominiert. Im unidirektional verstärkten CuMMC wird die Weglänge zwischen Probenunterseite (Heizen) und -oberseite (Messen) nur durch leichte Winkelfehler der Faserausrichtungen verlängert. Quer zur Faserverstärkung muss die ausbreitende Wärme die weniger gut wärmeleitenden Fasern jedoch umlaufen, wodurch die Weglänge zunimmt. Mit steigendem V_f wächst die Weglänge in transversaler Richtung und die Anisotropie nimmt zu.

Aus den Ergebnissen der Temperaturleitfähigkeit wurde die Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs durch die Gleichung (4-10) berechnet. Tab. 5-10 gibt sowohl die praktisch ermittelten Resultate, als auch die theoretischen Abschätzungen (Gleichung (4-12)) für die transversale Wärmeleitung im CuMMC wieder. Bei niedrigen Faservolumenanteilen stimmen beide Werte annähernd überein, während die Abweichung mit steigendem V_f stark zunimmt.

Beide Ergebnisse beruhen auf der Annahme, dass die SiC-Faser nicht am Wärmetransport beteiligt ist. Für den Vergleich mit der Realität der Messergebnisse muss dies berücksichtigt werden. Denn wenn die Fasern eine vielfach schlechtere Wärmeleitung aufweisen, kommt es doch zu Wärmetransport durch die Faser-Matrix-Grenzfläche und damit durch die Faser. Die zur Abschätzung verwendete Eshelby-Methode geht von idealer Anbindung aus und schließt den Wärmetransport durch die Faser ein. Diese Entwicklung wurde bereits in Kapitel 4.5.3 beschrieben. Für niedrige V_f kann der gemessene Wert sehr gut abgebildet werden.

Tab. 5-10: Wärmeleitfähigkeit transversal und parallel

Probe	V_f [%]		Wärmeleitfähigkeit [W/mK]						
			RT	100°C	200°C	300°C	400°C	500°C	600°C
Kapsel 54	13.4	<i>transversal</i>	259	265	277	283	265	263	257
		<i>parallel</i>	287	312	298	296	297	285	277
		<i>theoretisch</i>	255	272	276	272	267	264	259
Kapsel 12	22.0	<i>transversal</i>	218	225	222	214	208	213	205
		<i>parallel</i>	247	252	254	248	245	242	239
		<i>theoretisch</i>	213	228	231	228	223	221	216
Kapsel 34	25.5	<i>transversal</i>	189	191	189	181	180	178	173
		<i>parallel</i>	222	234	232	227	226	221	217
		<i>theoretisch</i>	198	211	214	211	207	205	201
Kapsel 27	28.0	<i>transversal</i>	181	183	181	176	173	173	168
		<i>parallel</i>	209	219	224	225	221	209	205
		<i>theoretisch</i>	187	200	203	200	196	195	190
Kapsel 20	36.9	<i>transversal</i>	139	141	144	140	136	131	127
		<i>parallel</i>	161	169	167	165	159	158	156
		<i>theoretisch</i>	154	164	167	164	161	160	156

Mögliche Erklärungen für die mit V_f wachsende Differenz zwischen Theorie und Praxis, liefern zum einen die Titandiffusion und die daraus folgende Wärmeleitfähigkeitsverringering (vgl. Kapitel 4.6; [137]). Dieser Effekt verstärkt sich mit steigendem V_f . Zum anderen kommt die Kupferkornstruktur zum Tragen. Verunreinigungen

wie Oxidschichten oder Poren sowie die Faserverteilung haben starken Einfluss auf die Wärmeleitung im CuMMC. Abb. 5-17 zeigt zwei Schlibfbilder mit angeätzter Cu-Matrix und sichtbarer Kornstruktur. Es handelt sich um eine Probe, die nach der Herstellung eine zusätzliche Wärmebehandlung (400 h @ 550°C) erfahren hat, um den Einfluss realer Einsatztemperaturen abzuschätzen (vgl. in Kapitel 5.7). In unmittelbarer Fasernähe sind die Körner in Folge des galvanischen Beschichtungsprozesses sehr viel kleiner. Mit größerem Faserabstand kommt es zu ausgeprägtem Kornwachstum innerhalb des Kupfers. Verunreinigungen konzentrieren sich stets an Korngrenzen, da diese energetisch günstiger sind. Beispiele hierfür sind Wasserstoff, der zur Kupferversprödung führt, oder diffundiertes Titan aus der Grenzfläche. Die Wärmeleitung in Kupfer wird durch Elektronen dominiert, welche an Korngrenzen gestreut werden [143, 144] und so zu verringertem Wärmetransport führen. Demnach sind größere Körner und geringere Korngrenzenanzahl von Vorteil für die Wärmeleitungseigenschaften des CuMMCs.

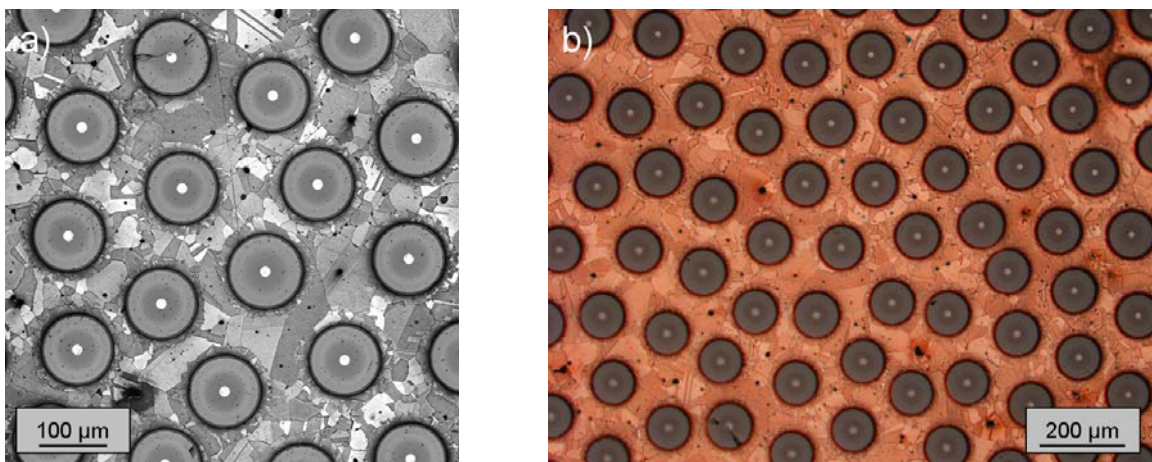


Abb. 5-17: Schlibfbild CuMMC Ka16 a) konfokales Lasermikroskop; b) Lichtmikroskop

Die Fasern wiederum führen zu einer Blockade des Kornwachstum in der Cu-Matrix, wie Abb. 5-17 zeigt. Somit korrelieren die erreichbaren Cu-Korngrößen mit dem Faservolumenanteil im CuMMC und limitieren den Wärmetransport durch die Matrix.

Bei der theoretischen Abschätzung der Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs wurde von einer konstanten Wärmeleitfähigkeit der Cu-Matrix ausgegangen. Unter Einbeziehung des Faseranteils müsste diese jedoch mit steigendem V_f sinken, um den Einfluss von Diffusion und unterschiedlicher Korngröße in der Matrix einzubeziehen. Des Weiteren steigt mit größerer Faseranzahl die Wahrscheinlichkeit für Winkelfehler in der unidirektionalen Faserausrichtung, wodurch die Weglänge der Temperaturentbreitung verlängert wird. Der mit V_f wachsende Unterschied zwischen Theorie und Praxis kann damit begründet werden.

Die Schlibfbilder zeigen darüber hinaus eine homogene Faserverteilung in der Matrix und nur vereinzelte Porenbildung.

5.6.2 Fehlerbetrachtung

Die in den gemessenen Werten angegebenen Standardabweichungen sind nicht als absolute Fehler des Messsystems zu verstehen. Der tatsächliche Fehler bei dem hier geschilderten Vorgehen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit (Kapitel 4.5.2) ist weitaus größer und hängt vor allem von folgenden Parametern ab:

- Bestimmung der Probendicke (vgl. Dicke in Gleichung (4-9) quadratisch)
- Emissivität der Probenoberfläche nicht genau bekannt
- Wärmeübergangswiderstände durch Graphitbeschichtung nicht bekannt

- Bestimmung c_p -Wert des galvanischen Kupfers

Die verwendeten Werte für die spezifische Wärmekapazität c_p des Kupfers wurden aus [44] entnommen und durch einen Vergleich der Temperaturleitfähigkeit zu einem Referenzmaterial gewonnen. Der angegebene Fehler dieser c_p Bestimmung liegt bei 10% und geht nach Gleichung (4-7) multiplikativ in die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit ein.

Bezüglich der Temperaturleitfähigkeitsmessungen hängt die Genauigkeit zusätzlich von der Signalqualität des Temperaturverlaufs über die Zeit ab. Ein Vergleich des theoretischen (Abb. 4-8b) mit dem gemessenen Signalverlaufs (Abb. 5-18a) lässt somit Rückschlüsse auf die Qualität des Aufbaus und der Messung zu. Das Messbeispiel (Abb. 5-18a) ist repräsentativ für alle Messungen und zeigt einen nahezu idealen Verlauf mit entsprechendem Fit der Auswertung (vgl. Kapitel 4.5.1). Der Temperaturabfall nach Erreichen des Maximums ist sehr gering, was auf sehr kleine Wärmeleitungsverluste in den Probenhalter schließen lässt. Dies ist ein Qualitätsmerkmal der Messung und Voraussetzung für die Anwendbarkeit der Auswertung (vgl. Tab. 4-1).

Zur Abschätzung des Fehlereinflusses der LFA-Messparameter wurde die Temperaturleitfähigkeit einer Probe unter unterschiedlichen Bedingungen gemessen und ausgewertet (Tab. 5-11).

Tab. 5-11: Parameteränderungen der LFA-Messung zur Fehlerbetrachtung

	Standard	Variante 1	Variante 2	Variante 3
Pulslänge	0,8 ms	0,8 ms	0,8 ms	1,2 ms
Laserspannung	500 V	400 V	560 V	500 V

Die Resultate der vier Messungen (Abb. 5-18b) zeigen, dass der Fehler durch die Parametereinstellung der LFA-Messungen gegenüber dem Fehler des verwendeten c_p -Wertes klein ist.

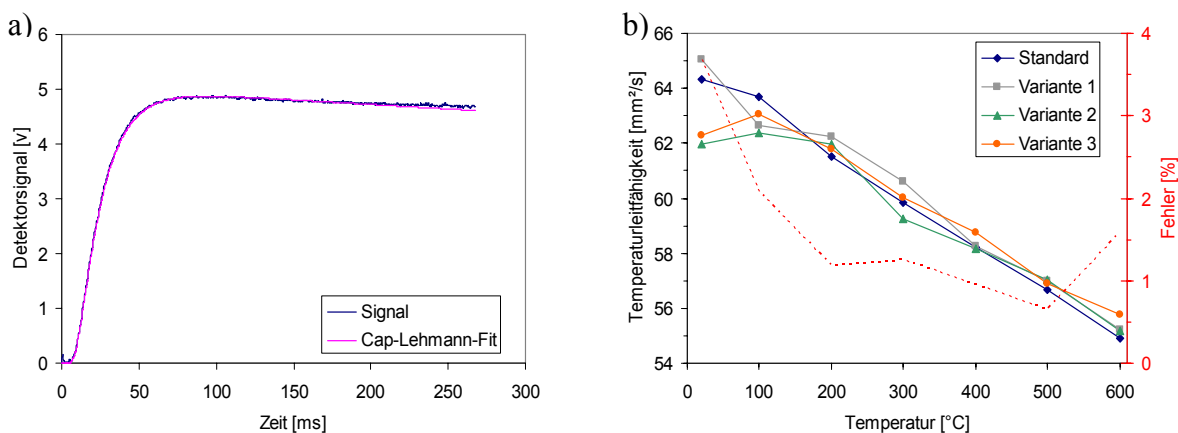


Abb. 5-18: a) Messsignalverlauf LFA; b) Fehler durch LFA-Parametereinfluss

5.7 CuMMC nach Auslagerung für 400 h bei 550°C

Wie in Kapitel 4.6 beschrieben, muss für eine Anwendung des CuMMCs als Wärmesenke der zeitabhängige Einfluss von realistischen Betriebstemperaturen auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften des CuMMCs berücksichtigt werden.

Für die Untersuchung des mit Sigma-Fasern verstärkten CuMMCs wurde eine *Auslagerung* von 400 h bei 550°C gewählt, um den Einfluss auf Festigkeit und Wärmeleitfähigkeit zu untersuchen.

5.7.1 Wärmeleitfähigkeitsuntersuchung

Wie Tab. 5-12 zu entnehmen ist, zeigen die Ergebnisse im Rahmen der Genauigkeitsbetrachtung der Wärmeleitfähigkeitsbestimmung (Kapitel 5.6.2) nach der *Auslagerung* keine signifikanten Änderungen. Für $V_f \approx 26\%$ ist eine Änderung bei geringen Messtemperaturen erkennbar, jedoch ist hier der Einfluss der Fehlermesskette des LFA am größten (Abb. 5-18b). Die kleinen Unterschiede zwischen den Ergebnissen können sowohl durch die Unsicherheiten bei der Wärmeleitfähigkeitsbestimmung als auch durch die leicht abweichenden Faservolumenanteile verursacht werden.

Tab. 5-12: Wärmeleitfähigkeit der Proben nach Auslagerung

Probe	WB 400h @ 550°C	Vf [%]	λ [W/mK] @ Temperatur [°C]						
			20°C	100°C	200°C	300°C	400°C	500°C	600°C
Ka62	ja	14.6	237	248	248	243	240	241	236
Ka54	nein	13.4	259	265	277	283	265	263	257
Ka28	ja	26.5	161	172	173	172	170	168	165
Ka34	nein	25.5	189	191	189	181	180	178	173
Ka13	ja	30.9	135	141	143	136	134	136	137
Ka15	ja	34.8	141	148	150	138	137	137	135
Ka20	nein	36,9	139	141	144	140	137	131	127

Für die in Kapitel 4.6 genannten möglichen Auswirkungen der Auslagerung auf die Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs bedeutet dies, dass ein positiver Effekt auf die Wärmeleitfähigkeit durch das Kornwachstum in der Kupfermatrix nicht messbar ist. Weiterhin liegt keine Degradation der Matrix durch Diffusionsprozesse vor. Eine zu dicke Titanschicht hätte zu einer Wärmeleitfähigkeitsreduktion führen können. Dies ist nicht der Fall. Der höhere Titangehalt in Folge der größeren Grenzfläche bei höherem V_f hat anscheinend ebenfalls keine gravierende Verschlechterung verursacht (Vergleich Ka13 und Ka15 mit Ka20). Es ist allerdings ebenso möglich, dass sich positive und negative Effekte ausgleichen und daher keine Änderung messbar ist.

Ergänzend wurden die Schlibfbilder von Probe Ka16 mittels energiedispersiver Röntgenmikroanalyse (EDX) analysiert, um die qualitative Elementverteilung an Fasergrenzfläche und in der Matrix zu erhalten.

Wie der EDX-Linescan über die Faser-Matrix-Grenzfläche bestätigt, ist Titan in der Kupfermatrix nachweisbar, jedoch nur in sehr geringen Mengen vorhanden (Abb. 5-19b). Die deutliche Titan-Spitze zwischen Matrix und Faser lässt auf eine intakte Grenzfläche schließen. Ein schwaches Diffusionsprofil von Titan in die Matrix ist erkennbar. An der Kohlenstoffoberfläche der Faser bildet sich das sehr stabile TiC (vgl. Kapitel 3.3.1), welches für die gute Faser-Matrix-Anbindung verantwortlich zeichnet und daher dem Ti-Signal zugehörig ist. Brendel [53, 55] konnte mittels Transmissionselektronenspektroskopie (TEM) und EDX ebenfalls TiC im CuMMC mit SCS6-Fasern nachweisen.

Die Ergebnisse aus Wärmeleitfähigkeitsbestimmung und EDX-Analyse sind somit konsistent und weisen auf geringe Verunreinigungen der Kupfermatrix hin. Diese haben nach der *Auslagerung* von 400 h bei 550°C keine negativen Auswirkungen auf die Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs.

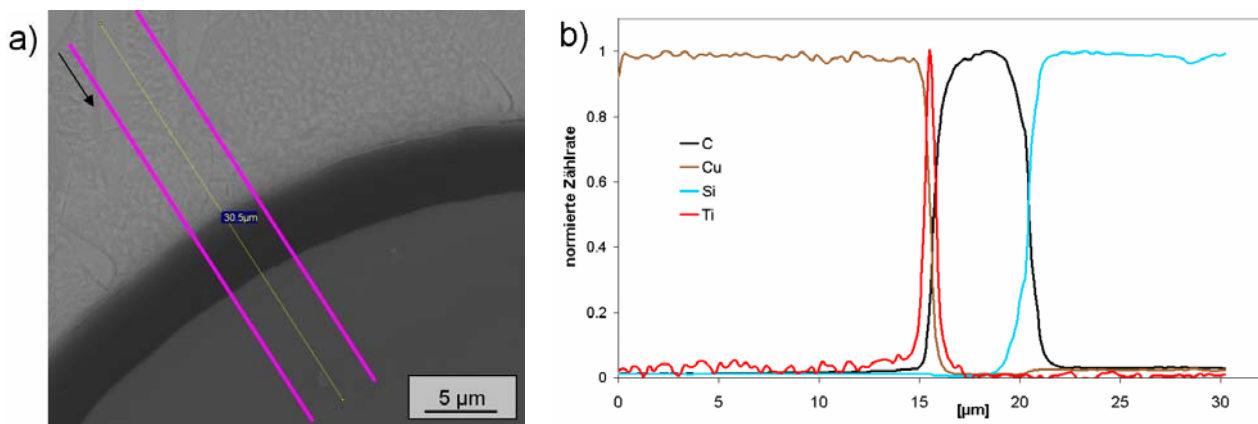


Abb. 5-19: a) EDX Position Grenzfläche (Ka16); b) EDX Linescan Grenzfläche (Ka16)

5.7.2 Zugfestigkeitsuntersuchung

Bei der Untersuchung von thermischen Belastungen auf das CuMMC haben Vorschädigungen durch die Probenbearbeitung einen großen Einfluss auf spätere Resultate. Paffenholz [44] und Schöbel [145] berichten beispielsweise über Faserbrüche, die durch mechanischen Bearbeitung der Proben verursacht werden. Durch solche Vorschädigungen kann es bei thermozyklischer Beanspruchung zum „Infiltrieren“ von Faserrissen durch die Kupfermatrix kommen. Dies zeigte Schöbel [145] mit insitu Tomografiemessungen.

Um Einflüsse solcher Vorschädigungen besser bewerten zu können, wurden die Versuche in zwei Varianten durchgeführt. In Variante 1 wurden die Proben unter mechanischer Beanspruchung endbearbeitet und anschließend ausgelagert, bei Variante 2 umgekehrt. Somit sollte die Vorschädigung durch mechanische Endbearbeitung besser bewertet werden können.

Wie die Zugversuchsergebnisse zeigen, führt die *Auslagerung* zu einem signifikanten Festigkeitsabfall im Komposit. Die Festigkeit ist für vergleichbare Faservolumenanteile um bis zu 65% reduziert (Tab. 5-13) und folgt nicht mehr der linearen Mischungsregel (Abb. 5-20a). Vielmehr ist die Streuung der Ergebnisse wesentlich größer als bei nicht ausgelagerten Proben. Abb. 5-20b und c zeigen die Spannungs-Dehnungs-Diagramme für vier ausgelagerte Proben mit verschiedenen Faservolumenanteilen. Neben den stark reduzierten Zugfestigkeiten sind besonders die Bruchdehnungen auffällig. Während einige Proben den typischen Verlauf mit signifikantem Spannungsabfall im Moment des Faserbündelbruchs zeigen, tritt dieser bei Proben mit geringerem V_f nicht auf (Ka28; Ka62; Ka52 und Ka66). Daher konnten diese Werte für Tab. 5-13 nicht bestimmt werden und wurden stattdessen durch die Gesamtprobenbruchdehnung ergänzt. Auf die Beobachtung unterschiedlicher Bruchdehnung wird in der Diskussion (Kapitel 6.1.2) näher eingegangen.

Ist der Faserbündelbruch in den Spannungs-Dehnungskurven hingegen erkennbar, so ist der Bruchdehnungswert im Vergleich zum nicht ausgelagerten CuMMC deutlich reduziert (Abb. 5-20b; Ka38 und Ka39). Zwischen beiden Bearbeitungsvarianten der Proben ist kein Unterschied in den Ergebnissen feststellbar. Die auftretende Schädigung ist unabhängig von der Reihenfolge der mechanischen Bearbeitung und Auslagerung.

Tab. 5-13: Übersicht CuMMC Zugversuchsergebnisse mit Auslagerung

Probe	Variante	V_f [%]	R_m [MPa]	E-Modul [GPa]	Faserbruchdehnung [%]	ges. Bruchdehnung [%]
Kapsel 28	1	28.6	286.2	186.2	---	7.60
Kapsel 13	1	32.6	390.6	230.0	0.62	4.50
Kapsel 16	1	35.4	390.5	217.9	0.68	>1.4
Kapsel 14	1	36.0	439.3	242.8	0.58	3.50
Kapsel 15	1	36.6	360.1	237.9	0.46	>2.6
Kapsel 22	1	36.7	435.9	244.3	0.63	3.40
Kapsel 62	2	14.9	305.8	---	---	---
Kapsel 52	2	15.6	262.8	171.1	---	12.0
Kapsel 66	2	18.2	249.5	164.9	---	17.0
Kapsel 38	2	23.4	450.5	164.4	0.67	3.9
Kapsel 43	2	27.8	391.0	191.4	0.55	2.2
Kapsel 35	2	36.1	298.0	178.0	0.50	2.0
Kapsel 39	2	36.5	323.3	223.0	0.58	1.8

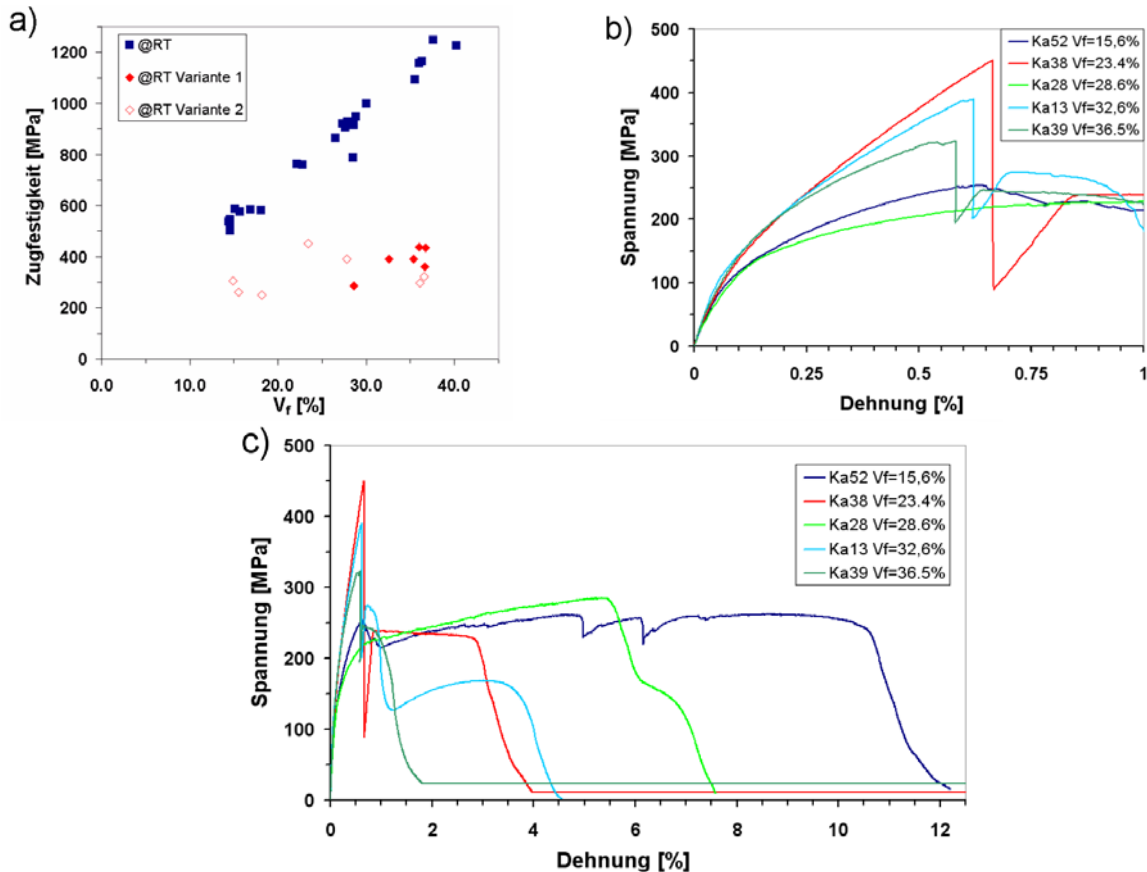


Abb. 5-20: a) Vergleich Zugfestigkeit mit und ohne Auslagerung
 b) Spannungs-Dehnungs-Diagramm für ausgelagerte Proben bis 1%
 c) Spannungs-Dehnungs-Diagramm für ausgelagerte Proben bis 12,5%

REM-Aufnahmen der Bruchflächen offenbaren zwei unterschiedliche Arten des Faserbruchs. Die Mehrzahl an Fasern weisen durch den gesamten Querschnitt relativ glatte Brüche auf (Abb. 5-21a), welche mit Faser-Pull-out aus der Matrix verbunden sind. Dies ist auf die schlechte Verbindung zwischen Kohlenstoffschicht und SiC-Mantel innerhalb der Faser zurückzuführen. In anderen Fällen ist wiederum stark strukturiertes, zersplitterndes Versagen der Fasern, mit einer Vielzahl von Brüchen innerhalb des SiC zu beobachten (Abb. 5-21c). Hier ist die Anbindung von Faser und Matrix sehr viel stärker. Eine mögliche Erklärung für diese unterschiedlichen Versagensmechanismen sind lokale Unterschiede in der Anbindung der C-Schicht an den SiC-Mantel innerhalb der Faser.

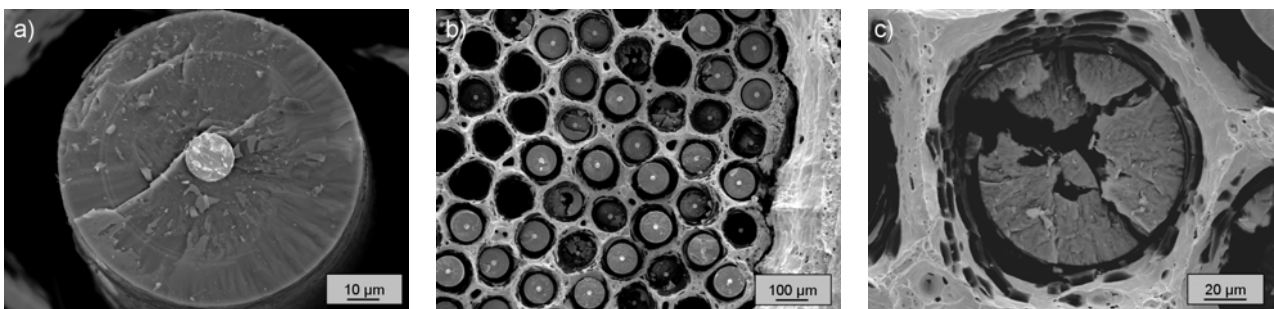


Abb. 5-21: Bruchfläche Probe Ka14;
 a) glatter Faserbruch; b) Ausschnitt; c) zersplitterte Faser

Schallemissionsmessung

Der Zugversuch von Probe Ka13 (Abb. 5-20b) wurde mit zusätzlicher Schallemissionsmessung durchgeführt (beschrieben in Kapitel 4.4). Abb. 5-22 zeigt den Spannungs-Dehnungsverlauf des Versuchs mit jedem einzelnen Schallereignis (Amplitude) und dem zugehörigen Energiewert. Wie bei den nicht ausgelagerten Proben (Kapitel 5.5) sind sehr viele Schallereignisse mit kleineren Amplituden (ca. 30-50 dB) schon bei geringer Dehnung zu registrieren (0-0,3%). Ausschlaggebend hierfür ist wahrscheinlich die schnell einsetzende plastische Verformung der Kupfermatrix. Durch die sehr gute Anbindung an die Kohlenstofffaseroberfläche treten in der Grenzfläche starke Spannungen auf, die zur Schädigung und Ablösung der Kohlenstoffschicht vom SiC-Mantel der Faser führen können. Alle Bruchflächenaufnahmen bestätigen diese Ablösung (Abb. 5-10d; Abb. 5-21c). Die Energien dieser Schallereignisse sind vergleichsweise gering. Unmittelbar vor dem signifikanten Spannungsabfall im Versuch treten vermehrt Ereignisse höherer Amplitude und höherer Energien auf. Das Maximum beider Werte fällt mit dem Spannungsabfall in der Probe zusammen. Analog zum Vorgehen bei nicht ausgelagerten Proben mit hoher Bruchdehnung wird die Dehnung ab diesem Zeitpunkt aus der Probenlänge und dem Maschinenweg berechnet, um Fehler durch Brüche außerhalb des Aufnehmers oder durch Verrutschen auszuschließen.

An den Spannungsabfall schließt sich ein kleiner Bereich mit leichtem Spannungsanstieg ohne Ereignisse an. Ab 0,68% Dehnung setzten wieder Schallereignisse mit höheren Amplituden (>50 dB) und Energien ein und die Spannung fällt kontinuierlich. Bei ca. 1,2% Dehnung wird ein lokales Spannungsminimum erreicht. Danach wurden keine Signale mit mehr als 50 dB Amplitude bzw. messbarer Energie erfasst. Folglich ist anzunehmen, dass direkt nach dem ersten Spannungsabfall noch Verstärkungsfasern intakt sind. Zwischen 0,68 – 1,1% Dehnung kommt es zum Versagen dieser intakten Fasern, welche den ursprünglichen Bruch (1. Spannungsabfall) überbrückt haben. Das Ende dieser Verstärkungswirkung bei ca. 1,1% Dehnung korreliert wiederum auffallend mit der Einzelfaserbruchdehnung (Tab. 5-5). Der verbleibende Rest des Spannungs-Dehnungsverlaufs ist der duktilen Kupfermatrix zuzuschreiben.

Insgesamt wurden sehr viel mehr Schallereignisse detektiert (687 Ereignisse), als Fasern (312) in der Probe enthalten waren. Der Unterschied ist auf das Versagen der Kohlenstofffaserbeschichtung zurückzuführen und ebenfalls in den anderen ausgelagerten Proben mit Schallemissionsmessung nachweisbar (Tab. 5-14).

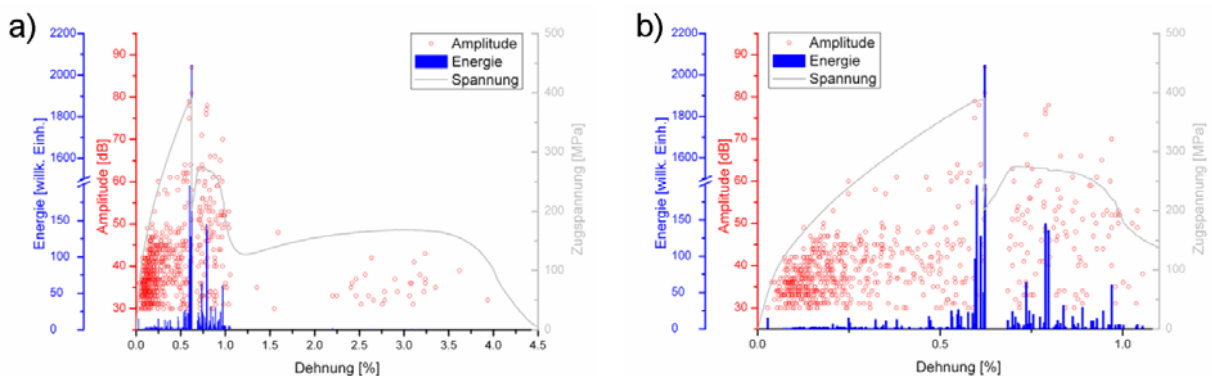


Abb. 5-22: Spannungs-Dehnungs-Diagramm; Zugversuch Ka13 mit Schallamplitude und Energie; a) vollständiger Versuch; b) 0-1,1% Dehnung

Tab. 5-14: Schallemissions Daten ausgelagerte Proben

Probe	Faseranzahl	Schallereignisse	Energie Maximum	R _m [MPa]
Ka13	312	687	2048	391
Ka14	345	1548	358	439
Ka15	351	1130	1073	360

5.7.3 Zyklischer Ermüdungsversuch mit SE-Messung

Neben den SE-Messungen bei Zugversuchen wurde an einer ausgelagerten Probe die zyklische Ermüdung des CuMMCs durch parallele SE-Messungen näher untersucht.

Wie bereits in Kapitel 4.4.2 beschrieben, handelt es sich hierbei um einen dehnungsgeregelten Versuch mit einer Dehnschwingbreite von 0-0,25% bei Raumtemperatur. Die Versuchsregelung erfolgte mit einer Dehngeschwindigkeit von 0,1% pro Sekunde.

Das primäre Versuchsziel bestand nicht darin, die Probe bis zum Bruch zu ermüden, sondern vielmehr die Verfestigungsentwicklung mit fortschreitender Zykluszahl sowie die Schädigungsmechanismen innerhalb des CuMMCs zu untersuchen. Daher wurde der Versuch nach 660 Zyklen ohne Probenbruch beendet. Abb. 5-23a zeigt das Spannungs-Dehnungs-Diagramm für die Zyklen 1-5 und gibt die Entwicklung der Hysterese anhand der letzten drei Zyklen (658-660) wieder. Wie in Abb. 5-23c zu erkennen, ist die betragsmäßige Steigerung der Minimalspannung höher als die der Maximalspannung. Im Zuge der fortschreitenden plastischen Deformation im Zugbereich muss die Probe im Druckbereich stärker gestaucht werden, um die 0%-Dehnung zu erreichen. Die plastische Verformung wird vor allem anhand der offenen Spannungs-Dehnung-Hysterese deutlich (Abb. 5-23a). Sie nimmt mit größeren Zykluszahlen durch Verfestigungseffekte in der Kupfermatrix ab. Dies ist ebenso am Verlauf der plastischen Dehnungsschwingbreite in Abb. 5-23c nachvollziehbar. Sowohl die plastische Dehnungsschwingbreite als auch die Spannungswerte scheinen zwischen 300 und 660 Zyklen konstant zu Verlaufen.

Bezüglich der Schallemissionsmessungen zeigt Abb. 5-23b den zeitlichen Verlauf der Dehnung für die ersten fünf Zyklen mit den zugehörigen SE-Ereignissen und ihren Amplituden. Zur besseren Übersicht gibt Abb. 5-23d zusätzlich die Anzahl an SE-Ereignissen für die ersten zehn Zyklen an. Dabei ist vor allem die ungleichmäßige Verteilung der Ereignisse prägnant. Von insgesamt 206 aufgezeichneten Ereignissen entfallen allein 122 auf den ersten Versuchszyklus. Ihre Zahl ist danach mit der Zyklusanzahl abnehmend (Abb. 5-23d). Die Amplitudenwerte aller SE-Ereignisse liegen unterhalb von 65 dB und damit im Bereich von plastischer Matrixdeformation, Reibung und Grenzflächendefekten (Abb. 4-6). Die Energiewerte bestätigen diese Beobachtung zusätzlich. Sie liegen für alle SE-Ereignisse unter einem Wert von 9 (Vergleich Faserbrüche Kapitel 5.5; Abb. 5-14). Folglich ist davon auszugehen, dass es unter den gegebenen Versuchsbedingungen im ausgelagerten CuMMC nicht zum Versagen einzelner Verstärkungsfasern kommt. Faserbrüche im CuMMC hätten im ausgelagerten Zustand eine wesentlich höhere Amplitude und Energie (Vergleich Abb. 5-22). Unter Berücksichtigung der Einzelfaserzugversuche (Tab. 5-5) wären Faserbrüche im CuMMC bei einer maximalen Dehnung von 0,25% ebenfalls der Schädigung durch Auslagerung zuzuschreiben. Die Bruchdehnung ungeschädigter Fasern ist sehr viel größer.

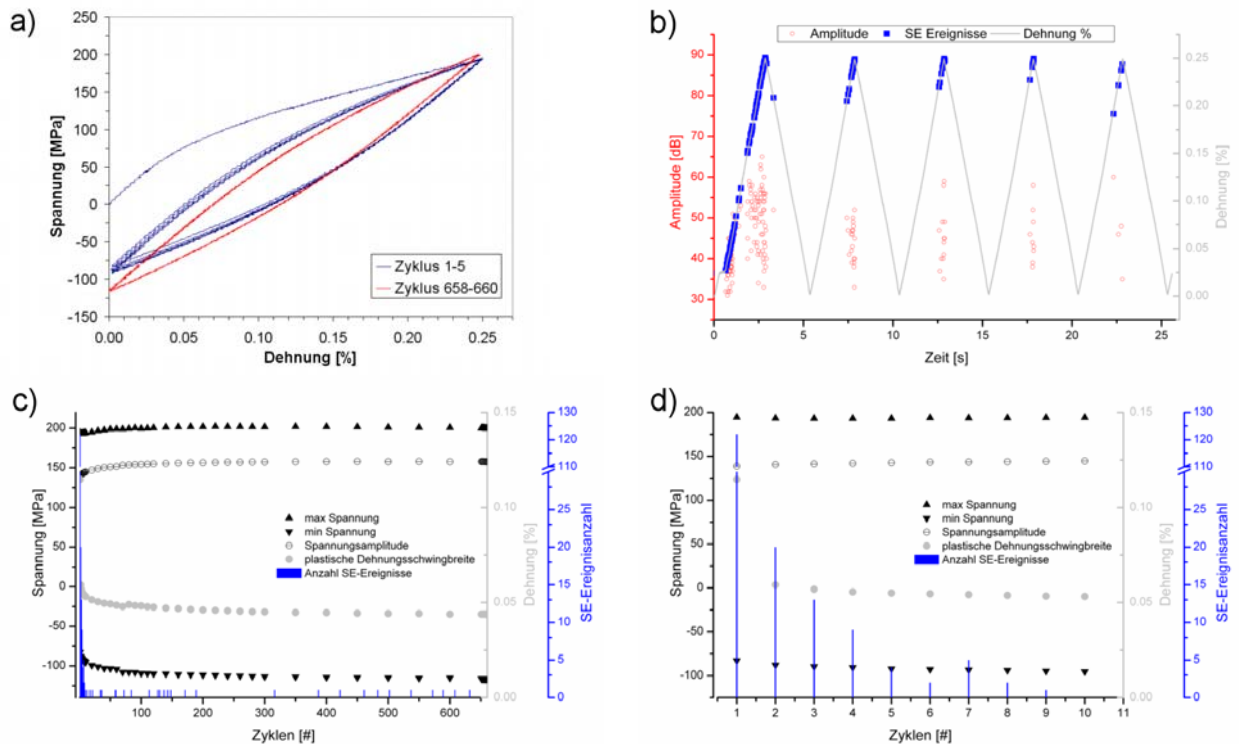


Abb. 5-23: zyklischer Ermüdungsversuch; Probe Ka21 $V_f=37,1\%$ mit Auslagerung
 a) Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit verschiedenen Zyklen
 b) SE-Signalverlauf über Zyklus 1-5
 c) Entwicklung der Messgrößen über die gesamte Versuchszeit
 d) Entwicklung der Messgrößen über Zyklus 1-10

Anhand des zeitlichen Verlaufs der SE-Ereignisse über den Dehnungswert der Zyklen 1-5 (Abb. 5-23b) kann die Entwicklung der Spannungswerte (Abb. 5-23a und c) abgelesen werden. Bis auf eine Ausnahme sind alle SE-Ereignisse im Zugbereich, d.h. bei ansteigenden Dehnungswerten, zu finden. Dies ist in allen 5 dargestellten Zyklen der Fall und gibt vor allem die plastische Deformation der Kupfermatrix wieder. Im Zugbereich kommt es zur Deformation, wodurch SE-Ereignisse ausgelöst werden. Dagegen wird die plastische Längenänderung im Druckbereich durch Aufwenden einer größeren Druckspannung wieder auf 0%-Dehnung gestaucht, ohne dabei SE-Ereignisse auszulösen. Mit steigender Zyklenzahl verringern sich die Anzahl der gemessenen SE-Ereignisse genauso wie die plastische Dehnungsschwingbreite und die Minimalspannung (Abb. 5-23d). In diesen ersten Zyklen fallen die Änderungen aller drei Größen am stärksten aus. Die SE-Ereignisanzahl korreliert somit mit der plastischen Deformation im CuMMC.

5.7.4 Schädigungsuntersuchung

Um eine plausible Erklärung für die starke mechanische Schädigung des CuMMCs nach der Auslagerung zu erhalten, wurde von Probe Ka16 neben der Bruchflächenuntersuchung zusätzlich ein Querschliff des faserverstärkten Bereichs angefertigt.

In den REM-Aufnahmen des Querschliffs sind bereits im BSE-Mode deutliche Kontrastunterschiede innerhalb einzelner Fasern zu erkennen (Abb. 5-24a). Dies deutet auf unterschiedliche Materialzusammensetzungen hin. Abb. 5-24b zeigt eine Faser mit zerstörter und abgehobener Kohlenstoffschicht. Zwischen SiC-Mantel und Kohlenstoffschicht hat sich Cu angesammelt. Die charakteristische Kontraststufe innerhalb der Faser ist hier ebenfalls sichtbar. Die fehlende Diffusionsbarriere nach Zerstörung der Kohlenstoffschicht scheint eine chemische Reaktion innerhalb der Faser zu ermöglichen.

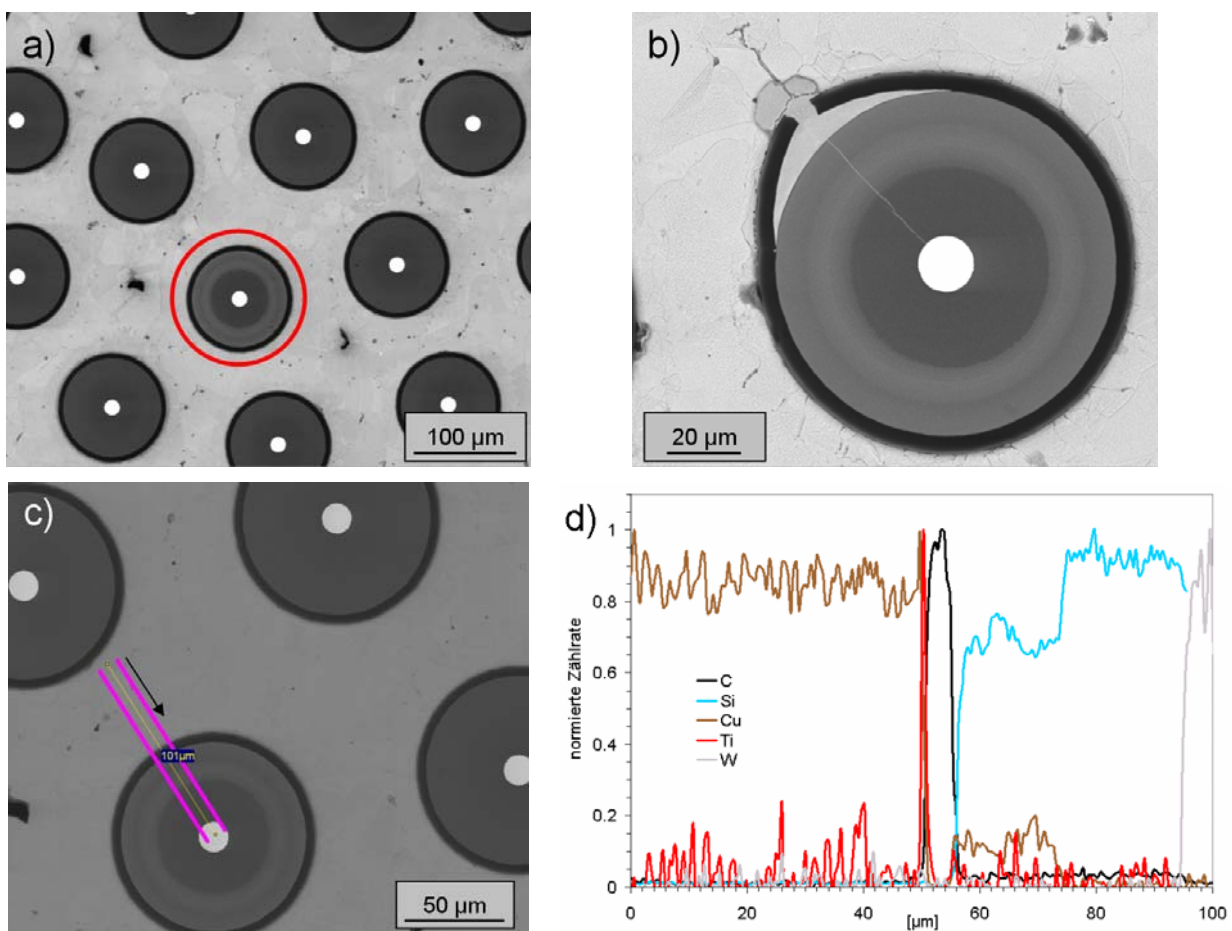


Abb. 5-24: a) Schliffbild Probe Ka16 Faser mit Kontrastunterschied (roter Kreis);
 b) Faser mit zerstörter C-Schicht;
 c) markierte Faser aus a) mit EDX-Linescan Position;
 d) EDX-Linescan zu c)

Wie der EDX-Linescan zeigt, ist Kupfer bis zum Bereich II (vgl. Abb. 3-3) in die Faser diffundiert (Abb. 5-24d) und zusammen mit Silizium im SiC-Mantel der Faser nachweisbar. Das in Abb. 5-25b dargestellte Cu-Signal des EDX-Maps beweist, dass diese Schädigung in einer Vielzahl von Fasern vorliegt und keine vereinzelte Erscheinung ist. Des Weiteren sind in den verschiedenen Abbildungen zwei grundsätzlich verschiedene Schadensmechanismen zu erkennen. Neben der Schädigung durch Reaktion des Kupfers innerhalb des SiC Mantels

ist in Abb. 5-25c ein zusätzlicher Riss in diesem Bereich zu erkennen, der mit Kupfer infiltriert wurde. Ausgehend vom infiltrierten Kupfer ist der für Diffusion charakteristische Kontrastunterschied im SiC erkennbar. Dies geht wiederum einher mit der Schädigung der Kohlenstoffschicht (Abb. 5-25d).

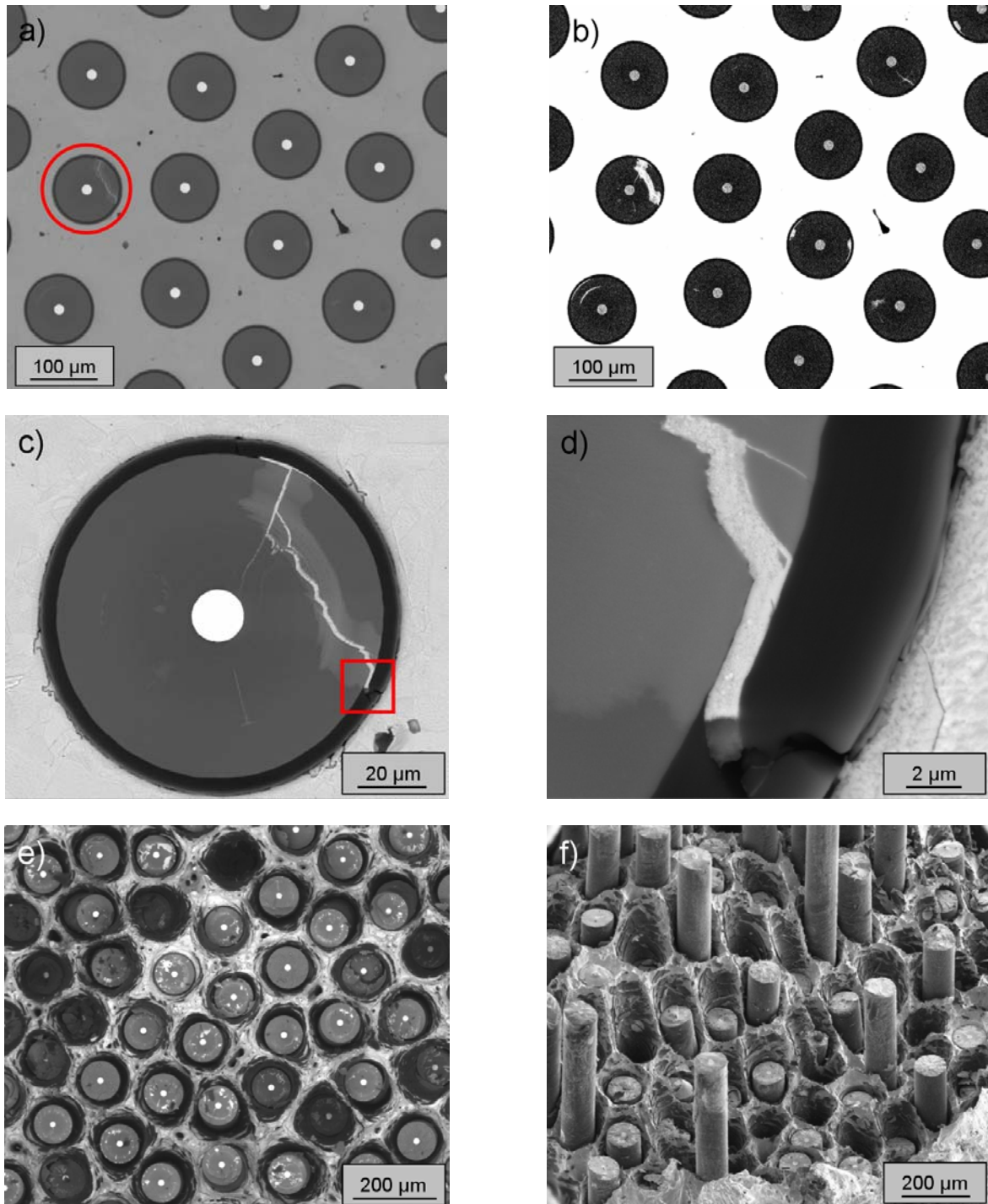


Abb. 5-25: a) Querschliff der Probe Ka16 mit deutlich geschädigter Faser (roter Kreis);
 b) Cu-Signal des EDX-Maps zu Abbildung a);
 c) Vergrößerung der markierten Faser aus Abbildung a);
 d) beschädigte Kohlenstoffschicht aus Abbildung c);
 e) Bruchfläche Ka16 Aufsicht;
 f) Bruchfläche Ka16 gekippt

Aus den Schlibfbildern lassen sich zwei Schadensmechanismen ableiten:

Schadensmechanismus 1: Diffusion von Cu bis in Bereich II des SiC Fasermantels (vgl. Abb. 3-3).

Schadensmechanismus 2: Faserbrüche innerhalb des SiC-Mantels infiltriert mit Kupfer.

Da es sich hierbei um ein dreidimensionales Problem handelt, welches nicht durch einen Schliff in einer Ebene repräsentativ erfasst werden kann, wurde die Bruchfläche genauer untersucht. Im Rückstreumodus (BSE-Mode) des REM sind auf der Mehrzahl der Faserbruchflächen starke Materialkontrastunterschiede erkennbar (Abb. 5-25e). Es handelt sich hierbei ebenfalls um Kupfer, welches möglicherweise Faserbrüche infiltriert und in ähnlicher Form im Schliff (Abb. 5-24) beobachtet werden konnte.

Sowohl Schliff- als auch Bruchflächenaufnahmen zeigen vergleichbare Schädigungen innerhalb der Sigma-Fasern in einer quantitativ hohen Anzahl und liefern eine schlüssige Erklärung für den starken Festigkeitseinbruch des CuMMCs nach der Auslagerung (Tab. 5-13). Zu den Ursachen dieser Schädigung wird auf das entsprechende Diskussionskapitel (Kapitel 6.2) verwiesen.

Zur besseren Untersuchung der beobachteten Schädigung durch Cu-Diffusion wurde mittels fokussierten Ionenstrahls (FIB) in einen geschädigten Faserbereich geschnitten (Abb. 5-26).

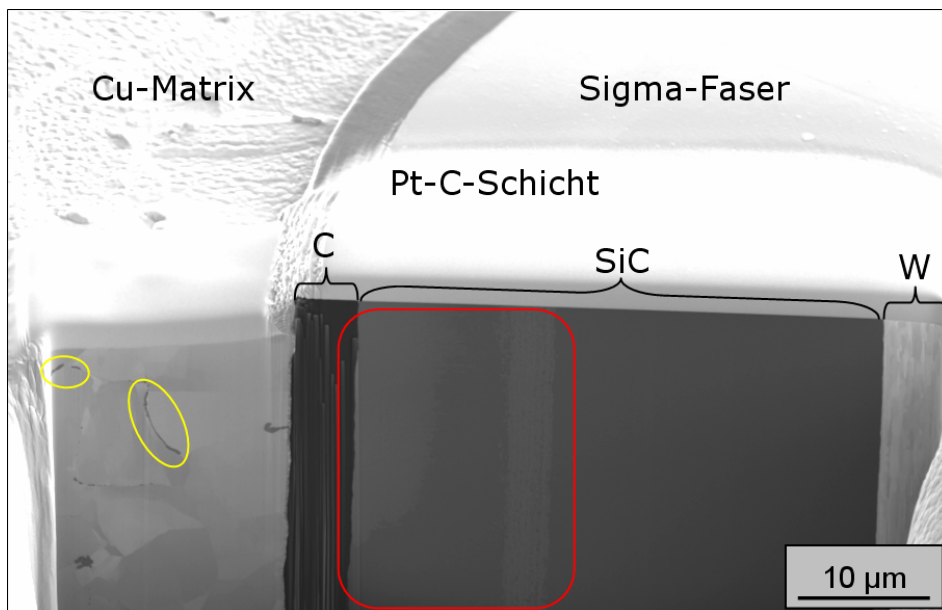


Abb. 5-26: REM Aufnahme nach FIB-Schnitt in Ka16; Cu-Diffusion innerhalb SiC-Mantel (rot); Titan an Korngrenzen (gelb)

Während des FIB-Schnitts treten in Folge des Ionenbeschusses an den Schnittkanten Abrundungen auf. Um dies für die zu untersuchenden Bereiche zu vermeiden, wird eine Schutzschicht aus Platin und Kohlenstoff aufgebracht.

Abb. 5-26 zeigt einen FIB-Schnitt von der Cu-Matrix bis hin zur Wolframseele der Sigma-Faser. Die Abbildung zeigt im rot markierten Bereich eine durch Cu-Diffusion gebildete intermetallische Phase, welche sich entlang der Faserachse ausbreitet. Des Weiteren sind Segregationen von Titan an den Korngrenzen des Kupfers durch Ti-Diffusion in die Matrix zu erkennen (gelb markiert). Wie durch die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit gezeigt wurde, haben diese Anhäufungen von Titan keinen messbar negativen Einfluss auf die

Wärmeleitfähigkeit des Materials unter den untersuchten Bedingungen. Die Anhäufungen von Titan sind in den EDX-Linescans erkennbar (vgl. Abb. 5-24d).

Im angefertigten Schliff der Probe Ka16 sind über 330 Einzelfasern enthalten. Keine der Fasern zeigt eine vollständige Kupferdiffusion durch den SiC-Mantel bis hin zur Wolframseele der Faser. Ein Vergleich der Schadensfälle in Abb. 5-24b und Abb. 5-25c zeigt in beiden Fällen einen feinen Riss durch den kompletten SiC-Mantel, welcher mit Kupfer infiltriert ist. Dabei ist auffällig, dass im inneren Bereich I des SiC-Mantels (vgl. Abb. 3-3) vom mit Kupfer gefüllten Riss anscheinend keine Diffusion ins SiC stattfindet.

5.8 Simulationsergebnisse aus DIGIMAT MF und ABAQUS

5.8.1 Vergleich experimentelle Ergebnisse mit DIGIMAT MF

Wie in Kapitel 4.7 beschrieben, wurde der Versuch unternommen die experimentell gewonnenen zyklischen Versuchsdaten (Kapitel 4.4.2 und 5.5.3) unter Verwendung der Materialsimulationssoftware *DIGIMAT MF (e-Xstream)* zur Generierung eines Parametersatzes für das gekoppelte isotrop-kinematische Stoffgesetz zu verwenden. Die getroffenen Vereinfachungen und Randbedingungen sind ebenfalls in Kapitel 4.7 beschrieben.

Neben den elastischen Konstanten der Materialien sind fünf Parameter für die Beschreibung des plastischen Materialverhaltens von Bedeutung. Diese sind in Tab. 5-15 grau verzeichnet und beziehen sich nur auf das Verhalten der Kupfermatrix.

Tab. 5-15: Materialmodellparameter; Stoffparameter des Modells in grau

SiC-Faser:		elastisches, isotropes Modell	
elastische Parameter:	E-Modul:	360 GPa	
	Poissonzahl:	0.17	
Cu-Matrix:		elasto-plastisches Modell mit kinematischer Verfestigung	
elastische Parameter:	E-Modul @RT:	110 GPa	
	E-Modul @300°C:	90 GPa	
	Poissonzahl:	0.34	
plastische Parameter: isotropes Verfestigungsgesetz:	Fließgrenze:	σ_0 [MPa]	
	Exponentialgesetz		
	Verfestigungsmodul	Q [MPa]	
	Verfestigungsexponent	b	
kinematisches Verfestigungsgesetz:	linear + restaurativ		
	lineares Verfestigungsmodul	C [MPa]	
	Relaxationsparameter	γ	

Das Aspektverhältnis wurde mit $1 \cdot 10^6$ festgelegt, da es sich um ein Langfaser verstärktes Komposit handelt. Bei jeder Simulation wurden 70 Dehnungszyklen berechnet. Damit lag die durchschnittliche Berechnungszeit der Digimat MF Simulationen bei unter einer Minute.

Für die Simulation wurde zunächst ein Datensatz von You [146] für weich geglühtes Kupfer verwendet. Dieser Datensatz wurde unter Verwendung der FEM-Simulationssoftware ABAQUS (*3DS Simulia*) durch Anpassung des isotrop-kinematischen Stoffgesetzes auf experimentell erhobene Daten ermittelt. Zu beachten ist, dass diese Parameter aus einem symmetrischen Zug-Druck-Versuch ($R=-1$) in einem Dehnungsbereich von -0,5 bis 0,5% Dehnung ermittelt wurden. Da die Vergleichsversuche aus Kapitel 5.5.3 in einem kleineren Dehnungsbereich durchgeführt wurden, kann es zu Unterschieden kommen.

Tab. 5-16: Parameterdatensatz von You [146]

Temperatur [°C]	20	300
σ_0	3	3
Q [MPa]	76	48
b	8	20
C [MPa]	64257	37892
γ	888	937

Die Abb. 5-27 zeigt die drei experimentellen Ergebnisse aus Kapitel 5.5.3 mit dem jeweiligen Ergebnis der DIGIMAT MF Berechnung unter Verwendung des Parametersatzes von You. In keinem der drei Fälle wird eine zufrieden stellende Übereinstimmung zwischen experimentellem Ergebnis und dem Simulationsergebnis erzielt. Der Verlauf von Ka61 (Abb. 5-27a) kann mit dem Datensatz noch am ehesten abgebildet werden. Generell führt der Parametersatz von You bei der Verwendung in DIGIMAT MF zu Konvergenz-Problemen innerhalb der Berechnung der 70 Zyklen. Vor allem bei hohem V_f scheinen die Parameter das Kupfer als zu weich zu charakterisieren. Die plastische Verformung im Kupfer wird in diesem Fall zu hoch. Während der Simulation führt dies zu sehr kleinen Dehnungsincrementen, welche im Extremfall für eine Lösung unter dem gegebenen Konvergenzkriterium zu gering werden. Abb. 5-27b zeigt hierfür ein Beispiel. Unter Verwendung des Datensatzes von You sind mit DIGIMAT MF nur die ersten zwei Zyklen vollständig berechenbar.

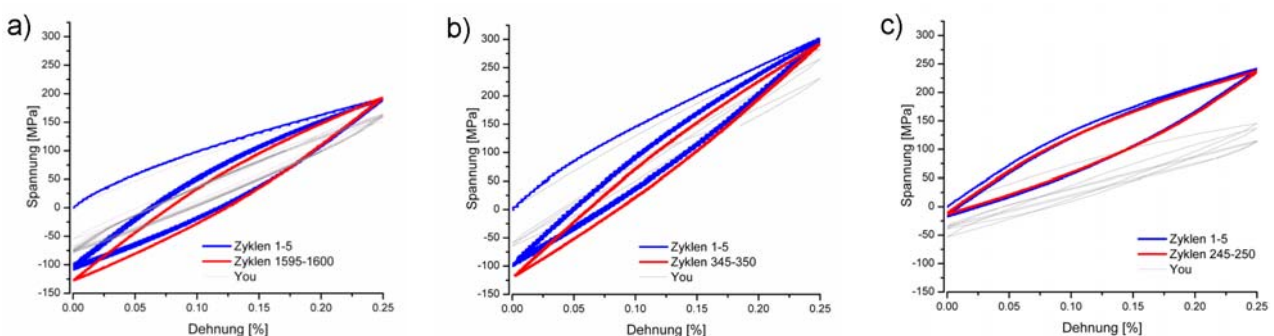


Abb. 5-27: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der drei Versuche a) Ka61 $V_f=14,4\%$; b) Ka46 $V_f=28,4\%$; c) Ka58 $V_f=14,9\%$; mit DIGIMAT Ergebnissen Datensatz You [146]

Im Parametersatz von You beruht die Annahme der Fließgrenze σ_0 auf einem rein numerischen Fit. Der angegebene Wert ist das Ergebnis einer Parameteranpassung in Abaqus auf das Versuchsergebnis einer weichen Kupferprobe [146]. Die Belastung war in diesem Fall

zyklisch und symmetrisch im Zug- und Druckspannungsbereich. Die Probenbelastungen im CuMMC waren hingegen in rein positiver Dehnung und mit geringerer Dehnschwingbreite. Diese Unterschiede können zu unterschiedlichen Materialparametern führen. Um dies besser bewerten zu können, wurden die Simulationen für den Parametersatz von You wiederholt. Die Fließspannung wurde für diese Simulationen jedoch aus einem Zugversuch von reinem Kupfer ermittelt ($\sigma_0 = 44,1$ MPa). Für 300°C konnte keine experimentelle Fließspannung bestimmt werden.

Die Ergebnisse für Raumtemperatur (Abb. 5-28) weisen nun deutlich bessere Übereinstimmungen mit den experimentellen Ergebnissen auf. Sowohl Spannungen als auch Hystereseform werden mit höherer Fließgrenze sehr viel besser abgebildet. Der Einfluss der Fließgrenze auf das Simulationsergebnis steigt demnach mit geringeren Dehnungen. Vor allem die erreichte Maximalspannung im ersten Zyklus hängt in diesem Fall stark von der Fließgrenze ab.

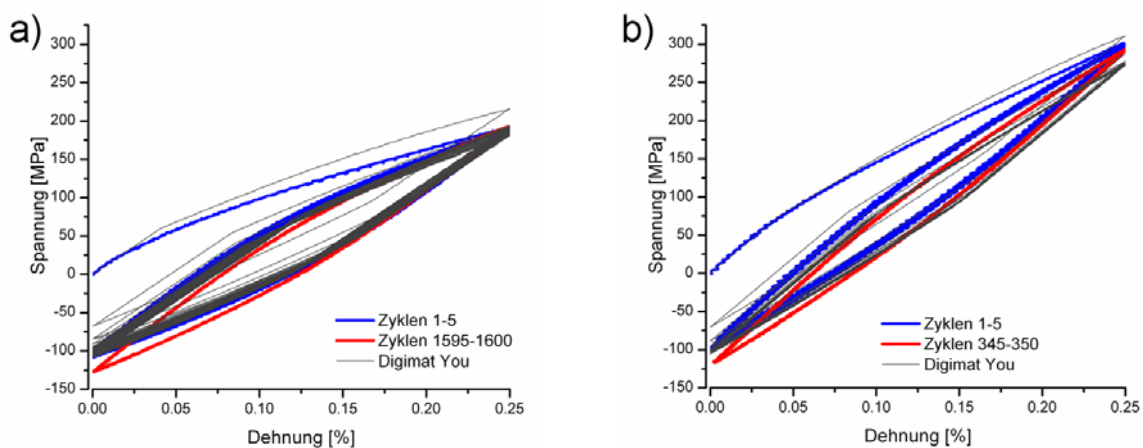


Abb. 5-28: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Versuche: a) Ka61; b) Ka46; mit Ergebnissen aus Digimat MF nach Datensatz von You [146] mit $\sigma_0 = 44,1$ MPa

Ausgehend von diesen Ergebnissen wurden anschließend durch iteratives Vorgehen besser geeignete Parametersätze für die Materialbeschreibung in allen drei Versuchsfällen identifiziert. Von großem Vorteil ist hierbei die analytische Simulation von DIGIMAT MF, welche die Rechenzeit gegenüber einer FEM Berechnung drastisch verringert. Alle der hier vorgestellten DIGIMAT MF Simulation benötigten eine Berechnungszeit von unter einer Minute. Nur durch die schnelle Rechenzeit war eine iterative Parameteranpassung überhaupt möglich.

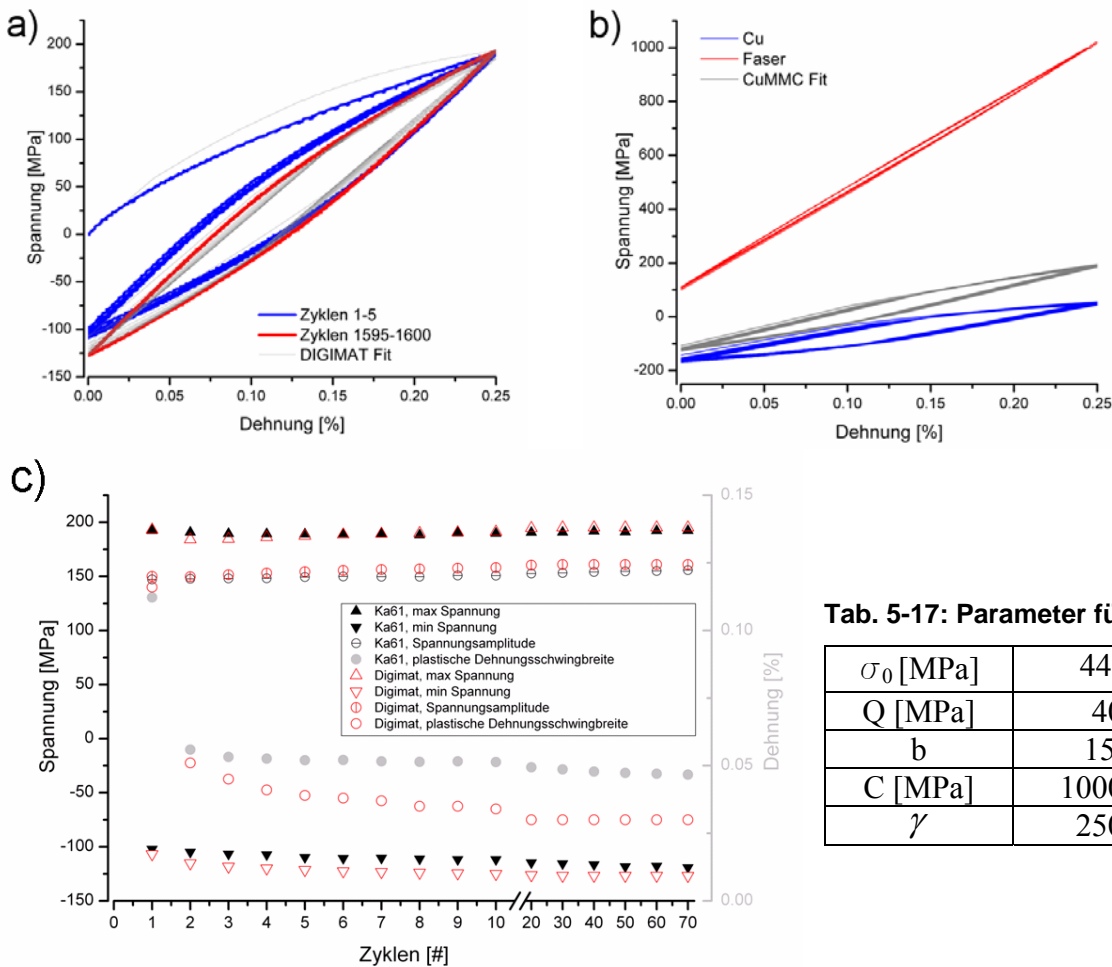
Hauptkriterien für die Anpassung der simulierten Kurve an die experimentell ermittelte waren:

- Abbildung der Maximal- und Minimalspannung
- Spannungsentwicklung über simulierte 70 Zyklen wie bei den Versuchen
- Vergleichbare plastische Dehnungsschwingbreite (Hystereseform)
- Konvergenz über alle 70 Zyklen

Da DIGIMAT MF keine gekoppelte thermo-mechanische Berechnung gestattet, können auftretende Eigenspannungen im CuMMC nicht modelliert werden (Vergleich Kapitel 6.1.3). Daher sind Veränderungen der Fließgrenze und die Form des ersten Belastungszyklus von untergeordneter Bedeutung. Die Annahme der Fließgrenzspannung basiert wiederum auf dem experimentellen Zugversuchsergebnis an reinem Kupfer ($\sigma_0 = 44,1$ MPa).

Die folgenden Diagramme zeigen die Gegenüberstellung von experimentellen Resultaten und Simulationsergebnissen. Es sind die Spannungs-Dehnungs-Verläufe, die Faser- und Matrix-Spannungsverteilung sowie die Spannungsentwicklung über die Versuchszeit dargestellt.

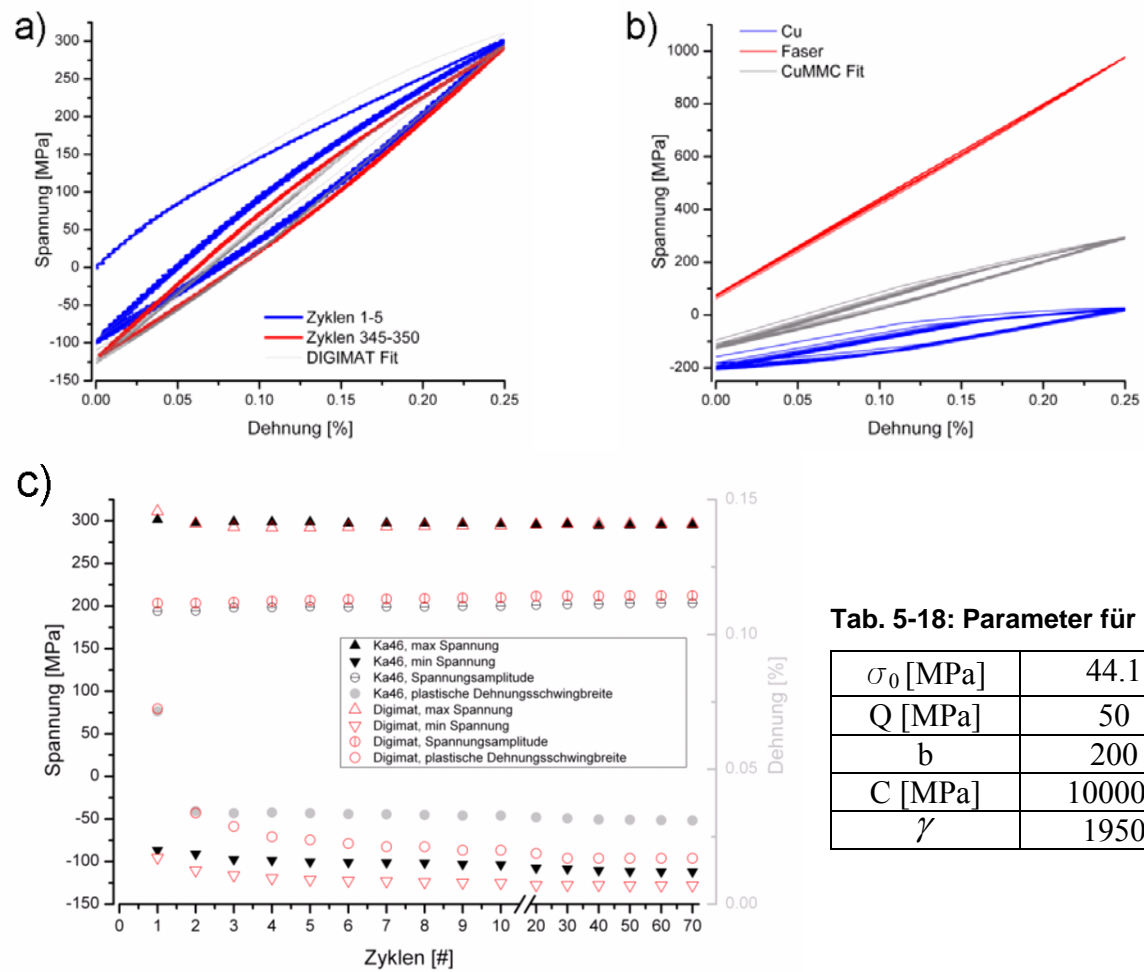
Für die beiden Raumtemperaturversuche kann die Form der jeweiligen Spannungs-Dehnungs-Hysterese mit den ermittelten Materialparametern abgebildet werden (Abb. 5-29a und Abb. 5-30a). Sowohl die Maximal- als auch Minimalspannungswerte liegen in guter Übereinstimmung zu den experimentellen Ergebnissen (Abb. 5-29c und Abb. 5-30c). Einzig die plastische Dehnungsschwingbreite stellt für die Simulation ein Problem dar. Sie wird von beiden gefundenen Parametersätzen deutlich unterschätzt. Es konnte auch kein Parametersatz identifiziert werden, der sowohl die Spannungen als auch die exakte Hystereseform realistisch abbildet. Die Spannungsverteilung in Faser und Matrix zeigt für die Raumtemperaturversuche über die gesamte Simulationszeit Zugspannungen in der Faser (Abb. 5-29b und Abb. 5-30b). Die simulierte Faserzugspannung liegt dabei deutlich unter der Faserzugfestigkeit. Auftretende Druckspannungen im CuMMC (Abb. 5-29a) sind hingegen die direkte Folge der plastischen Deformation des Kupfers (Abb. 5-29b) und haben in Folge der Spannungsumverteilung bei 0%-Dehnung Zugspannungen in der Faser zur Folge (Abb. 5-29b). In der Matrix treten hingegen Druckspannungen auf, da die plastische Deformation für das Erreichen von 0%-Dehnung zurück deformiert werden muss.



Tab. 5-17: Parameter für Ka61

σ_0 [MPa]	44.1
Q [MPa]	40
b	150
C [MPa]	100000
γ	2500

Abb. 5-29: Ergebnisse für Ka61 mit $V_f=14,4\%$, RT
 a) Spannungs-Dehnungs-Verläufe mit Digimat Fit
 b) Spannungs-Dehnungsverläufe für Faser, Matrix und CuMMC ab Zyklus 2;
 c) Entwicklung Spannungen und Dehnungen über 70 Zyklen



Tab. 5-18: Parameter für Ka46

σ_0 [MPa]	44.1
Q [MPa]	50
b	200
C [MPa]	100000
γ	1950

Abb. 5-30: Ergebnisse für Ka46 mit $V_f=28,4\%$, RT
 a) Spannungs-Dehnung-Verläufe mit Digimat Fit
 b) Spannungs-Dehnungsverläufe für Faser, Matrix und CuMMC ab Zyklus 2;
 c) Entwicklung Spannungen und Dehnungen über 70 Zyklen

Wie bereits in Kapitel 5.5.3 geschildert, ist das Materialverhalten des CuMMCs bei 300°C deutlich verändert. Dies spiegelt sich ebenfalls im identifizierten Parametersatz für Probe Ka58 wieder. Die Fließspannung wurde aufgrund höherer Temperatur leicht reduziert. Ebenso verhält sich das maximale isotrope Verfestigungsmodul, da bereits das experimentelle Ergebnis kaum Verfestigung zeigte (Kapitel 5.5.3; Abb. 5-31c). Da das Versuchsergebnis außerdem keine kinematische Verschiebung des Spannungs-Dehnungs-Verlaufs im Spannungsraum aufweist (Abb. 5-31a), wurde der kinematische Relaxationsparameter ebenfalls sehr gering gewählt. Das resultierende Simulationsergebnis zeigt sehr gute Übereinstimmungen hinsichtlich der Spannungsverläufe, wogegen die Form der Hysteresen und die plastische Dehnungsschwingbreite stark vom experimentellen Ergebnis abweichen. Die simulierte Spannungsverteilung zwischen Faser und Matrix zeigt für den 300°C Versuch einen kompletten Spannungsabbau der Faserspannung mit Erreichen von 0%- Dehnung (Abb. 5-31b). Dies war bei Raumtemperatur nicht der Fall (Abb. 5-29b und Abb. 5-30b).

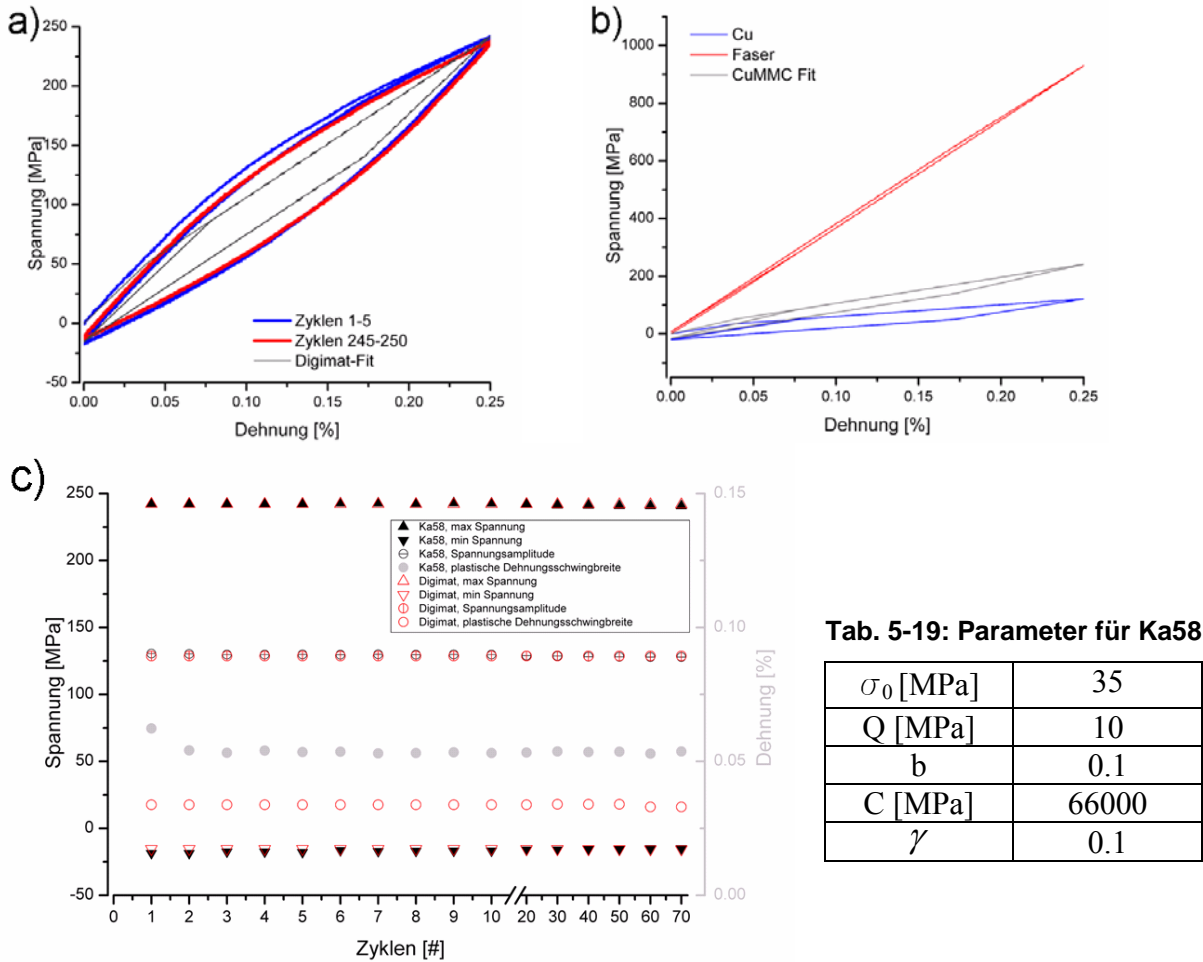


Abb. 5-31: Ergebnisse für Ka58 mit $V_f=14,9\%$, 300°C
 a) Spannungs-Dehnung-Verläufe mit Digimat Fit
 b) Spannungs-Dehnungsverläufe für Faser, Matrix und CuMMC ab Zyklus 1;
 c) Entwicklung Spannungen und Dehnungen über 70 Zyklen

5.8.2 Vergleich Simulation DIGIMAT MF mit ABAQUS

Zur Validierung der in Kapitel 5.8.1 identifizierten Parametersätze wurde ein 3-dimensionales FEM-Modell der CuMMC-Probe in ABAQUS (*3DS Simulia*) erstellt. Die Randbedingungen für dieses Modell sind mit den in DIGIMAT MF getroffenen Annahmen identisch (Kapitel 4.7). In ABAQUS wird ebenfalls das gekoppelte isotrop-kinematische Stoffgesetz zur Beschreibung des Materialverhaltens verwendet. Somit ergibt sich ein dreifacher Vergleich der experimentellen Daten mit Simulationsergebnissen aus ABAQUS und DIGIMAT MF.

Das ABAQUS-Modell ist in Abb. 4-15 dargestellt und besitzt einen Faservolumenanteil von 14,4 %, womit der Versuch Ka61 direkt simuliert werden kann. Da die Spannungsverteilung im Modell entlang der Belastungsrichtung homogen ist, wurden die Spannungs- und Dehnungswerte für das CuMMC durch Mittlung über die freie Stirnfläche des Modells gewonnen. Abb. 5-32 zeigt den Vergleich von Versuchs- und Simulationsergebnissen. Die Materialparameter sind in Tab. 5-15 und Tab. 5-17 dargestellt. Die Belastungsfälle sind in beiden Simulationen identisch und vergleichbar zum experimentellen Versuch.

Rein qualitativ betrachtet ist die ABAQUS-Simulation gut in der Lage das experimentell ermittelte CuMMC-Verhalten abzubilden. Die Hystereseform im Spannungs-Dehnungs-Diagramm ist dem experimentellen Verlauf sehr ähnlich (Abb. 5-32a). Lediglich die Maximal- und Minimalspannungswerte sind unterschätzt und weichen um 10-20% gegenüber den experimentellen Ergebnissen ab (Abb. 5-32c). Abb. 5-32b zeigt die Spannungsverteilung in Faser und Matrix aus den Simulationen von ABAQUS und DIGIMAT.

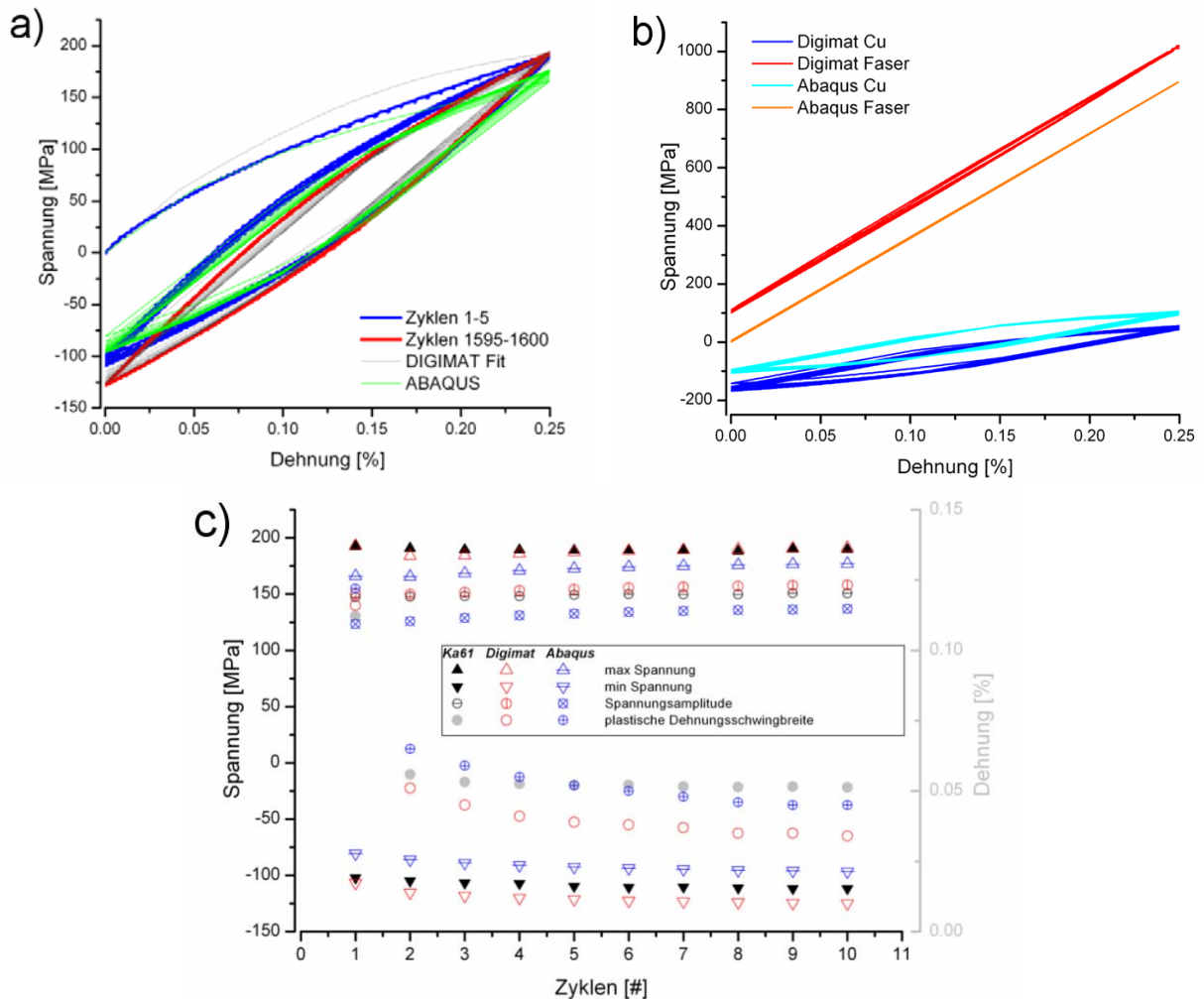


Abb. 5-32: Vergleich von experimentellen Daten mit Abaqus und Digimat MF Simulationen
a) Spannungs-Dehnungs-Verläufe;
b) Faser und Matrix-Spannungs-Dehnungs-Verläufe;
c) Entwicklung von Spannungen und Dehnungen

Die Ergebnisse der Spannungsverteilung (Abb. 5-32b) sind zwischen beiden Simulationen stark unterschiedlich und zeigen wie die Spannungsabweichungen im Vergleich zum CuMMC (Abb. 5-32a) entstehen. Da in beiden Simulationen identische Materialwerte angenommen wurden, stimmen der Anstieg der Faserkurve (identisches E-Modul, Abb. 5-32b) und die Form der Hystereseschleife der Kupfermatrix in beiden Simulationen überein. Die Spannungsumverteilung zwischen Faser und Matrix führt in der Digimat MF Rechnung jedoch zu höheren Druck- und niedrigeren Zugspannungen in der Matrix. Dies hat entsprechend höhere Zugbelastungen auf die Fasern zur Folge. Im CuMMC-Versuch wird der maximale Spannungswert durch den Fasereinfluss dominiert, während die Kupfermatrix für die Größe der Druckspannung bei 0%-Dehnung verantwortlich ist. Die plastischen Verformungen der Kupfermatrix in Zugbelastungsrichtung müssen durch Druckspannungen

bei der Rückverformung ausgeglichen werden, um wieder 0%-Dehnung zu erreichen. Beide Raumtemperaturversuche (Kapitel 5.8.1; Ka61 Abb. 5-29 und Ka46 Abb. 5-30) zeigen diese Druckspannungen. In der ABAQUS-Simulation wird die Druckspannung im Kupfer hingegen unterschätzt (Abb. 5-32b), wodurch weniger starke Zugspannungen in der Faser nötig sind. Beide Spannungsverschiebungen resultieren im CuMMC zu den abweichenden Maximal- und Minimalspannungen.

Mögliche Ursachen für die Abweichungen zwischen beiden Simulationen sind in den Vereinfachungen von DIGIMAT MF bzw. der komplexeren Berechnung von ABAQUS zu suchen. Die Homogenisierung von DIGIMAT mittelt über das Komposit, während ABAQUS Spannungen und Dehnungen für jedes einzelne finite Element an dessen Knoten bestimmt und somit eine hohe lokale Auflösung besitzt. Deren Genauigkeit ist von der Größe der einzelnen Elemente abhängig. Die Berücksichtigung der lokalen Faserspannungen in Radial- und Umfangsrichtung kann das Erreichen der Fließspannungsgrenze verzögern, wodurch die geringere plastische Matrixverformung im ABAQUS-Ergebnis nachvollziehbar wird.

Simulation von Eigenspannungen in ABAQUS

Wie bereits mehrfach beschrieben, existieren im CuMMC herstellungsbedingte Eigenspannungen, welche sich durch unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten von Faser und Matrix ausbilden. Die Auswirkungen dieser thermischen Eigenspannungen sind im Vergleich der experimentellen Ergebnisse zwischen den Proben Ka61 (Abb. 5-15a) und Ka58 (Abb. 5-15e) in Kapitel 5.5.3 dargestellt und werden in Kapitel 6.1.3 eingehender diskutiert.

In ABAQUS besteht die Möglichkeit, die Auswirkungen dieser thermischen Eigenspannungen durch einen Vergleich zweier Simulationen abzuschätzen. Dies erfordert eine gekoppelte thermo-mechanische Berechnung, bei der der zyklischen mechanischen Belastung ein Abkühlungsschritt vorangestellt wird. Die Abkühlungstemperatur entspricht der angenommenen spannungsfreien Temperatur im Komposit und beträgt hier 350°C. In Folge der Abkühlung auf Raumtemperatur bauen sich die thermischen Eigenspannungen auf, was im CuMMC zu Druckspannungen in der Faser sowie Zugspannungen in der Matrix führt. Der Vergleich der beiden ABAQUS-Simulationen erfolgt mit identischen Stoffparametern, wobei jedoch nur eine Simulation den Abkühlungsschritt zur Eigenspannungsinduzierung enthält.

Abb. 5-33 zeigt die Ergebnisse beider Simulationsresultate unter Verwendung der Stoffparameter in Tab. 5-17. Es ist sowohl der generelle Unterschied im Spannungs-Dehnungs-Verlauf des Komposits als auch die unterschiedliche Spannungsverteilung in Faser und Matrix dargestellt.

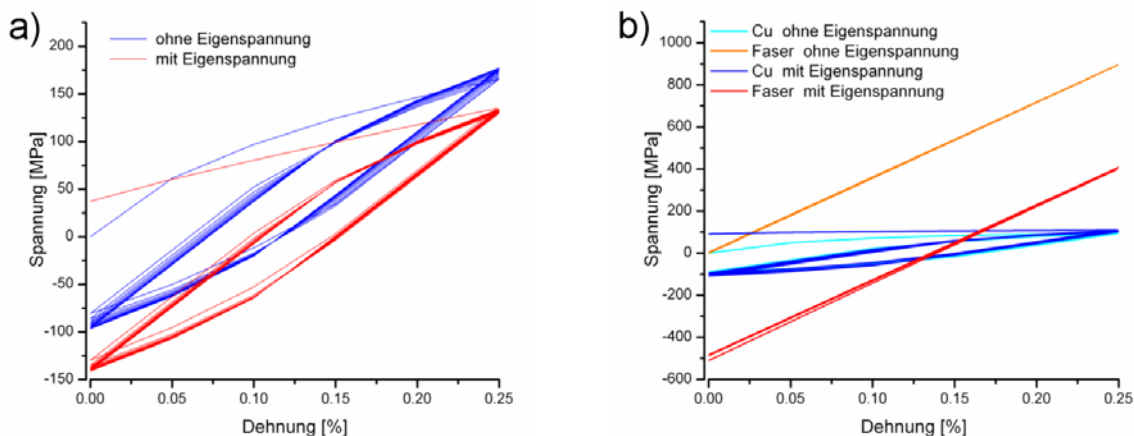


Abb. 5-33: ABAQUS-Simulation mit und ohne Eigenspannungen $V_f=14,4\%$;
 a) Spannungs-Dehnungs-Verläufe für CuMMC
 b) Spannungs-Dehnungs-Verläufe für Faser und Matrix

Aus den Resultaten wird deutlich, dass die Eigenspannungen zu einer starken Verschiebung der Spannungs-Dehnungs-Hysteresen in den Druckbereich führen. Die im Eigenspannungsfall initial vorliegenden Druckspannungen in der Faser sowie Zugspannungen in der Matrix sind Abb. 5-33b zu entnehmen. Im Gesamtkomposit liegen ebenfalls Zugspannungen vor (Abb. 5-33a). Die Resultate bestätigen damit die Tendenz, die im Vergleich der beiden Versuche Ka61 und Ka58 bei Raumtemperatur und 300°C zu erkennen ist (Abb. 5-15a und e). Im Raumtemperaturversuch ist die erreichbare Spannung bei 0,25%-Dehnung aufgrund der Eigenspannung geringer als theoretisch ohne Eigenspannung möglich wäre (Vergleich Abb. 5-33a). Im 300°C Fall sind die Eigenspannungen hingegen fast komplett verschwunden (spannungsfreie Temperatur = 350°C) und die erreichbare Spannung bei 0,25%-Dehnung entsprechend höher. Die theoretische Simulation zeigt somit, warum sich die experimentellen Spannungswerte in dieser Form verhalten.

Der genauere Zusammenhang von plastischer Matrixdeformation unter Berücksichtigung der Fließgrenze und dem Einfluss der Eigenspannungen wird in der Diskussion in Kapitel 6.1.3 erläutert.

6 Diskussion

Die abschließende Diskussion der Arbeit soll sich im Wesentlichen mit der Eignung des langfaserverstärkten Kupferkomposits für die Fusion befassen. Im Fokus stehen dabei die in Kapitel 1 und 2.5 eingeführten mechanischen und thermischen Anforderungen an das Wärmesenkenmaterial.

In dieser Arbeit wurde die erfolgreiche Herstellung eines CuMMCs mit Sigma SM 1140+ Verstärkungsfasern dokumentiert, sowie die Charakterisierung hinsichtlich der Festigkeit und der Wärmeleitfähigkeit vorgenommen. Dies beinhaltete eine Auslagerung des hergestellten Materials, um mögliche Einflüsse der Betriebsbelastungen in der Fusionsanwendung auf die mechanische und thermische Leistungsfähigkeit abschätzen zu können.

Des Weiteren wurden zyklische Belastungsversuche mit niedrigen Dehnungsschwingbreiten durchgeführt, um das Verfestigungsverhalten des CuMMCs und den Einfluss von Eigenspannungen beurteilen zu können. Diese Ergebnisse wurden anschließend in der Materialsimulationssoftware Digimat MF zur Bestimmung von Parametersätzen auf das isotrop-kinematische Stoffgesetz verwendet.

Die bereits gezeigten Resultate von Charakterisierung und Simulation sollen nun im Zusammenhang diskutiert werden.

6.1 Mechanische Eigenschaften des CuMMCs

6.1.1 Allgemeine Bewertung der experimentellen Ergebnisse

In den CuMMC-Zugversuchsergebnissen (Kapitel 5.5.1) konnte gezeigt werden, dass die Zugfestigkeit des CuMMCs in sehr guter Übereinstimmung mit der linearen Mischungsregel liegt (Abb. 5-9a). Gleiches gilt für den linearen Anstieg des E-Moduls mit steigendem V_f (Abb. 5-8 und Abb. 5-9b). Verbunden mit der geringen Streuung (R_m), sind beide Ergebnisse Anzeichen für die hohe Qualität des hergestellten CuMMCs. Größere Fehlstellen, wie Poren oder Oxidschichten, auf den Einzelfasern vor dem HIPen, hätten sehr viel höhere Ergebnisstreuungen zur Folge [44]. Des Weiteren zeigen die Querschliffbilder (Abb. 5-17) und die CuMMC-Bruchflächen (Abb. 5-10) keine dieser möglichen Probleme. Die Herstellungsrouten stellen demnach eine hohe CuMMC-Qualität sicher.

Wie sowohl aus den Bruchflächenaufnahmen als auch den Push-Out-Versuchen hervorgeht, ist die Schwachstelle im CuMMC mit Sigma-Fasern innerhalb der Faser zu suchen. Die Anbindung zwischen Kohlenstoffschicht und SiC-Mantel ist deutlich schwächer als die Faser-Matrix-Grenzfläche mit Titanzwischen-schicht. Die in Kapitel 3.3.2 beschriebene Grenzfläche funktioniert demnach hervorragend. In den Bruchflächenaufnahmen überwiegt der Faser-Pull-Out stark gegenüber dem „zersplitternden“ Faserversagen (Abb. 5-21), was der schwachen C-SiC Grenzfläche innerhalb der Faser zuzuschreiben ist. Im nicht ausgelagerten CuMMC ist daher nicht von mehrfachen Faserbrüchen über die gesamte Probenlänge auszugehen. Diese Vermutung wird durch die Bruchdehnung der CuMMC-Proben gestützt (Tab. 5-7), die identisch zu den Einzelfaserzugversuchsergebnissen (Tab. 5-5) ausfällt.

Anhand der Schallemissionsmessungen während des Zugversuchs wird deutlich (Kapitel 5.5.2), dass nicht ausgelagerte Proben bis zum Bruch des Faserbündels (Dehnung ca. 0,9%) vor allem Grenzflächenschädigung und –reibung in Folge von starker plastischer Deformation der Kupfermatrix erleben. Erst unmittelbar vor und im Moment des Versagens sind Schallamplituden detektierbar, die dem Faserversagen entsprechen. Daraus ergibt sich, dass in den zyklischen Versuchen bis 0,55% Maximaldehnung keine signifikante CuMMC-Probenschädigung zu erwarten ist. Bis 0,25% Maximaldehnung ist dies vollkommen auszuschließen, da selbst für die zyklisch belastete, ausgelagerte Probe Ka21 (Kapitel 5.7.3) über 660 Zyklen keine Schallereignisse aufgenommen wurden, die einem Faserbruch entsprechen.

Die in Kombination mit SE-Messung zyklisch belastete Probe Ka21 zeigt des Weiteren, dass die plastische Deformation bei 0-0,25% Dehnungsschwingbreite mit zunehmender Zykluszahl von Schallereignissen entkoppelt ist (Abb. 5-23c und d). Während alle zyklisch belasteten Proben, unabhängig von V_f oder der Versuchstemperatur, plastische Deformation über die gesamte Versuchszeit zeigen (Kapitel 4.4.2), nehmen die Schallereignisse in Ka21 mit fortschreitender Zykluszahl ab (Abb. 5-23c und d). Zu Versuchsbeginn bilden die Schallereignisse die Plastifizierung in der Probe ab (Zyklus 1; Abb. 5-23b). Anschließend wird die SE-Anzahl geringer und die Ereignisse treten nur noch bei Maximaldehnung (0,25%) auf (ab Zyklus 2, Abb. 5-23b). Das heißt, dass Grenzflächenversagen und –reibung vor allem zu Versuchsbeginn (1. -10 Zyklus) in der CuMMC-Probe zu verzeichnen sind und mit fortschreitender Versuchszeit nur noch sehr vereinzelt auftreten.

Weiterführend weisen die Minimalspannungswerte ihre stärkste Änderung ebenfalls zu Versuchsbeginn auf und gehen danach systematisch in Sättigung (Abb. 5-23a). Diese Entwicklung unterliegt einer Kombination aus isotroper Verfestigung der Kupfermatrix mit fortschreitender Zykluszahl, sowie der CuMMC-Schädigung durch Reibung und Grenzflächenversagen. Beide Einflussfaktoren verringern sich mit wachsender Zykluszahl (Abb. 5-23a und b). Aus den Push-Out und den CuMMC-Zugversuchen ist die schwache C-SiC-Grenzfläche innerhalb der Faser bekannt. Bedingt durch die sehr gute Anbindung zwischen Faser-Kohlenstoffschicht und Kupfermatrix wird die aufgebrachte Zugspannung sehr gut durch Schubspannungen in der Grenzfläche auf die Faser übertragen. Zwischen der Kohlenstoffschicht und dem SiC-Mantel im Faserinneren ist der Spannungsübergang identisch. Ist die Grenzfläche jedoch zu schwach, versagt sie und delaminiert. Dieses Versagen konnte ebenfalls in aufgelösten CuMMC-Proben nachgewiesen werden (Abb. 6-4) und tritt bereits bei der Herstellung der CuMMC-Proben durch Eigenspannungen auf (weiter in Kapitel 6.1.3). Die SE-Ereignisse während der Zugversuche (Kapitel 5.5.2), bzw. des zyklischen Versuchs (Kapitel 5.7.3), zeigen das Versagen der Grenzfläche innerhalb der Faser ebenfalls an.

Bei allen zyklischen Raumtemperaturversuchen wurde eine Verfestigung der Kupfermatrix festgestellt, die sich vor allem in steigenden Druckspannungen äußerte. Der 300°C Versuch zeigte keine Verfestigung, da das Kupfer in diesem Temperaturbereich zu weich ist.

6.1.2 Bruchdehnung des CuMMCs

Kapitel 5.5.1 befasst sich mit den Ergebnissen der CuMMC-Zugversuche und zeigt unter anderem den Bruchflächenvergleich von Proben mit verschieden großem V_f nach dem Raumtemperaturzugversuch (Abb. 5-10a und b). Zwischen den beiden Abbildungen sind deutliche Unterschiede hinsichtlich der Einschnürung im Bereich der Bruchfläche erkennbar, was auf die größere Plastifizierung der Matrix bei kleineren V_f zurückzuführen ist. Diese Beobachtungen stimmen nicht mit den angegebenen Werten bezüglich der Bruchdehnung für

niedrige V_f (Tab. 5-7) überein. In Tab. 5-7 ist der für das CuMMC-Versagen typische Dehnungswert für den Bruch des Faserbündels angegeben, wie er ebenfalls Abb. 5-8 zu entnehmen ist. Für CuMMC-Proben mit hohem V_f stimmen Bruchdehnung und Bruchflächenabbildung überein. Die sichtbare plastische Deformation in Abb. 5-10a ist vergleichsweise gering. CuMMC-Proben mit geringem V_f versagen jedoch mit Erreichen der Faserbruchdehnung nicht vollständig, sondern behalten eine Restfestigkeit, wie Abb. 6-1 zu entnehmen ist.

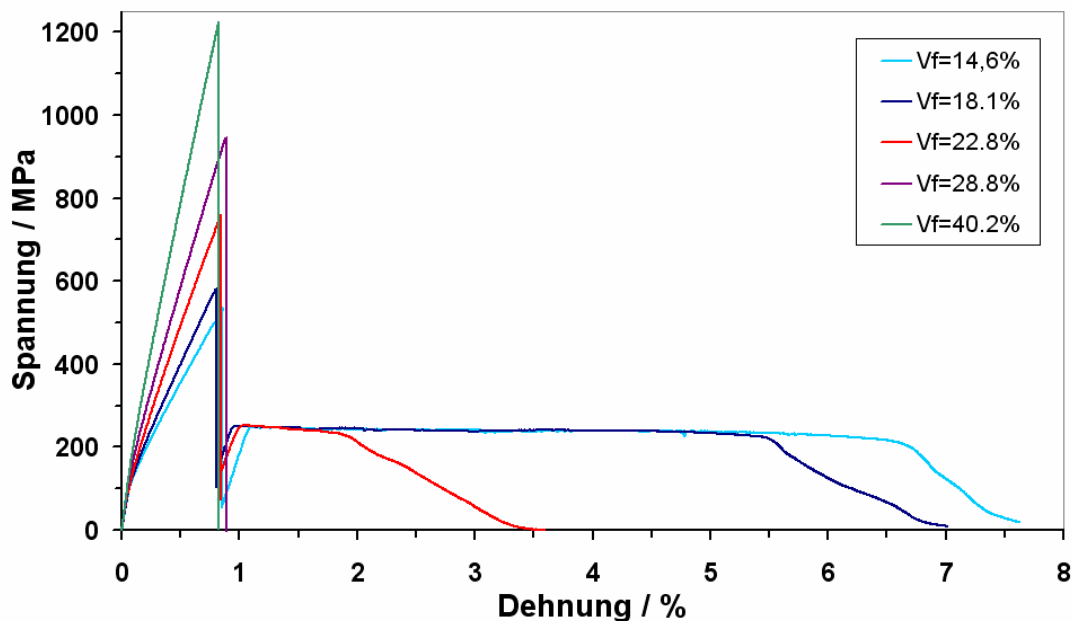


Abb. 6-1: Spannungs-Dehnungs-Diagramm für verschiedene V_f bei RT

Abb. 6-1 zeigt mehrere Spannung-Dehnungs-Diagramme für verschiedene Faservolumenanteile. Die in Tab. 5-7 angegebene Faserbruchdehnung bezieht sich auf den Spannungseinbruch bei ca. 0,9% Dehnung, welcher bei niedrigem V_f nicht zum vollständigen Probenversagen führt. Ab dem Zeitpunkt des Spannungsabfalls wurde die Dehnung der intakten Proben nicht über den Messaufnehmer sondern über die parallele Probenlänge (25 mm) und den Maschinenweg bestimmt, um Messfehler zu vermeiden. Erfolgt der Bruch außerhalb der Dehnungsaufnehmer Messlänge oder verrutscht der Aufnehmer in Folge des Spannungsabfalls, sind die Messwerte des Aufnehmers nicht mehr verwendbar.

Nach dem Bruch des Faserbündels und dem damit verbundenen Spannungsabfall steigt die Spannung für Proben mit geringerem V_f wieder an. Der Spannungswert entspricht etwa dem der Zugfestigkeit von reinem Kupfer bei Raumtemperatur und liegt für Proben mit unterschiedlichem V_f (14,6-22,8%) auf auffallend gleichem Niveau. Die REM-Aufnahmen der Bruchflächen von Proben mit niedrigem V_f spiegeln exakt dieses Verhalten wieder. Die sichtbare Deformation in Abb. 5-10b ist verglichen mit Abb. 5-10a viel stärker. Für das Zerreißen der Probe mit anschließender Bruchflächenanalyse war diese hohe Bruchdehnung jedoch nötig. Abb. 6-1 zeigt darüber hinaus das Abnehmen dieser erweiterten Bruchdehnung mit steigendem V_f . Für die CuMMC-Proben, die dieses Verhalten zeigten, ergeben sich folgende erweiterte Bruchdehnungswerte:

Tab. 6-1: CuMMC-Versuche mit erweiterter Bruchdehnung (zyklisch belastete Proben in grau)

Probe	Temp. [°C]	V_f [%]	R_m [MPa]	Faserbündel Bruchdehnung [%]	Erweiterte Bruchdehnung [%]
Kapsel 54	RT	14.4	538.1	0.95	3.50
Kapsel 53	RT	14.6	513.9	0.86	5.30
Kapsel 55	RT	14.6	535.1	0.86	7.60
Kapsel 56	RT	14.6	544.5	0.72	5.40
Kapsel 57	RT	14.6	501.3	0.63	5.40
Kapsel 63	RT	15.1	586.3	0.81	5.60
Kapsel 64	RT	15.7	576.1	0.69	6.60
Kapsel 51	RT	16.9	583.1	0.81	4.40
Kapsel 65	RT	18.1	582.5	0.80	6.90
Kapsel 32	RT	22.1	763.8	0.93	3.50
Kapsel 33	RT	22.8	759.8	0.84	3.50

Bruchmechanisch wird das CuMMC bei höherem V_f durch das spröde Verhalten der Fasern dominiert, während der Matrixeinfluss mit fallendem V_f sukzessive zunimmt.

Bei geringeren Faservolumenanteilen brechen die Fasern bei der typischen Bruchdehnung von ca. 0,9%, was mit einem entsprechenden Festigkeitsabfall verbunden ist und in Abb. 6-1 deutlich wird. Jedoch ist im Moment des Faserbruchs im CuMMC mit hohem V_f in Folge höherer Steifigkeit sehr viel mehr Energie enthalten. Diese führt im Zeitpunkt des Faserversagens zu instabilem Bruchwachstum und scheinbar sprödem Versagen der gesamten CuMMC Probe. Bei niedrigerem V_f kann die Energie nach Faserbruch hingegen effektiver in plastischer Verformung innerhalb der Kupfermatrix dissipieren. Die Folge ist eine zusätzliche Schadenstoleranz des CuMMCs nach Faserbruch. Die gleichen Spannungsniveaus nach Faserbruch für $V_f=14,6\%$; $18,1\%$ und $22,8\%$ lassen darauf schließen, dass in diesem Bereich nur noch Kupfer gezogen wird. Die Bruchcharakteristik der Kupfermatrix verbleibt für alle V_f duktil mit den Anzeichen des Verformungsbruchs (vgl. Abb. 5-10d und f). Mit höherem V_f sind jedoch die Faserabstände geringer und damit ebenso das dazwischen liegende Kupfer. In der Folge werden mit steigendem V_f geringere Dehnungen bis zum Bruch erreicht.

Die Versuchsergebnisse für 300°C zeigen keine vergleichbare Zweiteilung der Bruchmechanik. Hier brechen alle Proben entsprechend dem Faserverhalten spröde. Die Festigkeit der Kupfermatrix ist bei erhöhter Temperatur zu gering, als das sie in der Lage wäre die anfallende Energie in Form von plastischer Deformation aufzunehmen.

Die geschilderte Problematik ist für das bruchmechanische Verständnis des CuMMCs von Bedeutung. Unter Berücksichtigung einer Hochtemperaturanwendung mit entsprechend geringer Matrixfestigkeit, verliert die Beobachtung jedoch an Relevanz.

Nach Auslagerung

Durch die Auslagerung und die damit verbundene Faserschädigung (Kapitel 5.7.4) sind die Festigkeit und die Bruchdehnung des CuMMCs herabgesetzt. Der beschriebene Effekt auf die Bruchdehnung wirkt sich unabhängig von ihrem Faservolumenanteil (z.B. Ka22 $V_f=36,7\%$) durch die Festigkeitsreduktion des CuMMCs auf alle ausgelagerten Proben aus. Teilweise kann der für den Faserbündelbruch charakteristische Spannungsabfall in den Spannungs-Dehnungs-Verläufen nicht mehr erkannt werden. Dies ist vor allem für Proben mit niedrigem V_f der Fall (Ka28; Ka62; Ka52 und Ka66).

Ein Vergleich der maximalen Spannungswerte von ausgelagerten und nicht ausgelagerten Proben bestätigt den bereits geschilderten Zusammenhang von Bruchenergie-Dissipation

durch plastische Deformation des Kupfers. Während die Maximalspannung von Ka33 im unausgelagerten Zustand mit $V_f=22,8\%$ bei 759,8 MPa lag, erreicht die Maximalspannung aller ausgelagerten Proben nicht mehr als 450,5 MPa (Ka38 $V_f=23,4\%$). Das heißt, keine der ausgelagerten Proben erreichte einen Spannungswert, der ein sofortiges Probenversagen ohne Restverformung durch Kupfer gezeigt hätte. Die Proben mit niedrigem V_f und nicht detektierbarem Faserbündelversagen lassen den Schluss zu, dass die Faserschädigung in diesen Fällen immens hoch ist. Die Zugspannungswerte dieser Proben bewegen sich zwischen 250-305 MPa (Vergleich Tab. 5-13) und damit nur unwesentlich über denen von reinem Kupfer. Die Verstärkungswirkung der SiC-Fasern ist hier in Folge der Auslagerung nahezu vollständig aufgehoben.

Das unterschiedliche Versagen von CuMMC-Proben mit und ohne Auslagerung ist ebenso anhand der Schallemissionsergebnisse ersichtlich. Während die maximalen Werte für Schallenergie und -impuls im nicht ausgelagerten Fall (Abb. 5-13) mit der Einzelfaserbruchdehnung ungeschädigter Fasern zusammen fallen (Tab. 5-5), zeichnen sich in der ausgelagerten Probe zwei getrennte Maxima ab (Abb. 5-22). Das Größere bei einer Dehnung von ca. 0,65% steht für den Faserbündelbruch. Das Kleinere bei ca. 0,8% zeigt das Versagen weiterer einzelner Fasern an. Diesen Schluss lassen sowohl die Schallenergiewerte (Vergleich Kapitel 5.5.2) als auch die Schallimpulswerte (Vergleich Laksimi [126] und Kapitel 4.4.1) zu. Dieses Verhalten ist vor allem für Proben mit höherem V_f (wie Ka13 $V_f=32,6\%$) repräsentativ.

6.1.3 Herstellungsinduzierte Eigenspannungen im CuMMC

Die beiden dominierenden Phasen im CuMMC besitzen deutliche Unterschiede in ihren thermischen Ausdehnungskoeffizienten (SiC-Faser $\alpha_{SiC}=4\cdot 10^{-6} \text{ m K}^{-1}$; Cu-Matrix $\alpha_{Cu}=16,5\cdot 10^{-6} \text{ m K}^{-1}$). Im letzten Schritt des Herstellungsprozesses (Kapitel 3.4) wird das CuMMC bei einer Temperatur von 650°C heißisostatisch gepresst und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt. Bei diesen 650°C liegt das CuMMC spannungsfrei vor, die tatsächliche spannungsfreie Temperatur ist für die Kombination von Kupfer und SiC-Fasern jedoch weitaus niedriger (300-400°C [89]). Während der Abkühlung kommt es durch die unterschiedlichen Längenänderungen von Faser und Matrix zur Ausbildung von Spannungen, die in der vollständig abgekühlten CuMMC Probe vorliegen und als thermisch induzierte Eigenspannungen bezeichnet werden. Im CuMMC liegen innerhalb der Faser Druckspannungen vor, die sich positiv gegen mögliche Risseinleitung auswirken. In der Matrix treten hingegen Zugspannungen auf, da die Fasern das weitere Zusammenziehen der Kupfermatrix behindern.

Der Einfluss dieser Eigenspannungen ist in den Resultaten der Zugversuche sowie den zyklischen Belastungsversuchen erkennbar. Kapitel 5.5.3 zeigt unter anderem die Ergebnisse zweier Proben mit vergleichbarem Faservolumenanteil (Ka61 $V_f=14,4\%$ bei RT; Ka58 $V_f=14,9\%$ bei 300°C) unter Raumtemperatur und 300°C. Für identische Dehnungsschwingbreiten (0-0,25%) erreicht Ka58 eine höhere Maximalspannung als Ka61, obwohl die Festigkeit der Kupfermatrix bei Ka58 in Folge der höheren Temperatur niedriger ist. Unter der Annahme, dass sich die Fasereigenschaften nicht mit der Temperatur ändern, müsste demzufolge die Maximalspannung im Komposit bei gleicher Dehnung niedriger sein. Die experimentellen Ergebnisse zeigen das Gegenteil.

Um eine bessere Statistik dieser Beobachtung zu erhalten, wurden in Tab. 6-2 Spannungswerte für Proben mit vergleichbarem V_f zusammengefasst. Diese Daten

entstammen sowohl zyklischen Versuchen als auch reinen Zugversuchen und geben jeweils den Spannungswert bei 0,25% Dehnung an.

Tab. 6-2: Spannungswerte für 0,25% Dehnung aus zyklischen Versuchen und Zugversuchen

Spannung bei 0,25% Dehnung [MPa]						
Probe	V_f [%]	Temperatur [°C]	zyklischer Versuch		Zugversuch	
			1.Zyklus	Dehnungsschwingbreite	Zugversuch	nach zyklischer Belastung
Ka58	14.9	300	242.5	0-0.25%	---	---
Ka60	14.7	300	---	---	245.1	---
Ka55	13.9	300	---	---	231.8	---
Ka61	14.4	20	192.0	0-0.25%	---	---
Ka53	14.6	20	---	---	196.0	---
Ka54	14.4	20	---	---	198.0	---
Ka55	14.6	20	---	---	221.9	---
Ka56	14.6	20	216.5	0-0.45%	---	275.6
Ka57	14.6	20	208.6	0-0.55%	---	274.5
Ka63	15.1	20	218.0	0-0.35%	---	270.5
Ka64	15.7	20	213.7	0-0.65%	---	300.0

Die Proben Ka56, Ka57, Ka63 und Ka64 wurden jeweils für 100 Zyklen mit der angegebenen Dehnungsschwingbreite belastet und anschließend bis zum Versagen gezogen. Im Rahmen einer Ergebnisstreuung von jeweils 5-7% für beide Messreihen (RT und 300°C) ist der Spannungsunterschied zwischen Raumtemperatur und 300°C Versuchen ebenfalls deutlich ausgeprägt und daher eine über mehrere Versuche konsistente Beobachtung.

Die Spalte „nach zyklischer Belastung“ in Tab. 6-2 gibt den Spannungswert für 0,25% Dehnung beim anschließenden Zugversuch wieder. Diese Werte sind aufgrund der erfolgten Verfestigung während der ersten 100 Zyklen sehr viel höher als bei der Erstbelastung (1. Zyklus) und entsprechen eher dem erwarteten Spannungswert beim Vergleich von Raumtemperatur und 300°C Versuchen mit gleichem V_f .

Eine mögliche Erklärung für dieses Materialverhalten liefern die intrinsischen Eigenspannungen im CuMMC. Wie bereits beschrieben, liegen die Proben vor dem Versuch nicht in einem spannungsfreien Zustand vor. Die Zugspannungen in der Kupfermatrix begünstigen vielmehr das Auftreten von plastischer Deformation bei geringen Dehnungen. Hauptkriterium für plastische Deformation ist das Erreichen der Fließspannungsgrenze, bei der es sich um einen temperaturabhängigen Materialparameter handelt, welcher für die Materialsimulation von Bedeutung ist (Vergleich Kapitel 5.8). Durch die Zugeigenspannung in der Kupfermatrix wird die Fließspannungsgrenze bei Raumtemperatur früher erreicht als bei 300°C. Einen Hinweis auf dieses Verhalten liefert der Vergleich der plastischen Dehnungsschwingbreite im 1. Zyklus. Beim Raumtemperaturversuch (Ka61; Abb. 5-15a; $e_{\text{plast}}=0,112\%$) ist der Wert sehr viel größer als beim 300°C Versuch (Ka58; Abb. 5-15f; $e_{\text{plast}}=0,062\%$). Im Kupfer wird mit fortschreitender plastischer Dehnung für gleiche Dehnungsinkremente ein jeweils geringeres Spannungsinkrement benötigt. Setzt die plastische Dehnung im Raumtemperaturversuch früher ein, muss der Maximalspannungswert bei gleicher Dehnung gegenüber dem 300°C Versuch niedriger liegen. Der Anteil an plastischer Verformung wäre in diesem Fall bei Raumtemperatur höher.

Im direkten Vergleich der ersten Versuchszyklen von Probe Ka61 und Ka58 (Abb. 6-2) fällt der unterschiedlich stark ausgeprägte lineare Spannungs-Dehnungs-Verlauf auf. Beide Verläufe zeigen identische Steigung (E-Modul), was auf den fast identischen Faservolumenanteil zurückzuführen ist. In homogenen Materialien wäre der Übergang in eine gekrümmte Kurve auf das Erreichen der Fließgrenze zurückzuführen. Legt man für das CuMMC die gleiche Annahme zu Grunde, so wird deutlich, dass die scheinbare Fließgrenze im Raumtemperaturfall sehr viel niedriger liegt und dies vermutlich auf Eigenspannungen zurückzuführen ist. Die Simulationsergebnisse aus Kapitel 5.8.2 unter Berücksichtigung einer Abkühltemperatur stützen diese Behauptung. Die Tendenz in Abb. 5-33 ist identisch zu der in Abb. 6-2.

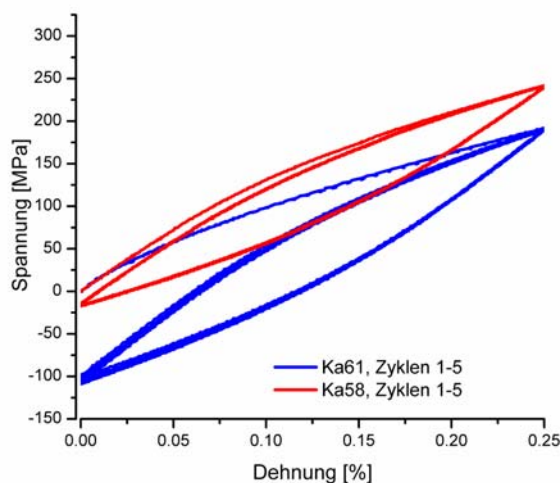


Abb. 6-2: Vergleich Spannungs-Dehnungs-Verläufe Ka61 und Ka58

Bei 300°C ist ein Großteil der Eigenspannungen durch den Ausdehnungskoeffizientenunterschied zwischen Faser und Matrix wieder beseitigt. Wie die Ergebnisse von Paffenholz [44] und Luo [147] zeigen, liegt die spannungsfreie Temperatur bei weichem Kupfer weit unterhalb von 650°C. Die Annahme reines Kupfer ist erst ab Temperaturen unterhalb von 400°C wieder in der Lage Spannungen aufzunehmen, scheint weitaus realistischer. In diesem Zusammenhang wären Eigenspannungen bei einer Versuchstemperatur von 300°C fast vollständig egalisiert. Zusätzlich spielen auch Kriecheffekte bei dieser Temperatur eine Rolle, welche zu einem zusätzlichen Spannungsabbau im weichem Kupfer führen. Die Ergebnissen von Ka58 (Abb. 5-15e und f) zeigen ab Zyklus 2 keine Spannungsänderungen mehr. Die Spannungs-Dehnungs-Hysterese scheint sofort gesättigt zu sein. Da keine Verfestigungswirkung im Verlauf deutlich wird, könnte die geringfügige Änderung der plastischen Dehnungsschwingbreite zwischen Zyklus 1 und 2 auf den Abbau der restlichen Eigenspannungen im CuMMC zurückgeführt werden (Abb. 5-15f).

Versuch Ka61 zeigt hingegen erkennbare Änderungen der Spannungen und der plastischen Dehnungsschwingbreite, die durch eine Kombination aus Eigenspannungsabbau und Verfestigungsmechanismen in der Kupfermatrix verursacht werden.

Während die Eigenspannungen bei 300°C im ersten Zyklus nahezu komplett abgebaut werden, benötigt die Raumtemperatur Probe zur Sättigung des Spannungs-Dehnungs-Verlaufs ca. 100 Zyklen. Da die zum Ziel gesetzte Einsatztemperatur des CuMMCs ebenfalls im Bereich von 300°C liegt, sind die Eigenspannungen für diesen Temperaturbereich zu vernachlässigen. Dies ist durchaus positiv, da Zug-Eigenspannungen in der Matrix Risseinleitung in das CuMMC begünstigen würden.

6.1.4 Vergleich CuMMC Sigma/SCS6-Faser

Im Folgenden sollen die Zugfestigkeitsergebnisse des hergestellten CuMMCs mit den Ergebnissen von Paffenholz [44] verglichen werden. Beide CuMMC Systeme besitzen eine unidirektionale Faserverstärkung aus SiC-basierten Monofilamenten. Die Herstellungsschritte sind für beide CuMMCs zu den in Kapitel 3.4 beschriebenen identisch.

Paffenholz verwendete für das CuMMC SCS6-Fasern (*Specialty Materials Inc.*; CuMMC_{SCS6}), die in [104] ausführlich beschrieben werden. Diese besitzen gegenüber der Sigma-Faser (CuMMC_{Sigma}) einen größeren Faserdurchmesser (142 μm), eine Kohlenstoffseele sowie eine um ca. 20% höhere Einzelfaserzugfestigkeit (4250 MPa [44]; vgl. Tab. 5-5).

Für den Vergleich der Zugfestigkeitswerte der CuMMC Proben wurden die Rohdaten von Paffenholz mit den in Kapitel 4.4 beschriebenen Annahmen ausgewertet. Probenform und Versuchsdurchführung sind ebenfalls für beide Versuchsreihen identisch.

In Abb. 6-3 ist der Vergleich der Zugfestigkeitswerte für Raumtemperatur und 300°C zwischen beiden Fasertypen dargestellt. Zusätzlich stellen die gestrichelten (für SCS6) und durchgezogenen Linien (für Sigma) den angepassten linearen Verlauf der Ergebnisse dar.

Die Resultate in Abb. 6-3 zeigen für Raumtemperatur vergleichbare Festigkeitswerte in Abhängigkeit des Faservolumenanteils, obwohl die Einzelfaserfestigkeit der Sigma-Faser gegenüber der SCS6-Faser um 20% geringer ausfällt. Aufgrund des geringeren Faserquerschnitts ist die Faseranzahl in CuMMC_{Sigma} bei identischem V_f um 83% höher als in CuMMC_{SCS6}. Wie in Kapitel 2.2 festgestellt, ist die Anbindung von Faser zur Matrix entscheidend für die Verstärkungswirkung im MMC. Durch die höhere Anzahl dünnerer Fasern ist die Zwischenschichtoberfläche bei gleichem V_f im CuMMC mit Sigma-Fasern um 35% höher als bei SCS6 verstärktem CuMMC. Die Vergrößerung der Fasermantelfläche führt zur homogeneren und stärkeren Anbindung der Fasern an die Cu-Matrix. So können die schwächeren Sigma-Fasern gegenüber den SCS6-Fasern vergleichbare Verstärkungswirkungen erzielen. Die Kraftübertragung von Matrix auf Faser basiert auf Scherspannungen an ihrer Grenzfläche. Größere Grenzfläche bedeutet demnach also bessere Spannungsübertragung und größere Kompositfestigkeit.

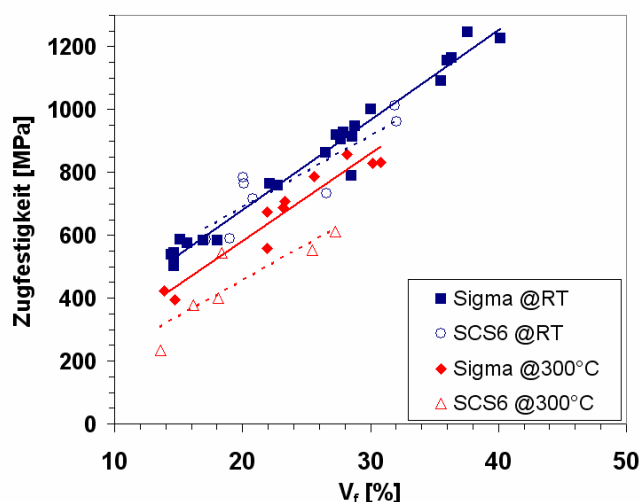


Abb. 6-3: Zugfestigkeitsvergleich CuMMC mit Sigma- und SCS6-Fasern für Raumtemperatur und 300°C

Bei den Ergebnissen der 300°C Versuche ist die Diskrepanz zwischen CuMMC_{Sigma} und CuMMC_{SCS6} sehr viel größer. Paffenholz bemerkte in ihren Untersuchungen, dass Poren und ähnliche Fehlstellen die Qualität des CuMMC_{SCS6} verringern [44], was sich in reduzierter Festigkeit niederschlägt. Mit der höheren Temperatur reduziert sich jedoch die Festigkeit der Kupfermatrix entsprechend stark, die durch die Matrix übertragbare Spannung auf die Faser nimmt ab. Die größere Grenzfläche von dünneren Fasern bei identischem V_f kann dem entgegenwirken.

In Folge der größeren Zwischenschichtfläche bei CuMMC_{Sigma} ist mehr Titan enthalten als in einer vergleichbaren CuMMC_{SCS6}-Probe. Wie die Wärmeleitfähigkeitsergebnisse (Kapitel 5.7.1) zeigten, führt dies jedoch nicht zu einer signifikanten Reduktion der Wärmeleitfähigkeit nach Auslagerung (400 h @550°C).

Mit dünneren Verstärkungsfasern kann die Verunreinigung durch eine Titan-Zwischenschicht jedoch zum Problem für die Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs werden, da sich Faserdurchmesser und Grenzfläche indirekt proportional zueinander verhalten. Eine zu dicke Zwischenschicht, bei der nicht in TiC gebundenes Titan in die Kupfermatrix diffundiert, kann bei dünnen Fasern und entsprechend großer Grenzflächenoberfläche mit größerem V_f zu einer Reduktion der Wärmeleitfähigkeit durch Titan-Verunreinigung im Kupfer führen.

6.2 Mechanische Schädigung des CuMMCs

Die Diskussion und Bewertung aller gewonnenen Ergebnisse zur Festigkeit des Komposits muss in engem Zusammenhang mit der Herstellung des charakterisierten CuMMCs erfolgen. Dabei sind die thermischen und mechanischen Belastungen, welche bei der Probenherstellung auftreten, zu berücksichtigen.

In diesem Kontext wurden vor allem in Folge der Auslagerung von CuMMC Proben viele Erkenntnisse gewonnen. Durch Analyse von Schlibbildern und Aufnahmen an Bruchflächen konnten eine Reihe von Schädigungen im CuMMC identifiziert werden, welche vor allem die mechanischen Eigenschaften stark negativ beeinflussen.

Die hier beschriebenen Erkenntnisse beschränken sich auf CuMMC mit Sigma-Faserverstärkung.

6.2.1 Schädigung durch Herstellung und mechanische Bearbeitung

Die gesamte Prozesskette der Herstellung bis hin zur fertigen Zugprobe kann die Qualität und Leistungsfähigkeit des CuMMCs stark negativ beeinflussen. Im Folgenden werden mögliche Einflussfaktoren diskutiert und hinsichtlich ihrer Auswirkungen für das CuMMC bewertet.

1. Zuschneiden der Fasern

Keramische Verstärkungsfasern zeigen sprödes Bruchverhalten. Beim Zuschnitt können sich Risse von mehr als 1 cm Länge entlang der Faserachse ausbilden. Die Kohlenstoffschicht der Sigma-Faser neigt in unmittelbarer Nähe zur Schnittkante zum Abplatzen.

Vorgehen

Der Faserzuschnitt erfolgte auf eine Länge von ca. 8 cm mit anschließender Zwischenschicht und galvanischer Kupferabscheidung. Für die CuMMC-Herstellung wurden die Fasern beidseitig auf ca. 4,5 cm Länge zugeschnitten. Die dicke galvanische

Kupferschicht wirkt somit dämpfend auf das Bruchverhalten. Einzelfaserzugversuchsergebnisse der galvanisch beschichteten Fasern zeigten nach Auslagerung keinen vergleichbaren Festigkeitsabfall wie das Komposit (vgl. Tab. 5-5 und Tab. 5-13). Die in Kapitel 5.7.4 beobachtete Schädigung geht somit nicht auf den Zustand der Einzelfaser zurück.

Einflussbewertung: *gering*

2. HIPen des Komposits

In der Arbeit von Paffenholz [44] wurde ein vergleichbares CuMMC mit SiC-Faserverstärkung hergestellt und charakterisiert. Die Herstellungsschritte waren dabei identisch zu den in Kapitel 3.4 beschriebenen. Schöbel [145] untersuchte diese Proben zerstörungsfrei in Tomografie-Experimenten am Synchrotron und stellte Faserbrüche in unbelasteten Proben fest. Diese senkrecht zur Faserachse verlaufenden Risse wurden durch thermisches Zyklieren mit Kupfer infiltriert, ähnlich der Beobachtung für Sigma-Fasern nach Auslagerung (Abb. 5-25c). Schöbel nannte das HIPen als möglichen Schädigungsgrund.

Vorgehen

Um diese Annahme zu überprüfen, wurde eine geHIPte CuMMC Kapsel, die keine mechanische Bearbeitung erfahren hat, in der Ätzlösung aus Kapitel 3.4 vollständig aufgelöst. Die ausgelösten Fasern waren intakt und nicht gebrochen. Ihre Zugfestigkeit ist mit Titan beschichteten Fasern nach der 1. Wärmebehandlung vergleichbar (Tab. 5-5). Vollständige Faserbrüche konnten nicht festgestellt werden, die Beobachtungen von Schöbel konnten nicht bestätigt werden.

Darüber hinaus wiesen die ausgelösten Fasern vielfach über mehrere cm Länge keine Kohlenstoffbeschichtung mehr auf. Zum Vergleich zeigten galvanisch beschichtete Einzelfasern nach der 1. Wärmebehandlung und anschließendem Auslösen eine vollständige Kohlenstoffoberfläche. Demnach ist der HIP-Prozess für die Schädigung der Diffusionsbarriere in der Sigma-Faser verantwortlich und liefert eine Erklärung für die Festigkeitsreduktion nach Auslagerung (näher in Kapitel 6.2.2). Dies bestätigen ebenso die Ergebnisse der Einzelfaserzugversuche aus Kapitel 5.3.2. Nicht geHIPte Fasern die galvanisch beschichtet unter gleichen Bedingungen ausgelagert wurden, zeigten keinen Festigkeitsabfall im Zugversuch (Abb. 5-4b). Die intakte C-Schicht auf den Fasern verhindert die Diffusion. Wie sowohl die Bruchflächen der CuMMC-Zugversuchsproben (Abb. 5-10 und Abb. 5-11) als auch die Push-Out-Ergebnisse der Sigma-Fasern (Kapitel 5.4.2) zeigen, ist die Kohlenstoffbeschichtung schwächer an den SiC-Mantel der Faser gebunden als an die Kupfermatrix. In Folge des HIPens und der damit einhergehenden Eigenspannungen durch unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten bilden sich im Grenzflächenbereich zusätzlich radiale Zugspannungen aus. Werden diese zu groß, versagt nicht die Faser-Matrix-Grenzfläche, sondern die Grenzfläche zwischen Kohlenstoffschicht und SiC innerhalb der Faser. Das Resultat ist in Form der Kohlenstoffablösungen an den ausgelösten Fasern der CuMMC-Probe erkennbar. Die Diffusionsbarriere ist geschädigt (Abb. 6-4).

Eine Schädigung der C-Schicht durch die Ätzlösung ist auszuschließen. Versuche mit Rohfasern in Ätzlösung zeigten keine Beeinträchtigung der Faseroberfläche.

Einflussbewertung: *hoch für Schädigung durch Diffusion*

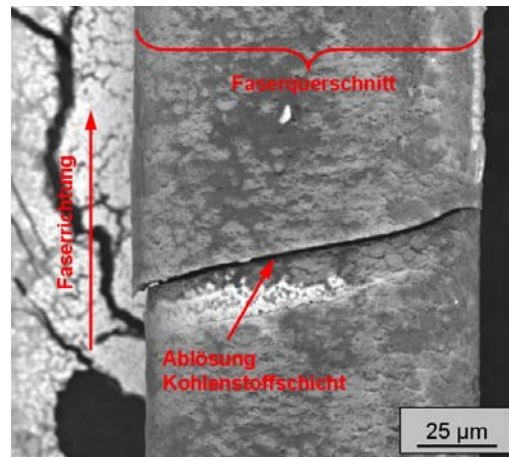


Abb. 6-4: C-Schichtablösung an aufgelöster CuMMC-Probe nach HIPen; REM-Aufnahme

3. mechanische Beanspruchung

Alle Zugversuchproben erfahren eine starke mechanische Beanspruchung durch das Drehen der Zugprobenkontur aus den CuMMC Kapseln. Der Drehmeißel bewirkt Biege- und Torsionsspannungen im Probeninneren, die möglicherweise zum Faserbruch führen können. Somit kann die Endbearbeitung aller CuMMC Proben Schädigungen auslösen. Gleiches trifft ebenfalls auf die von Schöbel untersuchten Proben zu.

Vorgehen

Um die beiden in Kapitel 5.7.4 beschriebenen Schädigungsmechanismen voneinander zu trennen, wurden zwei verschiedene Reihenfolgen der Auslagerung und Bearbeitung durchgeführt. In Variante 1 konnten die durch mechanische Beanspruchung eingebrachten Faserbrüche durch die Auslagerung mit Kupfer infiltriert werden (Abb. 5-25c). Dies ist auf den Faserbruchflächen nach dem Zugversuch nachweisbar (Abb. 5-25e). Die in Kapitel 5.7.2 verglichenen Ergebnisse beider Varianten zeigen keinen Unterschied der mechanischen Festigkeit im Hinblick auf die Reihenfolge von Endbearbeitung und Auslagerung. Beide Versuchsreihen zeigen starke Festigkeitsverluste nach Auslagerung und weisen damit darauf hin, dass die Diffusionsschädigung in Folge der zerstörten C-Diffusionsbarriere nach dem HIPen dominiert. Mögliche Faserbrüche durch Torsionsspannungen bei der Endbearbeitung werden durch benachbarte, intakte Fasern innerhalb des CuMMCs überbrückt. Die erreichten Zugfestigkeiten der geHIpten CuMMC Zugproben ohne Auslagerung beweisen, dass eventuell vorhandene, durch die erfolgte mechanische Bearbeitung verursachte, Faserbrüche für die Zugfestigkeit des unbelasteten CuMMCs von geringer Bedeutung sind.

Darüber hinaus konnte der Einfluss der mechanischen Beanspruchung auf die Festigkeit nach längerer thermischer Belastung nicht genauer untersucht werden. Hierfür war die Schädigung durch Diffusion zu dominant.

Einflussbewertung: gering, da Diffusionsschädigung zu dominant

6.2.2 Schädigung durch Diffusion

Kapitel 5.7 beschäftigt sich mit den Folgen der *Auslagerung* des CuMMC bei 550°C und 400 h Haltezeit. Die im Abschnitt 5.7.4 dokumentierten Beobachtungen sollen nun eingehender diskutiert werden.

Während die Wärmeleitfähigkeit für vergleichbare Faservolumenanteile nahezu identisch mit den nicht ausgelagerten Proben ist, wurde hinsichtlich der Festigkeit des CuMMCs eine enorme Schädigung festgestellt. Aus den REM-Aufnahmen konnten zwei Schädigungsmechanismen benannt werden:

Schadensmechanismus 1: Schädigung der C-Faserschicht, Diffusion von Cu bis in Bereich II des SiC Fasermantels (vgl. Abb. 3-3).

Schadensmechanismus 2: Faserbrüche innerhalb des SiC-Mantels, infiltriert mit Kupfer.

Beiden Mechanismen gehen Vorschädigungen durch mechanische und thermische Einflüsse der CuMMC-Herstellung und der Probenfertigung voraus (Kapitel 6.2.1; HIPen).

In einer intakten Sigma-Faser wirkt die Kohlenstoffoberfläche als Diffusionsbarriere für Titan und Kupfer (Kapitel 3.2). Die Abb. 5-24b und Abb. 5-25d zeigen, dass diese Barriere in beiden Schadensfällen geschädigt ist. Durch REM-Aufnahmen und EDX-Analysen konnte Kupfer im SiC-Mantel der Sigma-Faser nachgewiesen werden (Kapitel 5.7.4).

Mittels FIB-Schnitt in eine geschädigte Faser konnte bewiesen werden, dass sich die Schädigung entlang der Faserachse fortsetzt (Abb. 5-26). Anhand charakteristischer Ringstrukturen innerhalb des SiC-Mantels (Abb. 5-24b und c) muss von einer Diffusionsbarriere innerhalb der Faser ausgegangen werden. Kupfer infiltrierte Haarrisse, die bis zur Wolfram Faserseele reichen (Abb. 5-24b; Abb. 5-25c), bieten ebenfalls keinen Ausgangspunkt für Diffusion in den SiC-Bereich I der Faser (vgl. Abb. 3-3).

In der Morphologiebeschreibung der Sigma-Faser von Cheng [81] wird auf freies Silizium hingewiesen, welches nur in den Bereichen mit beobachteter Cu-Diffusion zu finden ist (vgl. Kapitel 3.2). Nach dem Si-Cu-Phasendiagramm existiert bei der Auslagerungstemperatur von 550°C mehrere stabile Kupfersilizidphasen, die sich durch Cu-Diffusion und Reaktion mit stöchiometrisch ungebundenen Si bilden können (Abb. 6-5). Da innerhalb der Probe verschiedene Konzentrationsverhältnisse der beteiligten Elemente vorliegen und auch nicht von einem thermodynamischen Gleichgewicht auszugehen ist, würde die genaue Phasenuntersuchung beispielsweise eine XRD-Analyse benötigen. Typischerweise sind intermetallische Silizide sehr spröde und reduzieren somit die Festigkeit entsprechend stark.

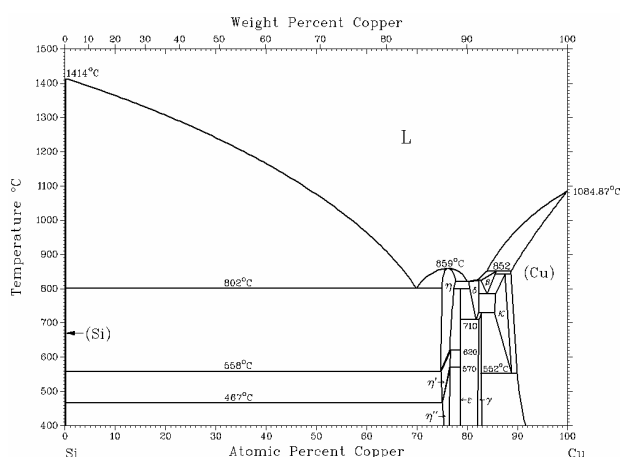


Abb. 6-5: Si-Cu Phasendiagramm [136]

In der Literatur wird zusätzlich über die Bildung von Cu_3Si bei der Herstellung von 3D-SiC verstärktem Kupfer durch squeeze casting berichtet [148]. Xing et al. wiesen die Reaktion zu Kupfersilizid ebenfalls freiem Si zu, welches innerhalb des infiltrierte 3D-SiC Netzwerkes

vorhanden war. Die Reaktionstemperaturen während des squeeze casting sind mit 1150°C jedoch wesentlich höher als die Auslagerungstemperatur des CuMMCs und daher irrelevant. Silizium ist im Vergleich zu Titan im Hinblick auf Diffusion weniger mobil und diffundiert langsamer in die Cu-Matrix [138]. RBS Messungen von Köck auf kupferbeschichteten SiC-Substraten mit gradiertem Übergang zeigten Siliziumdiffusion erst bei 850°C (1 h Haltezeit) [56]. (Der PVD abgeschiedene, gradierte Übergang enthielt mit hoher Wahrscheinlichkeit ebenfalls freies Si.) Bei längerer Haltezeit und niedrigerer Temperatur wird ebenfalls Si-Diffusion in die Cu-Matrix erreicht, wie Abb. 6-6 zeigt.

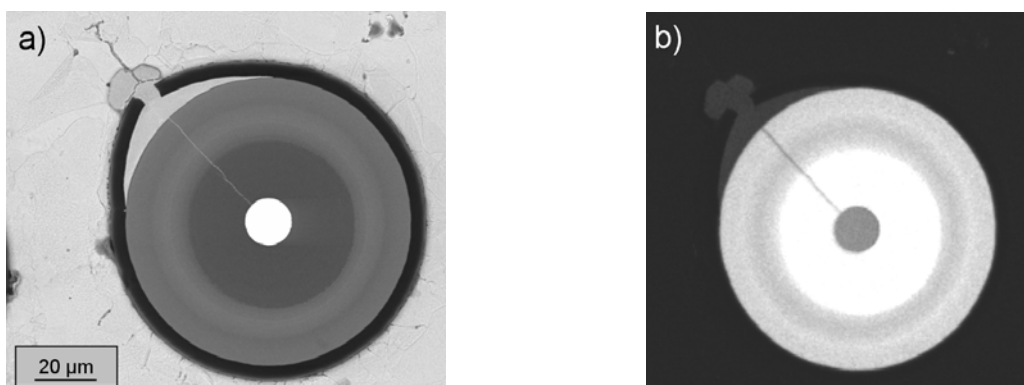


Abb. 6-6: a) Faser mit Schädigungsmechanismus 1;
b) Silizium-Signal des EDX-Maps zu Bild a)

Der *Schadensmechanismus I* lässt sich demnach auf stöchiometrisch ungebundenes Si im SiC-Mantel der Sigma-Faser zurückführen. Ist die Kohlenstoffdiffusionsbarriere an der Faseroberfläche geschädigt (durch HIPen), können Kupfer und ungebundenes Silizium miteinander reagieren. Das gebildete intermetallische Kupfersilizid kann durch REM-Aufnahmen in Form von Kontrastunterschieden (BSE-Mode) optisch sichtbar gemacht werden (Abb. 5-24; Abb. 5-25 und Abb. 5-26).

Mehrere Quellen berichten über die Bildung von Kupfersilizid bei Benetzungsversuchen von schmelzflüssigem Kupfer auf polykristallinen SiC. Die Versuchstemperaturen lagen dabei aber jenseits von 1100°C [149-151] und damit weit höher als die Auslagerungstemperatur.

Ein Vergleich der Standardbildungsenthalpien bei Raumtemperatur von SiC ($-73,22\text{ kJ/mol}$; [152]) und Cu_3Si ($-24,4\text{ kJ/mol}$; [153]) zeigt, dass SiC zumindest bei RT sehr viel stabiler als das Silizid ist und sich daher die Löslichkeit des Karbides durch Kupfer als eher unwahrscheinlich darstellt.

Die Schädigung durch Diffusion und Silizidbildung ist eine direkte Folge der Auslagerung bei hoher Temperatur. Alle Proben durchliefen den Konsolidierungsprozess (HIPen, Kapitel 3.4) bei 650°C . Da die Temperatur im Diffusionsprozess exponentiell eingeht (Gleichung (4-15)), ist die Diffusionsgeschwindigkeit während des HIPens zwar höher als bei der Auslagerungstemperatur, jedoch genügt die Haltezeit nicht, um im Vergleich zur Auslagerung eine ähnlich starke Schädigung zu verursachen (Kapitel 4.6, Abb. 4-14). Diffusion spielt bei der Konsolidierung demnach noch keine Rolle. Die Unterschiede in der Zugfestigkeit des CuMMCs zwischen geHIPTen und zusätzlich ausgelagerten Proben belegen dies (Abb. 5-20a).

Der *Schadensmechanismus II* ist eine Kombination aus der Schädigung durch HIPen, der hohen Wärmeausdehnung und der Mobilität des Kupfers bei hohen Temperaturen sowie möglicherweise zusätzlich der mechanischen Bearbeitung. Die Bewegung von Kupfer in die Faser, wie Abb. 6-6a zeigt, wird erst durch Schäden an der Kohlenstoffoberfläche möglich.

Diese werden wiederum durch HIPen verursacht (Kapitel 6.2.1). Die entstehenden Risse werden beim thermischen Zyklieren mit Kupfer infiltriert. Dies konnte Schöbel [145] mittels Tomografie in situ nachweisen. Ein Einfluss der mechanischen Bearbeitung ist prinzipiell anzunehmen, aber nicht endgültig zu klären, da hierfür eine ausführliche statistische Auswertung der Bruchflächen inklusive Schlibbildern analog zu Kapitel 5.7 nötig wäre.

6.3 Abbildung experimenteller Ergebnisse mit DIGIMAT MF und ABAQUS

Kapitel 5.8 befasst sich mit dem Vergleich von zyklischen, experimentellen Versuchsergebnissen und den Resultaten der Simulation mit Digimat MF sowie ABAQUS. Es wurde der Versuch unternommen, das Materialverhalten des CuMMCs unter Verwendung des gekoppelten isotrop-kinematischen Stoffgesetzes (Kapitel 2.6) zu beschreiben. Bei Digimat MF handelt es sich um eine semi-analytische Materialsimulationssoftware auf Basis der Mori-Tanaka-Homogenisierung, die das Materialverhalten analytisch berechnet und daher erhebliche Rechenzeiteinsparung gestattet. Digimat MF wurde verwendet, um mit Hilfe der experimentellen Daten (Kapitel 4.4.2) Stoffparameter für das isotrop-kinematische Stoffgesetz zu identifizieren. Die sehr kurze Berechnungszeit von Digimat MF gestattete die effektive Anpassung der 5 Stoffparameter (Tab. 5-15) durch iteratives Vorgehen an die experimentellen Versuchskurven. Die gefundenen Stoffparametersätze sind in der Lage die experimentell erzielten Spannungswerte über 70 simulierte Zyklen sehr gut abzubilden (Kapitel 5.8.1). Lediglich die plastische Verformung der Spannungs-Dehnungs-Verläufe wird durch alle Parametersätze sichtbar unterschätzt.

Die größte Unsicherheit stellen in diesen Ergebnissen die Eigenspannungen dar. Digimat MF erlaubt zum aktuellen Zeitpunkt keine thermo-mechanische Berechnung, wodurch die herstellungsbedingten, thermisch induzierten Eigenspannungen, nicht zu berücksichtigen sind (Kapitel 6.1.3). Ihr Einfluss auf das experimentelle Ergebnis ist jedoch deutlich nachweisbar (Vergleich Ka61 und Ka58, Abb. 5-15) und durch die ABAQUS-Simulation bestätigt worden (Kapitel 5.8.2). Speziell bei Raumtemperatur ist der Einfluss groß, nimmt jedoch bei 300°C mit Annäherung an die spannungsfreie Temperatur des CuMMCs deutlich ab. Dennoch konnte prinzipiell gezeigt werden, dass das CuMMC-Materialverhalten durch das gekoppelte isotrop-kinematische Stoffgesetz vernünftig abgebildet werden kann. Zur Validierung der gefundenen Materialparameter wurden diese anschließend in einem 3D-FEM-Modell der Probe Ka61 in ABAQUS verwendet (Kapitel 5.8.2). Die ABAQUS-Ergebnisse zeigten dabei vor allem hinsichtlich der Spannungswerte sichtbare Abweichungen vom Digimat MF Resultat. Die Begründung für die Spannungsunterschätzung ist in den Spannungsverteilungen auf Faser und Matrix zu suchen (Abb. 5-32). Im Erstbelastungszyklus der Probe wird die Kupfermatrix stark plastisch deformiert. Dies hat bei der Rückverformung auf 0 %-Dehnung zur Folge, dass in den elastisch verformten Fasern eine Zugspannung verbleibt. Das plastisch deformierte Kupfer wirkt der Rückverformung entgegen, wodurch die Druckspannungen in der Matrix steigen (Abb. 5-29, Abb. 5-30, Abb. 5-32). Dieser Sachverhalt wird von allen Digimat MF Ergebnissen bei Raumtemperatur wiedergegeben. Die Mittlung der Faserspannungen im 3D-ABAQUS-Modell zeigt dieses Verhalten hingegen nicht. Die Fasern werden vollständig elastisch bis auf Nullspannung rückverformt (Abb. 5-32). Die Matrixspannung ist ebenfalls gering, was somit die starken Abweichungen zum Digimat MF bzw. zum Versuchsergebnis erklärt.

Die speziell für Komposite geeignete Materialsimulationssoftware Digimat MF ist in der Lage die nötige Berechnungszeit gegenüber einer 3D-FEM-Simulation deutlich zu verringern. Dies gestattete erstmalig die Identifizierung von Stoffparametern zur Beschreibung des

CuMMCs mit dem gekoppelten isotrop-kinematischen Modell. Es ist möglich die Spannungsentwicklung im zyklisch belasteten CuMMC ohne Berücksichtigung des Eigenspannungsaufbaus mit den gefundenen Parametersätzen zu beschreiben. Die in Digimat MF erstellte Materialbeschreibung kann anschließend in komplexeren 3D-FEM-Modellen verwendet werden.

6.4 Faservergleich bezüglich Fusionsanwendung des CuMMC

Für die Anwendung von faserverstärktem Kupfer in der Fusion müssen die Umgebungsbedingungen und ihre Einflüsse, insbesondere mögliche Schädigungen beim Betrieb des Fusionsreaktors, diskutiert werden (Vergleich Kapitel 2.5). Die Diskussion bezieht sich dabei auf die beiden untersuchten Fasertypen der Polymer-abgeleiteten SiC-Faser und der Sigma SM 1140+ Faser. Bezüglich der Fasereignung zur Erstellung eines CuMMCs wurden Untersuchungen hinsichtlich folgender Kriterien angestellt:

Faser-Matrix-Anbindung:

Anhand von Push-Out-Versuchen konnte die prinzipielle Eignung der vorgestellten Zwischenschichtsysteme für beide untersuchten Fasern bewiesen werden. Für die Polymer-abgeleitete-Faser wurde das *Ti-Ta-C-System* (Abb. 3-5) von Köck [42, 56, 57] untersucht, sowie eine Titan-Beschichtung analog zu Paffenholz [44] für die Sigma SM 1140+ Faser. Aufgrund des Entwicklungsstands der Polymer-abgeleiteten-Faser und ihrer geringen Härte (Tab. 5-2 Vergleich Kapitel 5.2) war keine Bestimmung der Grenzflächenhaftscherfestigkeit möglich. Dennoch zeigten sowohl die Push-Out-Versuche qualitativ als auch die Bruchflächen der galvanisch beschichteten Einzelfaserzugversuche (Abb. 5-3b) die sehr gute Anbindung von Faser und Matrix durch die verwendete *Ti-Ta-C-Zwischenschicht*.

Für die Sigma-Faser wurde eine Grenzflächenhaftscherfestigkeit von 89 MPa ermittelt. Wobei die Schwachstelle der Grenzfläche nicht zwischen Faser und Matrix sondern innerhalb der Faser zwischen SiC-Mantel und Kohlenstoffbeschichtung zu finden ist (Abb. 5-7a). Diese Beobachtung wurde von den Bruchflächen der galvanisch beschichteten Einzelfaserzugversuche (Abb. 5-5) und den Bruchflächen der CuMMC-Proben (Abb. 5-10) bestätigt.

Festigkeit:

Der Einfluss von Zwischenschichtsystemen und Wärmebehandlungen auf die Faserfestigkeit wurde durch Einzelfaserzugversuche untersucht. Für die Charge 8 der Polymer-abgeleiteten-Faser wurde eine mittlere Festigkeit von 780 MPa ermittelt, wobei die Ergebnisse sehr stark streuen (Tab. 5-4) und in Folge der Laborherstellung zum Teil Aluminiumverunreinigungen auf den Faserbruchflächen nachgewiesen wurden (Abb. 5-3a). Diese gehen mit einer hohen Festigkeitsreduktion einher. Für die Herstellung eines CuMMCs wurden die Polymer-abgeleiteten-Fasern als zu schwach bewertet (Kapitel 5.3.3). Der nötige Faservolumenanteil für eine Verstärkungswirkung im Kupfer wäre bei dieser Festigkeit sehr hoch ($V_f > 24,5\%$) und würde nur eine entsprechend geringe Wärmeleitfähigkeit im CuMMC erreichen. Dennoch verfügt die Polymer-abgeleitete-Faser über hohes Verbesserungspotential hinsichtlich ihrer Festigkeit und könnte damit in Zukunft potentiell geeignet sein.

Die Einzelfaserfestigkeit der Sigma SM 1140+ Faser wurde mit 3350 MPa bestimmt und liegt damit auf gleichem Niveau wie die Literaturangaben zu diesem Fasertyp [81, 82, 105]. Nach Ti-Zwischenschichtabscheidung und Wärmebehandlung reduziert sich die Faserfestigkeit durch TiC-Bildung (Tab. 5-5) auf ca. 2750 MPa. Diese Schädigung wurde ebenfalls an vergleichbaren SCS6-Faser mit Kohlenstoffoberfläche festgestellt [42, 44, 55] und ist nicht zu

vermeiden, da TiC die chemische Anbindung von Faser und Matrix sicher stellt. Die Festigkeit der Sigma SM 1140+ Faser wurde als ausreichend bewertet, um ein CuMMC mit diesen Fasern zu erstellen.

Ausdehnungskoeffizienten der beteiligten Materialien:

Bei der Anwendung von CuMMCs als Wärmesenke führen unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten der verwendeten Materialien zu Spannungen. Besteht die Faser aus mehreren verschiedenen Materialien mit deutlich unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten, kann dies bei thermozyklischer Beanspruchung zum Versagen innerhalb der Faser führen. Gegenüber den kommerziell erhältlichen, CVD abgeleiteten SiC-Fasern hat die Polymer-abgeleitete-Faser den Vorteil aus reinem SiC zu bestehen. Thermisch induzierte Spannungen durch mehrere Materialien innerhalb der Faser entfallen somit. Eine optimierte Polymer-abgeleitete-Faser wäre hinsichtlich Schädigungen durch Thermozyklen unempfindlicher. Im CuMMC sind bereits durch den Herstellungsprozess des HIPens Druckeigenstressungen in der Faser und Zugeigenstressungen in der Matrix vorhanden, welche von Schöbel nachgewiesen wurden [145]. Wie in den dehnungsgeregelten Wechselverformungsversuchen bei Raumtemperatur gezeigt wurde (Kapitel 5.5.3), bauen sich diese intrinsischen Spannungen durch die starke plastische Deformation der Cu-Matrix innerhalb des ersten Zyklus ab.

Fasermaterialien unter Fusionsbedingungen:

Die grundlegende Motivation zur Verwendung der reinen SiC-Faser als Verstärkungselement im CuMMC wurde in Kapitel 2.5 unter anderem mit der möglichen Substitution von Kohlenstoff erläutert. Kommerziell erhältliche Fasern nutzen Kohlenstoff beispielsweise als Reaktionskern (bzw. Seele) für den CVD Prozess (SCS6, *Specialty Materials Inc.*) und als Grenzflächenmaterial, um die Anbindung zur Matrix zu erleichtern. Dies trifft auch auf die Sigma SM1140+ Faser zu (Kapitel 3.2). Unter Neutronenbelastung zeigt Kohlenstoff mit Graphen-Aufbau starke Volumenzunahme (Schwellen [84-88]) und ist daher für die Fusionsanwendung eher ungeeignet. Dies könnte den Einsatz in Verstärkungsfasern ebenfalls limitieren.

Die Versuchsergebnisse des faserverstärkten CuMMCs mit Sigma Fasern zeigen deutlich, dass die Kohlenstoffschicht im Stoffsystem Si-C-Cu jedoch zusätzlich eine Diffusionsbarriere darstellt. Diese wird durch den Konsolidierungsprozess geschädigt und führt unter realistischen Einsatztemperaturen zu einer drastischen Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften. Dieser Schadensmechanismus ist in engem Zusammenhang mit dem nicht stöchiometrischen Si-C Verhältnis innerhalb der Faser zu sehen (Kapitel 6.2.2). Freies Si in den äußeren Mantelbereichen der Sigma SM1140+ Faser lässt die Bildung von spröden Kupfersiliziden zu, welche den Festigkeitsabfall erklären.

Im Hinblick auf die Ergebnisse nach Auslagerung sind SiC-Verstärkungsfasern mit Siliziumüberschuss für die Anwendung in faserverstärktem Kupfer und unter erhöhten Einsatztemperaturen ungeeignet. Ein leichter Kohlenstoffüberschuss im SiC ist eher unkritisch, da dieser keine stabilen Mischphasen mit Kupfer bildet und keine Festigkeitsreduktion zu erwarten wäre.

Schlussfolgerung:

Für den Einsatz eines CuMMCs im Fusionsreaktor sind die Polymer-abgeleiteten SiC-Fasern gegenüber den CVD-Fasern hinsichtlich ihrer reinen SiC-Morphologie im Vorteil. Dies gilt unter der Voraussetzung, dass keine degradierende Reaktion von freiem Si mit Cu erfolgt. Limitierend wirkt sich jedoch die bisher erreichte Festigkeit der Polymer-abgeleiteten-Faser

aus. Im Vergleich der CuMMC-Festigkeit zweier CVD-Monofilamente mit unterschiedlichem Durchmesser (Kapitel 6.1.4) ist zu dem festgestellt worden, dass schwächere SiC-Fasern mit geringerem Durchmesser vergleichbar gute Festigkeitsergebnisse erzielen. Mehrere kleine Fasern bieten bei gleichem Faservolumenanteil größere Grenzfläche, die den Spannungstransfer zwischen Faser und Matrix ermöglicht. Für die Polymer-abgeleitete-Faser bedeutet dies, dass ebenso kleinere Faserdurchmesser ($<100 \mu\text{m}$) im CuMMC möglich wären. Da die Faserfestigkeit mit kleinerem Durchmesser aufgrund kleinerer Defektdichte steigt (Kapitel 5.1), kann die für das CuMMC benötigte Festigkeit mit geringerem V_f erreicht werden. Dies ist vor allem im Hinblick auf die Wärmeleitfähigkeit nötig, die möglichst hoch liegen soll ($>200 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$). Kritisch ist dahingehend jedoch wiederum die vergrößerte Grenzfläche zu betrachten. Zur mechanischen Anbindung von Faser und Matrix werden Zwischenschichtelemente (Kapitel 3.3) benötigt, die bei zu dicker Abscheidung die Gefahr der Kupfermatrixverunreinigung steigern. Dies kann mit einem Abfall der Wärmeleitfähigkeit einhergehen.

Aufgrund der starken mechanischen Schädigung des mit Sigma SM1140+ Fasern hergestellten CuMMCs nach Auslagerung (Kapitel 5.7.2), sind diese Fasern mit der gegebenen Phasenzusammensetzung (Kapitel 3.2) für den Einsatz in der Fusion ungeeignet. In Folge der mechanischen Degradierung werden höhere Faservolumenanteile benötigt, wodurch die zum Ziel gesetzte Wärmeleitfähigkeit nicht mehr erreicht werden kann. Hinzu kommt, dass die hier untersuchten Schädigungen möglicherweise nicht abgeschlossen sind und das CuMMC unter längerer Einsatzzeit weiter geschädigt wird. Die stark streuenden Festigkeitsergebnisse der ausgelagerten Proben bestätigen diese Vermutung (Abb. 5-20a).

6.5 Thermische Eigenschaften des CuMMCs

Kapitel 5.6 befasst sich mit den Ergebnissen der Wärmeleitfähigkeitmessungen von CuMMC-Proben verschiedener Faservolumenanteile in und quer zur Ausrichtung der Monofilamente im unidirektional verstärkten CuMMC.

Wie zu erwarten war, fällt die Wärmeleitfähigkeit sowohl mit steigender Temperatur als auch mit steigendem V_f linear ab (Tab. 5-10). Die zum Ziel gesetzte Wärmeleitfähigkeit von $200 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ wurde dabei für Proben $V_f < 22\%$ sowohl in transversaler als auch in paralleler Faserrichtung übertroffen. In Verbindung mit den mechanischen Eigenschaften dieser Proben sind die Kriterien an das CuMMC nach der Herstellung (ohne Auslagerung) damit erfüllt worden (Kapitel 1). Für die thermischen Eigenschaften des CuMMC sind folgende Einflüsse näher untersucht worden:

Anisotropie:

In den Ergebnissen ist eine starke Anisotropie der Wärmeleitfähigkeit zu verzeichnen, die sich mit steigendem V_f vergrößert. Im CuMMC ist der Wärmetransport durch die Matrix ($\lambda_{\text{galv. Cu, RT}} = 333 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, [44]) erheblich schneller als durch die Faser ($\lambda_{\text{SiC, RT}} = 16 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, [132]). Daher spielt die effektive Weglänge der Temperaturausbreitung im Material eine entscheidende Rolle. Während die Weglänge in der parallelen Messung nur durch leichte Winkelfehler der Faserausrichtung vergrößert wird, muss die Wärme im transversalen Fall die weniger gut leitenden Fasern umlaufen. Dadurch wird die effektive Weglänge erheblich vergrößert und die Wärmeleitfähigkeit im CuMMC sinkt. Dieser Unterschied prägt sich mit größer werdendem V_f stärker aus und vergrößert die Anisotropie der Wärmeleitung im CuMMC.

Einfluss der Titan-Zwischenschicht:

Kapitel 4.6 befasst sich unter anderem mit der Möglichkeit der Kupfermatrixverunreinigung durch Titan aus der Zwischenschicht und der Verringerung der Wärmeleitfähigkeit. EDX-Analysen (Abb. 5-19) zeigten, dass Titan an der Faser-Matrix-Grenzfläche in Form von TiC gebunden ist [50, 53] und nur in geringen Anteilen in der Matrix vorkommt. Titan-Verunreinigungen sammeln sich in diesem Fall an Korngrenzen (Abb. 5-26). Von einer signifikanten Reduktion der Wärmeleitfähigkeit durch Titan-Verunreinigung ist demnach nicht auszugehen.

Einfluss von Korngrenzen und Verunreinigungen:

Verunreinigungen durch Fremdelemente sammeln sich stets an Korngrenzen, da diese energetisch günstigere Positionen darstellen. Die Wärmeleitung in Kupfer wird durch die Elektronenbewegung dominiert, welche an Korngrenzen bzw. Verunreinigungen gestreut werden. In Folge der Streuung nimmt die Wärmeleitfähigkeit ab [143, 144]. Unter erhöhten Temperaturen kommt es im Kupfer zu Kornwachstum, wodurch die Anzahl an Korngrenzen reduziert wird und die Wärmeleitfähigkeit potentiell gesteigert werden kann. Sind die Einzelfasern vor dem HIPen jedoch durch eine Kupferoxidschicht verschmutzt, stellt diese eine Barriere für das Kornwachstum dar [44]. In den Schlibfbildern des CuMMCs sind solch gravierende Verunreinigungen nicht zu erkennen (Abb. 5-17). Speziell die ausgelagerten Proben zeigen hingegen deutliches Kornwachstum, was zu einer inhomogenen Kupferkorngrößenverteilung im CuMMC führt (Abb. 6-7). Die Körner in unmittelbarer Fasernähe sind deutlich kleiner als in den Räumen zwischen den Fasern (Abb. 5-17). Das heißt, für größere Faservolumenanteile wird das Kornwachstum zunehmend durch die Verstärkungsfasern begrenzt.

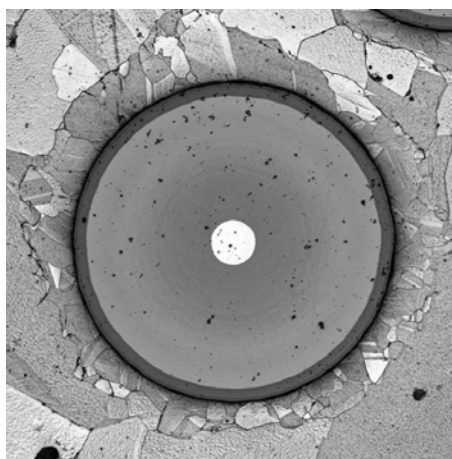


Abb. 6-7: Schlibfbild Ka16; konfokales Lasermikroskop

Einfluss der Auslagerung:

Hinsichtlich der Auslagerung unter angenommenen Betriebstemperaturen für das CuMMC in der Fusionsanwendung wurde keine gravierende Verschlechterung der Wärmeleitfähigkeit festgestellt. Die beobachteten mechanischen Schädigungen haben keinen negativen Einfluss auf die thermischen Eigenschaften. Korngrenzenwachstum führt nicht zu einer messbaren

Verbesserung der Wärmeleitfähigkeit. Im Rahmen der Messungenauigkeiten gibt es keine Veränderung.

7 Zusammenfassung

Faserverbundwerkstoffe ermöglichen die Kombination von anwendungsspezifischen Eigenschaften, die mit einem einzelnen Material nicht erreicht werden können. Für die hochbelasteten Wärmesenkenmaterialien in zukünftigen Fusionskraftwerken wird eine Kombination aus hoher Wärmeleitfähigkeit und Festigkeit unter möglichst hohen Einsatztemperaturen gefordert. Die Verstärkung von Kupfer mit hochfesten Siliziumcarbid-Verstärkungsfasern stellt einen viel versprechenden Ansatz zur Kombination der gestellten Anforderungen dar.

Innerhalb dieser Arbeit wurden zwei unterschiedliche SiC-Fasertypen hinsichtlich ihrer Eignung zur Herstellung eines CuMMCs untersucht. Während die Polymer-abgeleitete SiC-Faser den mechanischen Ansprüchen nicht genügte, konnte mit der CVD-abgeleiteten SiC-Faser erfolgreich ein uniaxialverstärktes CuMMC hergestellt werden. Es folgte eine ausführliche Charakterisierung des CuMMCs hinsichtlich seiner mechanischen Eigenschaften, vor allem bezüglich Zugfestigkeit und zyklischer Plastifizierung, sowie bezüglich der thermischen Eigenschaften durch die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit des CuMMCs. Zur mechanischen und thermischen Charakterisierung wurden mehr als 60 zylindrische Proben mit verschiedenen großen Faservolumenanteilen hergestellt. Dies erfolgte durch die Einzelfaserbeschichtungstechnik und beinhaltete unter anderem die PVD-Abscheidung einer Titanzwischen-schicht zur besseren Anbindung zwischen Faser und Matrix. Die Grenzflächenqualität wurde anschließend durch Einzelfaser-Push-Out-Versuche verifiziert und die Grenzflächenhaftscherfestigkeit quantifiziert. Zur Herstellung gehören weiterführend die galvanische Kupferbeschichtung der Fasern sowie eine abschließende Konsolidierung durch heiß-isostatisches Pressen (HIPen) in einer sauerstofffreien Kupferkapsel.

Die mechanische Untersuchung wurde unter Raumtemperatur und 300°C durchgeführt, um das Material unter relevanten Einsatztemperaturen zu testen. Das CuMMC wurde hierfür in Faserverstärkungsrichtung einaxial belastet. E-Modul und Zugfestigkeit wurden in Abhängigkeit des Faservolumenanteils durch Zugversuche bestimmt. Die resultierenden Bruchflächen konnten durch Rasterelektronenmikroskopie auf typische Versagensmechanismen im MMC untersucht werden. Das vorliegende CuMMC weist hierbei vor allem Faser-Pull-Out auf, was durch die schwache C-SiC-Grenzfläche innerhalb der Faser verursacht wird. Im Matrixmaterial sind für Kupfer typische Verformungsbrüche nachweisbar, die durch starke Plastifizierung verursacht werden und sich in einer Wabenstruktur auf der Bruchfläche darstellen. Je nach Faservolumenanteil ist dies unterschiedlich stark ausgeprägt. Die Beobachtungen konnten durch parallele Schallemissionsmessungen während einiger Zugversuche sowie eines zyklischen Versuchs, bestätigt werden. Dabei sind Schallereignisse bestimmten Versagensmechanismen zuzuordnen, wie beispielsweise Grenzflächenversagen und -reibung oder Faserbruch. Unter zyklischer Belastung von 0-0,25%-Dehnung ist dabei auffällig, dass die CuMMC-Probe zwar über mehr als 600 Belastungszyklen plastische Verformung zeigt, aber schon ab ca. 10 Zyklen nur noch vereinzelte Schädigungen durch die SE-Messung detektierbar sind.

Weiterführend wurde das CuMMC auf seine mögliche Betriebstemperatur untersucht und eine Auslagerung für 400 h bei 550°C an mehreren Proben durchgeführt. Während die thermischen Eigenschaften des CuMMCs von dieser Auslagerung unbeeinflusst blieben, wurde eine dramatische Festigkeitsreduktion festgestellt. Metallografische Untersuchungen durch Schlitte, REM-Aufnahmen, EDX-Analysen und FIB-Schnitte legten eine Schädigung der Verstärkungs-faser durch Diffusion und Infiltration offen. Diese Problematik ist in engem Zusammenhang mit der Morphologie der verwendeten Sigma SM1140+ Faser zu sehen. Die Faser weist in ihrem äußeren SiC-Mantel einen Überschuss an Silizium auf. Durch die schwache Anbindung der Kohlenstoffbeschichtung an den SiC-Mantel der Faser, wird diese

C-Beschichtung während des HIPens durch thermische bzw. mechanische Spannungen geschädigt. Da die C-Beschichtung als Diffusionsbarriere fungiert, kommt sie dieser Aufgabe nach der Schädigung nicht mehr nach und es bilden sich spröde Kupfersilizide durch die Reaktion von Matrixmaterial und freiem Silizium aus der Faser. Somit ist zu resümieren, dass freies Silizium in der Verstärkungsfaser für die vorliegende Stoffkombination mit Kupfer unter hohen Anwendungstemperaturen nicht zuzulassen ist. Alternativ kann dieses Problem nur durch eine, dem Herstellungsprozess gegenüber, widerstandsfähige Diffusionsbarriere behoben werden.

Des Weiteren wurde das CuMMC isothermen, zyklischen Belastungen ausgesetzt, um sowohl das plastische Verformungsverhalten zu untersuchen, als auch die Möglichkeit der Versuchssimulation näher zu betrachten. In diesem Zusammenhang gelang es erstmals, unter Verwendung der Materialsimulationssoftware Digimat MF, Parametersätze zur Beschreibung des CuMMC-Materialverhaltens nach dem gekoppelten isotrop-kinematischen Stoffgesetz zu identifizieren. Diese ermittelten Parametersätze wurden anschließend anhand eines Beispielversuchs mit einem komplexeren 3-dimensionalen FE-Modell in ABAQUS validiert. Dabei konnte unter anderem der Einfluss von thermisch induzierten Eigenspannungen im CuMMC sowohl experimentell, als auch durch Simulationsergebnisse gezeigt werden.

Durch die ausführlichen Vorarbeiten zum Thema faserverstärktes Kupfer für Fusionsanwendungen konnte innerhalb dieser Arbeit auf eine vollständig beschriebene Herstellungsrouten zurückgegriffen werden. Die gesammelten Erfahrungen wurden genutzt, um ein unidirektional verstärktes CuMMC von sehr hoher Qualität herzustellen. Dabei wurden die im Vorfeld anvisierten Ziele sowohl für die mechanischen Eigenschaften ($R_m = 300 \text{ MPa}$), als auch die thermischen Eigenschaften ($\lambda_{\text{CuMMC}} = 200 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) erreicht und übertroffen. Für die Verwendung im Fusionsreaktor konnten wichtige Einflüsse auf mögliche Schädigungen des CuMMCs durch die Herstellungsrouten, sowie unter realistischen Einsatztemperaturen identifiziert werden.

Literaturverzeichnis

1. *International Energy Agency (IEA)*: <http://www.worldenergyoutlook.org>; 2012.
2. *Intergovernmental Panel on Climate Change (IPCC)*: <http://www.ipcc.ch>; 2007.
3. *Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe (BGR)*: <http://www.bgr.bund.de>; 2011.
4. *Kernfusion*. Forschungszentrum Jülich, Forschungszentrum Karlsruhe, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik - Helmholtz Gemeinschaft, 2006.
5. *International Thermonuclear Experimental Reactor*: <http://www.iter.org>; 2012.
6. *ITER Technical Basis, Technical Report: International Atomic Energy Agency*, 2002.
7. *ITER Physics Basis Editors, ITER Physics Expert Group Chairs et al.: Chapter 1: Overview and summary*; . Nuclear Fusion, 1999. 39(12): p. 2137.
8. Andreani, R. and M. Gasparotto, *Overview of fusion nuclear technology in Europe*. Fusion Engineering and Design, 2002(61-62): p. 27-36.
9. Schumacher, U., *Fusionsforschung*. Darmstadt: Wissenschaftliche Buchgesellschaft, 1993.
10. Bradshaw, A.M., T. Hamacher, and U. Fischer, *Is nuclear fusion a sustainable energy form?* Fusion Engineering and Design, 2011.
11. Ferrari, M., et al., *Evaluation of divertor conceptual designs for a fusion power plant*. Fusion Engineering and Design, 2001. 56-57(0): p. 255-259.
12. Janeschitz, G., et al., *Divertor development for ITER*. Fusion Engineering and Design, 1998. 39-40(0): p. 173-187.
13. Kukushkin, A.S. and e. al., *Divertor issues on ITER and extrapolation to reactors*. Fusion Engineering and Design, 2003. 65(3): p. 355-366.
14. Maisonnier, D., *European DEMO design and maintenance strategy*. Fusion Engineering and Design, 2008. 83(7-9): p. 858-864.
15. Maisonnier, D., et al., *DEMO and fusion power plant conceptual studies in Europe*. Fusion Engineering and Design, 2006. 81(8-14): p. 1123-1130.
16. Giancarli, L., et al., *Conceptual design of a high temperature water-cooled divertor for a fusion power reactor*. Fusion Engineering and Design, 2005. 75-79(0): p. 383-386.
17. Li Puma, A., et al., *Optimization of a water-cooled divertor for the European power plant conceptual study*. Fusion Engineering and Design, 2002. 61-62(0): p. 177-183.
18. Norajitra, P., et al., *Divertor conceptual designs for a fusion power plant*. Fusion Engineering and Design, 2008. 83(7-9): p. 893-902.
19. Ihli, T., et al., *Recent progress in DEMO fusion core engineering: Improved segmentation, maintenance and blanket concepts*. Fusion Engineering and Design, 2007. 82(15-24): p. 2705-2712.

20. Barabash, V., et al., *Materials challenges for ITER - Current status and future activities*. Journal of Nuclear Materials, 2007. 367-370, Part A(0): p. 21-32.
21. Tavassoli, A.A.F., *Extending ITER materials design to welded joints*. Journal of Nuclear Materials, 2007. 367-370, Part B(0): p. 1316-1324.
22. Tavassoli, A.A.F., *Materials design data for fusion reactors*. Journal of Nuclear Materials, 1998. 258-263, Part 1(0): p. 85-96.
23. Tavassoli, A.A.F., *Present limits and improvements of structural materials for fusion reactors - a review*. Journal of Nuclear Materials, 2002. 302(2-3): p. 73-88.
24. Maisonnier, D. and e. al., *EFDA Final Report of the European Fusion Power Plant Conceptional Study (PPCS)*. Technical Report, EFDA, 2005.
25. Palmer, J., et al., *Recent developments towards ITER 2001 divertor maintenance*. Fusion Engineering and Design, 2005. 75-79(0): p. 583-587.
26. Andreani, R., et al., *Overview of the European Union fusion nuclear technologies development and essential elements on the way to DEMO*. Fusion Engineering and Design, 2006. 81(1-7): p. 25-32.
27. Butterworth, G.J. and C.B.A. Forty, *A survey of the properties of copper alloys for use as fusion reactor materials*. Journal of Nuclear Materials, 1992. 189: p. 237-276.
28. Eldrup, M. and B.N. Singh, *Influence of composition, heat treatment and neutron irradiation on the electrical conductivity of copper alloys*. Journal of Nuclear Materials, 1998. 258-263: p. 1022-1027.
29. Fabritsiev, S.A., S.J. Zinkle, and B.N. Singh, *Evaluation of copper alloys for fusion reactor divertor and first wall components*. Journal of Nuclear Materials, 1996. 233-237, Part 1(0): p. 127-137.
30. Ivanov, A.D., et al., *Effect of heat treatments on the properties of CuCrZr alloys*. Journal of Nuclear Materials, 2002. 307: p. 673-676.
31. Edwards, D.J., B.N. Singh, and S. Tahtinen, *Effect of heat treatments on precipitate microstructure and mechanical properties of a CuCrZr alloy*. Journal of Nuclear Materials, 2007. 367: p. 904-909.
32. Barabash, V.R., et al., *Specification of CuCrZr alloy properties after various thermo-mechanical treatments and design allowables including neutron irradiation effects*. Journal of Nuclear Materials. 417(1-3): p. 904-907.
33. Kalinin, G.M., et al., *The effect of irradiation on tensile properties and fracture toughness of CuCrZr and CuCrNiSi alloys*. Journal of Nuclear Materials. 417(1-3): p. 908-911.
34. Kalinin, G.M., et al., *Specification of properties and design allowables for copper alloys used in HHF components of ITER*. Journal of Nuclear Materials, 2002. 307: p. 668-672.
35. Kalinin, G.M., et al., *Ageing effect on the properties of CuCrZr alloy used for the ITER HHF components*. Journal of Nuclear Materials, 2007. 367: p. 920-924.
36. Kim, B.Y. and J.H. You, *Three-dimensional shakedown analysis of fiber-reinforced metal matrix composite (FRMMC) layered plasma-facing component for high heat flux loading*. Fusion Engineering and Design, 2009. 84(2-6): p. 1033-1037.

37. You, J.H., *Application of a fiber-reinforced copper matrix composite cooling tube to a water-cooled mono-block divertor component: A design study*. Journal of Nuclear Materials, 2009. 386-88: p. 817-820.
38. You, J.H., *Plastic failure risk of a metal matrix composite structure under variable thermal loads*. International Journal of Mechanical Sciences, 2009. 51(11-12): p. 816-824.
39. You, J.H. and H. Bolt, *Structural analysis of a plasma facing component reinforced with fibrous metal matrix composite laminate*. Journal of Nuclear Materials, 2004. 329: p. 702-705.
40. You, J.H., B.Y. Kim, and M. Miskiewicz, *Shakedown analysis of fibre-reinforced copper matrix composites by direct and incremental approaches*. Mechanics of Materials, 2009. 41(7): p. 857-867.
41. You, J.H. and H. Bolt, *Analytical method for thermal stress analysis of plasma facing materials*. Journal of Nuclear Materials, 2001. 299(1): p. 9-19.
42. Köck, T., *Herstellung und Charakterisierung eines SiC/Cu-Metall-Matrix-Verbundwerkstoffes mit angepasster Faser/Matrix-Grenzfläche*. Garching: TUM, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 2007.
43. Popescu, *Processing and Characterisation of SiC-Fibre Reinforced Cu-Matrix Composites*. Garching: TUM, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 2004.
44. Paffenholz, V., *Synthese und Charakterisierung von SiCf/Cu-Matrix-Verbundwerkstoffen und ihre Anwendung in einem Modell einer Divertor-Komponente*. 2010: Garching: TUM, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik.
45. Berthelot, J.-M., *Composite Materials - Mechanical Behavior and Structural Analysis*. Mechanical Engineering Series, 1999. New York, Springer.
46. Kainer, K.U., *Metallische Verbundwerkstoffe*. Oberursel: DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1994.
47. Krenkel, W., *Verbundwerkstoffe, 17. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde DGM*. Wiley-VCH, 2009.
48. Rauber, C., M. Hilbinger, and A. Lohmüller, *Herstellung von partikelverstärkten Verbundwerkstoffen durch Magnesiumspritzgießen*. Verbundwerkstoffe, 17. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, 2009.
49. Leyens, C., J. Hausmann, J. Kumpfert, *Continuous fibre reinforced titanium matrix composites: Fabrication, properties and applications*. Advanced Engineering Materials, 2003. 5(6): p. 399-410.
50. Brendel, A., T. Kock, and H. Bolt, *Interface reactions between silicon carbide and interlayers in silicon carbide-copper metal-matrix composites*. Journal of Nuclear Materials, 2007: p. 197-201.
51. Brendel, A., et al., *Mechanical properties of SiC long fibre reinforced copper*. Journal of Nuclear Materials, 2009. 386: p. 837-840.
52. Brendel, A., et al., *Promising composite heat sink material for the divertor of future fusion reactors*. Journal of Nuclear Materials, 2007. 367: p. 1476-1480.

53. Brendel, A., et al., *SiC-fibre reinforced copper as heat sink material for fusion applications*. Journal of Nuclear Materials, 2004. 329: p. 804-808.
54. Brendel, A., et al., *Interface modification of SiC-fibre/copper matrix composites by applying a titanium interlayer*. Surface & Coatings Technology, 2005. 200(1-4): p. 161-164.
55. Brendel, A., et al., *Titanium as coupling agent in SiC fibre reinforced copper matrix composites*. Materials Chemistry and Physics, 2005. 91(1): p. 116-123.
56. Köck, T., A. Brendel, and H. Bolt, *Interface reactions between silicon carbide and interlayers in silicon carbide-copper metal-matrix composites*. Journal of Nuclear Materials, 2007. 362(2-3): p. 197-201.
57. Köck, T., et al., *Influence of different deposition parameters on the performance of a Ti-Ta-C interface layer in SiC-fiber reinforced copper matrix composites*. 1st International Conference on New Materials for Extreme Environments, 2009. 59: p. 138-142.
58. Paffenholz, V., et al., *Synthesis and analysis of the thermal behavior of SiC-fibre reinforced copper matrix composites as heat sink material*. 1st International Conference on New Materials for Extreme Environments, 2009. 59: p. 153-157.
59. Herrmann, A., *Interface Optimization of Tungsten Fiber-Reinforced Copper for Heat Sink Application*. Garching: TUM, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 2009.
60. Nunes, D., et al., *Copper-micrometer-sized diamond nanostructured composites*. Physica Scripta 2011.
61. Weidenmann, K.A., *Influence of Thermal Cycling on the Mechanical Properties of Al/Diamond Composites*. 18.Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, 2011.
62. Schubert, T., T. Weißgärber, and B. Kieback, *Thermische Ermüdung von CuB/Diamant-Verbundwerkstoffen*. 18.Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, 2011.
63. Kagawa, Y., T. Fujita, and A. Okura, *Temperature dependence of tensile mechanical properties in SiC fiber-reinforced Ti matrix composite*. Acta Metallurgica et Materialia, 1994. 42(9): p. 3019-3026.
64. Hull, D.C., *An Introduction to Composite Materials*. 2nd Ed., Repr. ed. Cambridge Solid State Science Series, Cambridge Univ. Press, 2000.
65. Kaw, A.K., *Mechanics of Composite Materials*. Boca Raton, CA: CRC Press, 1997.
66. Selvadurai, A.P.S., *Concentrated Body Force Loading of an Elastically Bridged Penny Shaped Flaw in a Unidirectional Fiber Reinforced Composite*. International Journal of Fracture, 1983. 21(2): p. 149-159.
67. Merola, M., et al., *Influence of the manufacturing heat cycles on the CuCrZr properties*. Journal of Nuclear Materials, 2002. 307: p. 677-680.
68. Park, J.Y., et al., *Investigation on the microstructure and mechanical properties of CuCrZr after manufacturing thermal cycle for plasma facing component*. Journal of Nuclear Materials, 2011. 417(1-3): p. 916-919.

69. Peters, H., Schurmann, *Elevated temperature properties of SiC-fibre reinforced CuCr1Zr, a candidate heat sink material for application in fusion reactors*. Physica Scripta, T128: 209-212, 2007.
70. Riccardi, B., et al., *Status of the European R&D activities on SiCf/SiC composites for fusion reactors*. Fusion Engineering and Design, 2000. 51-52(0): p. 11-22.
71. Hino, T., et al., *Helium gas permeability of SiC/SiC composite used for in-vessel components of nuclear fusion reactor*. Fusion Engineering and Design, 2005. 73(1): p. 51-56.
72. Novak, S.a., et al., *Electrophoretic deposition in the production of SiC/SiC composites for fusion reactor applications*. Journal of the European Ceramic Society, 2008. 28(14): p. 2801-2807.
73. Hirohata, Y., et al., *Gas permeability of SiC/SiC composites as fusion reactor material*. Fusion Engineering and Design, 2002. 61-62(0): p. 699-704.
74. Zucchetti, M., P. Rocco, and R.A.H. Edwards, *Advanced waste management techniques for fusion reactors With SiC/SiC structures*. Fusion Engineering and Design, 2001. 58-59(0): p. 997-1000.
75. Malo, M., et al., *Radioluminescence for in situ materials characterization: First results on SiC for fusion applications*. Fusion Engineering and Design, 2011. 86(9-11): p. 2470-2473.
76. Newsome, G., et al., *Evaluation of neutron irradiated silicon carbide and silicon carbide composites*. Journal of Nuclear Materials, 2007. 371(1-3): p. 76-89.
77. EFDA, *A Conceptional Study of Commercial Fusion Power Plants - PPCS*. 2005.
78. Tsuchiya, B., et al., *Radiation induced changes in electrical conductivity of chemical vapor deposited silicon carbides under fast neutron and gamma-ray irradiations*. Fusion Engineering and Design, 2011. 86(9-11): p. 2487-2490.
79. Ryazanov, A.I., et al., *Radiation swelling of SiC under neutron irradiation*. Journal of Nuclear Materials, 2002. 307-311, Part 2(0): p. 1107-1111.
80. Baik, K.H. and P.S. Grant, *Strength degradation of SiC fiber during manufacture of titanium matrix composites by plasma spraying and hot pressing*. Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science, 2001. 32(12): p. 3133-3142.
81. Cheng, T.T., et al., *The microstructure of sigma 1140 (+) SiC fibres*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 1999. 260(1-2): p. 139-145.
82. Garcia-Leiva, M.C., et al., *Fracture mechanics of Sigma SM1140+ fibre*. Engineering Fracture Mechanics, 2002. 69: p. 1007-1013.
83. Levchuk, S., et al., *Interface reactions and control of diffusion at the interface between SiC fibres and layer of deposited Fe-9Cr base alloy*. Journal of Nuclear Materials, 2007. 367: p. 1233-1237.
84. Virgil'ev, Y.S., *Radiation creep of carbon materials*. Physics and Chemistry of Materials Treatment, 1993. 27(6): p. 545-50.

85. Bonal, J.P., et al., *Neutron-Induced Dimensional Changes in Carbon Materials at High-Temperatures and High Damage Doses*. Journal of Nuclear Materials, 1994. 212: p. 1218-1222.
86. Bonal, J.P. and C.H. Wu, *Neutron irradiation effects on the thermal conductivity and the dimensional stability of carbon fiber composites*. Physica Scripta, 1996. T64: p. 26-31.
87. Burchell, T.D., *Radiation damage in carbon-carbon composites: Structure and property effects*. Physica Scripta, 1996. T64: p. 17-25.
88. Eto, M., et al., *Mechanical-Properties of Neutron-Irradiated Carbon-Carbon Composites for Plasma-Facing Components*. Journal of Nuclear Materials, 1994. 212: p. 1223-1227.
89. Clyne, T.W. and P.J. Withers, *An Introduction to Metal Matrix Composites*. Cambridge Solid State Science Series, 1993.
90. Roy, A.K., *Engineered interfaces in fiber reinforced composites* by J.-K. Kim, Y.-W. Mai. Elsevier, Amsterdam, 1998, 401 pp., US\$ 144, 255 NLG. ISBN 0-08-042695-6. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 1999. 30(8): p. 1035-1036.
91. Eshelby, J.D., *The stresses on and in a thin inextensible fibre in a stretched elastic medium*. Engineering Fracture Mechanics, 1982. 16(3): p. 453-455.
92. Mori, T. and K. Tanaka, *Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions*. Acta Metallurgica, 1973. 21(5): p. 571-574.
93. Pedersen, O.B., *The flow stress of copper*. Acta Metallurgica, 1987. 35(10): p. 2567-2581.
94. Pedersen, O.B., L.M. Brown, and W.M. Stobbs, *The bauschinger effect in copper*. Acta Metallurgica, 1981. 29(11): p. 1843-1850.
95. Rasmussen, K.V. and O.B. Pedersen, *Fatigue of copper polycrystals at low plastic strain amplitudes*. Acta Metallurgica, 1980. 28(11): p. 1467-1478.
96. Chaboche, J.L., *Constitutive-Equations for Cyclic Plasticity and Cyclic Viscoplasticity*. International Journal of Plasticity, 1989. 5(3): p. 247-302.
97. Chaboche, J.L. and G. Rousselier, *On the plastic and viscoplastic constitutive equations. I. Rules developed with internal variable concept*. Transactions of the ASME. Journal of Pressure Vessel Technology, 1983. 105(2): p. 153-8.
98. Chaboche, J.L. and G. Rousselier, *On the plastic and viscoplastic constitutive equations. II. Application of internal variable concepts to the 316 stainless steel*. Transactions of the ASME. Journal of Pressure Vessel Technology, 1983. 105(2): p. 159-64.
99. Bargel, H.-J. and G. Schulze, *Werkstoffkunde*. Berlin: SpringerVerlag, 1999.
100. ABAQUS, *6.10 analysis user's manual*. ABAQUS Inc., Providence, 2010.
101. Kimmig, S., A. Brendel, and A. Nöth, *Polymer-abgeleitete SiC-Fasern zur Verstärkung von Kupfer als Wärmesenkenmaterial*. Verbundwerkstoffe, 18. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, 2011: p. 132-138.

-
102. Nöth, A., *Large diameter polymer-derived SiC fibers*. HT-CMC7, Bayreuth, 20-22. Sept. 2010.
 103. Petitcorps, Y.L., et al., *Modern Boron and SiC CVD Filaments: A Comparative Study*. Composites Science and Technology, 1988. 32: p. 31-55.
 104. Specialty Materials, I., *SCS Silicon Carbide Fiber Technical Presentation*. Lowell, Massachusetts.
 105. Smith, P.R., et al., *Heat Treatment Effects on SiC Fiber*. Journal of Materials Science, 1998. 33: p. 5855-5872.
 106. Sundberg, G., et al., *Fabrication of CuSiC metal matrix composites*. Journal of Materials Science, 2006. 41(2): p. 485-504.
 107. Wang, Z. and P. Wynblatt, *Study of a reaction at the solid Cu/alpha-SiC interface*. Journal of Materials Science, 1998. 33(5): p. 1177-81.
 108. National Physical Laboratory <http://resource.npl.co.uk/mtdata/phdiagrams/ccu.htm>.
 109. 13601:2011-03, D.E., *Kupfer und Kupferlegierungen - Stangen und Drähte aus Kupfer für die allgemeine Anwendung in der Elektrotechnik*. 2011.
 110. Schmidt, P.F., *Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse*. Kontakt & Studium, ed. W.J. Bartz, Technische Akademie Esslingen, Expert-Verlag, 1994.
 111. Wang, Z.L. and J.L. Lee, *Electron microscopy Techniques for Imaging and Analysis of Nanoparticles*. Developments in Surface Contamination and Cleaning, ed. R. Kohli and H. Texas, Norwich, NY: William Andrew, 2008.
 112. DIN, *Hochleistungskeramik-Keramische Verbundwerkstoffe-Verfahren zur Prüfung der Faserverstärkungen Teil 4: Bestimmung der Zugeigenschaften von Fasern bei Raumtemperatur*. DIN EN 1007-4, 2004.
 113. Zagar, B., *Operating Manual LSE-4000 DE*. Institut für elektronische Messtechnik; Johannes Kepler Universität Linz, 2002.
 114. DIN, *Hochleistungskeramik-Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur Teil 5: Statistische Auswertung*. DIN EN 843-5:2006, 2007.
 115. Rausch, G., B. Meier, and G. Grathwohl, *A Push-out Technique for the Evaluation of Interfacial Properties of Fiber-Reinforced Materials*. Journal of the European Ceramic Society, 1992. 10(3): p. 229-235.
 116. Shetty, D.K., *Shear-Lag Analysis of Fiber Push-out (Indentation) Tests for Estimating Interfacial Friction Stress in Ceramic-Matrix Composites*. Journal of the American Ceramic Society, 1988. 71(2): p. C107-C109.
 117. Sun, Y.J. and R.N. Singh, *A technique for the determination of interfacial properties from debond length measurement*. Journal of Materials Science, 2000. 35(22): p. 5681-5690.
 118. Greszczuk, *Theoretical studies of the mechanics of the fiber matrix interface in composites*. In *Interfaces in Composites*. ASTM STP 452, American Society for Testing and Materials, pp. 42-58., 1969.

119. Lawrence, P., *Some theoretical considerations of fiber pullout from an elastic matrix.* . J. Mat. Sci., 1970. 7(16).
120. Cox, H.L., *Br. J. Appl. Phys.* 72. 1952.
121. Lebyodkin, M.A., et al., *On the similarity of plastic flow processes during smooth and jerky flow: Statistical analysis.* Acta Materialia. 60(9): p. 3729-3740.
122. Gong, X.L., A. Laksimi, and M.L. Benzeggagh, *Nouvelle approche de l'émission acoustique et son application à l'identification des mécanismes l'endommagement dans les matériaux composites.* Revue des composites et des matériaux avancés, 1998. 8(1).
123. Meraghni, F., S. Benmedakhene, and M.L. Benzeggagh, *Identification and modeling of damage mechanisms in short glass fiber reinforced polypropylene composite.* Conference Proceedings ICCM 10; Vancouver, 1995.
124. Wadin, J.R., *Acoustic Emission Applications.* Dunegan Endevco, San Juan, Capistrano CA, 1978.
125. William, E.E. and A. Jonathan, *Monitoring acoustic emission in cross-ply graphite/epoxy laminates during fatigue loading.* Second International Symposium on Acoustic Emission From Reinforced Composites; Montreal, 1986: p. 78-84.
126. Laksimi, A., S. Benmedakhene, and L. Bounouas, *Monitoring acoustic emission during tensile loading of thermoplastic composites materials.* 12th International Conference on Composite Materials, 1999.
127. Matikas, T.E., *Influence of material processing and interface on the fiber fragmentation process in titanium matrix composites.* Composite Interfaces, 2008. 15(4): p. 363-377.
128. Anastassopoulos, A. and T. Philippidis, *Clustering methodology for the evaluation of AE from composites.* Acoust Emission, 1995. 13: p. 11-22.
129. Beattie, A., *Acoustic emission, principles and instrumentation* Acoust Emission, 1983. 2: p. 95-128.
130. Kostopoulos, V., et al., *On the identification of the failure mechanisms in oxide/oxide composites using acoustic emission.* NDT&E Int, 2003. 36: p. 571-80.
131. NETZSCH, *LFA 427, Operating Instructions*, 03.93 NETZSCH-Gerätebau GmbH.
132. Peters, P.W.M., J. Hemptenmacher, and H. Schurmann, *Fibre and wire reinforced copper alloys as heat sinks for fusion reactors.* Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 38(9): 755-765, 2007.
133. Hatta, H. and M. Taya, *Thermal Conductivity of Coated Filler Composites.* J. Appl. Phys. , 1986. 59: p. 1851-60.
134. Abel, P.B., et al., *Study of Copper on Graphite with Titanium or Chromium Bond Layer.* Journal of Materials Research, 1994. 9(3): p. 617-624.
135. Jarfors, A.E.W., *The influence of carbon on the phases in the copper-titanium system and their precipitation.* Journal of Materials Science, 1999. 34(18): p. 4533-4544.
136. Murray, J.L., *Bull. Alloy Phase Diag.*, 1983. 1(4): p. 81-95.
137. Amax Copper, I., *OFHC brand copper: a survey of properties & applications.* 1974.

-
138. Landolt-Börnstein, *Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik; Gruppe III: Kristall- und Festkörperphysik; Diffusion in festen Metallen und Legierungen*. Springer-Verlag. Band 26.
 139. Newey, D., M.A. Wilkins, and H.M. Pollock, *An ultra-low-load penetration hardness tester*. Journal of Physics E: Scientific Instruments, 1982. 15: p. 119-122.
 140. Berkovich, E.S., *Three-faceted diamond pyramid for microhardness testing*. Industrial Diamond Review, 1951. 11: p. 129-132.
 141. McEvily, A.J., *Metal Failures: Mechanisms, Analysis, Prevention*. New York: John Wiley & Sons, 2002.
 142. Thomas, M.P., *Effect of matrix and fibre type on low cycle fatigue of [90]8 Sigma fibre reinforced titanium matrix composite*. Composites Science and Technology, 2003. 63(5): p. 587-595.
 143. Kittel, C., *Einführung in die Festkörperphysik*. R.Oldenbourg Verlag München Wien, 1988. 7. Auflage.
 144. Ashcroft, N.W. and N.D. Mermin, *Solid State Physics*. Saunders College, Philadelphia; CBS Publishing Japan, 1981.
 145. Schöbel, M., et al., *Thermal fatigue damage in monofilament reinforced copper for heat sink applications in divertor elements*. Journal of Nuclear Materials, 2010. 409(3): p. 225-234.
 146. You, J.H. and M. Miskiewicz, *Material parameters of copper and CuCrZr alloy for cyclic plasticity at elevated temperatures*. Journal of Nuclear Materials, 2008. 373(1-3): p. 269-274.
 147. Luo, X., et al., *The thermal expansion behavior of unidirectional SiC fiber-reinforced Cu-matrix composites*. Scripta Materialia, 2008. 58(5): p. 401-404.
 148. Xing, H., et al., *Interfacial reactions in 3D-SiC network reinforced Cu-matrix composites prepared by squeeze casting*. Materials Letters, 2005. 59(12): p. 1563-1566.
 149. Gnesin, G.G. and Y.V. Naidich, *Contact Reaction of Silicon Carbide with Fused Copper*. Poroshkovaya Metallurgiya, 1969. 74: p. 57-63.
 150. Rado, C., B. Drevet, and N. Eustathopoulos, *The role of compound formation in reactive wetting: The Cu/SiC system*. Acta Materialia, 2000. 48(18-19): p. 4483-4491.
 151. Nikolopoulos, P., et al., *Wettability and Interfacial Energies in Sic-Liquid Metal Systems*. Journal of Materials Science, 1992. 27(1): p. 139-145.
 152. Kleykamp, H., *Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie*. 2010. 102(9).
 153. Meschel, S.V. and O.J. Kleppa, *Note on the Enthalpies of Formation of Cu₃Si and Cu₃Ge*. Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science, 1991. 22(9): p. 2162-2165.