

Hanns Anton Gietl

## **Weiterentwicklung von wolframfaserverstärktem Wolframverbundwerkstoff für den Einsatz in der Fusion**

**IPP 2019-11  
Mai 2019**

TECHNISCHE UNIVERSITÄT MÜNCHEN  
FAKULTÄT FÜR MASCHINENBAU

MAX-PLANCK-INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK

Weiterentwicklung von wolframfaserverstärktem  
Wolframverbundwerkstoff für den Einsatz in der Fusion

Hanns Anton Gietl

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Maschinenwesen der Technischen  
Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender:

Prof. Dr.-Ing. Klaus Drechsler

Prüfer der Dissertation:

1. Prof. Dr.rer.nat. Rudolf Neu
2. Prof. Dr.rer.nat. Christian Linsmeier

Die Dissertation wurde am 06.08.2018 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät für Maschinenwesen am 19.11.2018 angenommen.



# Vorwort

Es liegt ein gewisser Ruhm darin,  
nicht verstanden zu werden.

---

*(Charles Baudelaire)*

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Promotion in der Fachrichtung Maschinenbau mit dem Schwerpunkt der Werkstoffkunde. Ich habe mich für diese Dissertation entschieden, da es mich reizte mein erworbenes Wissen in einem Gebiet zu erweitern, das für die Zukunft der Menschheit von entscheidender Wichtigkeit sein könnte. Mein Interesse für die Werkstoffwissenschaften war schon während meines Maschinenbau und Medizintechnik Studiums und meiner Erfahrungen in einem interdisziplinären Arbeitsumfeld sehr ausgeprägt.

Einen ganz besonderen Dank möchte ich an Herrn Prof. Dr. Rudolf Neu richten, der die Betreuung meiner Dissertation an der Technischen Universität München und am Max-Planck-Institut für Plasmaphysik übernahm und mir mit seiner fachlichen Kompetenz und seinem persönlichen Engagement zur Seite stand.

Besonderer Dank gilt auch Herrn Dr.-Ing. Johann Riesch, Herrn Till Höschen und allen Kollegen für die Unterstützung von Seiten des Max-Planck-Instituts für Plasmaphysik. Außerdem Dr. Jan Coenen, Leonhard Raumann und Yiran Mao für die Unterstützung bei der Herstellung der Proben am Forschungszentrum Jülich, Institut für Energie- und Klimaforschung, Plasmaphysik (IEK-4).

Des Weiteren möchte ich mich bei den Studenten Georg Holzner, Matthias Brensing, Maria Larrañaga, Susanne Olbrich und Michael Zielinski, die ich während meiner Zeit am IPP betreuen durfte, für deren exzellente und motivierte Arbeitsweise bedanken. Durch diese Betreuung konnten immer beide Seiten sehr viel voneinander lernen.

Schließlich bedanke ich mich bei allen ehemaligen Kommilitonen, Freunden und Familienangehörigen, die zum Gelingen meines Studiums und dieser Arbeit beigetragen haben.



# Kurzfassung

Wolfram (W) gilt aufgrund seiner einzigartigen Eigenschaftskombination (z.B. hoher Schmelzpunkt, niedriger Dampfdruck, Hochtemperaturfestigkeit) als ein vielversprechendes Material für die Verwendung in den höchstbelasteten Komponenten eines Fusionsreaktors. Aufgrund seiner inhärenten Sprödigkeit und dadurch fehlender Schadenstoleranz ist der Einsatz von W unterhalb der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (DBTT), jedoch nur begrenzt möglich. Die Einsatzbedingungen bei hohen Temperaturen und schnellen Neutronen führen während der Verwendung von W in einem Fusionsreaktor zu einer Verschlechterung der thermomechanischen Eigenschaften des Werkstoffes und zu einer Verschiebung der DBTT zu höheren Temperaturen, was ein bisher ungelöstes Problem darstellt. Aus diesem Grund wurde der Verbundwerkstoff wolframfaserverstärktes Wolfram ( $W_f/W$ ) entwickelt, welcher sich extrinsische zähigkeitssteigernde Mechanismen, wie sie bei keramikfaserverstärkten Keramiken bekannt sind, zunutze macht.

Dieser Werkstoff besteht aus kommerziellen Wolframfasern (Lampendraht), die mit einer Zwischenschicht beschichtet werden und von einer Wolframmatrix umgeben sind. Die Matrix kann entweder mittels Pulvermetallurgie oder, wie in der vorliegenden Arbeit mittels chemischer Gasphasenabscheidung (CVD) erzeugt werden. Der Standardprozess um größere Proben aus CVD- $W_f/W$  herzustellen besteht darin, eine W-Faservorform mit einer Zwischenschicht zu beschichten und diese dann lagenweise auf einem Heiztisch in CVD-W einwachsen zu lassen. An Modellsystemen, welche aus einer Faser, Zwischenschicht und Matrix bestehen, konnte bereits im Vorfeld eine signifikante Zähigkeitssteigerung im Vergleich zu konventionellem Wolfram gezeigt werden. Da sich dieser Werkstoff noch in einem sehr frühen Stadium der Entwicklung befindet, müssen die Herstellung und die Eigenschaften des Verbundwerkstoffes untersucht werden. Ein spezielles Augenmerk liegt hierbei darauf, das Verhalten der Zwischenschicht zwischen Faser und Matrix zu verstehen und diese gezielt weiterzuentwickeln, da sie das Materialverhalten signifikant prägt. Für die Herstellung einer neuen W-Faservorform wurden das Weben und die Garnherstellung verwendet. Um den Einfluss des Faserabstandes auf die Herstellung des Verbundwerkstoffes zu überprüfen, wurde ein dreilagiger Verbundwerkstoff aus verschiedenen Geweben hergestellt. Ab der Verwendung eines Faserabstandes von circa 200  $\mu\text{m}$  konnte eine annähernd dichte Matrix erzeugt werden. Zusätzlich wurde dieses Gewebe für eine kontinuierliche Herstellung im experimentellen Aufbau FRED (engl.: **F**or **r**otary **e**hanced **d**eposition) verwendet.

Bei der mechanischen Charakterisierung von  $W_f/W$  kamen zerstörende mechanische Tests bei Raumtemperatur und bei erhöhten Temperaturen bis zu 1000°C zum Einsatz. Gegenüber statischer und zyklischer Zugbelastung wurde eine hohe Schadenstoleranz des Werkstoffes festgestellt. Eine Erhöhung des Widerstandes gegen Risswachstum konnte mittels Dreipunktbiegeversuchen gezeigt werden. Außerdem konnte eine provisorische Bruchzähigkeit von 148 MPa  $\text{m}^{1/2}$  im Herstellungszustand berechnet werden. Bei der Untersuchung des Verhaltens des Werkstoffes zwischen -150°C und 1000°C mit Kerbschlagbiegeversuchen, war es möglich eine DBTT der Matrix bei 1000°C und der Faser von unter -50°C zu identifizieren. Für die Untersuchungen an den Zwischenschichten wurden Modellsysteme erstellt und als erste Testmethode der für  $W_f/W$  bekannte Push-out Test, bei dem die Faser aus der Matrix herausgerückt wird, verwendet. Darüber hinaus kam der für  $W_f/W$  neu entwickelte Pull-out Test, bei dem die Faser aus der Matrix herausgezogen wird, zur Anwendung. Es schließt sich ein Vergleich der mit den aus den Zugversuchen an  $W_f/W$  gewonnenen Zwischenschichteigenschaften an und die Verwendbarkeit der einzelnen Untersuchungsmethoden wird kritisch hinterfragt. Das Ende der Dissertation rundet ein Fazit über die gesamten Erkenntnisse samt dem Vorschlag zum Bau einer Komponente ab.



# Abstract

The ideal material for highly loaded areas in a future fusion device needs to combine properties such as low sputter yield, high melting point, high thermal conductivity and moderate activation. Tungsten (W), as a promising candidate for such structures has in addition also high strength and creep resistance at elevated temperatures. However, the inherent brittleness below the ductile-to-brittle transition temperature (DBTT) and the embrittlement during operation, e.g. by overheating and/or neutron irradiation are the main drawbacks for the use of pure tungsten. To overcome this limitation, tungsten fibre-reinforced tungsten composites ( $W_f/W$ ) were developed which utilize extrinsic mechanisms to improve the toughness similar to ceramic fibre-reinforced ceramics.

Within this composite material, high strength - even at elevated temperature - commercially available drawn W wire (lamp wire) is used as reinforcing fibre. Besides short fibre reinforced  $W_f/W$  produced with a powder metallurgical process, a promising production route for  $W_f/W$  reinforced with continuous fibres is a layered chemical vapour deposition (CVD) process. The layered CVD process is the standard process for the production of large unidirectional reinforced  $W_f/W$ . During that process a fibre preform is coated with an interlayer and layer wise ingrown into a CVD-W matrix. It has been demonstrated that  $W_f/W$  shows pseudo-ductile behavior already at room temperature. After proving that this idea works in principle the next step is the conceptual proof for the applicability in future fusion reactors. For the further development all constituents of the composite, which are fibre, matrix and interface, and all process steps need to be investigated.

For the manufacturing of a suitable tungsten fibre preform planar weavings and multifilamentary yarns were produced. With such different fabrics layered  $W_f/W$  with a density of over 99 % (fibre distance 200  $\mu\text{m}$ ) were produced which proves their applicability with respect to a composite material production processes. In addition, these fabrics were used in the continuous production routing FRED (**F**or **r**otary **e**nhanced **d**eposition).

For the characterization of this CVD long fibre-reinforced tungsten mechanical tests at room temperature and at elevated temperatures up to 1000°C were performed. The composite showed a high damage tolerance at displacement controlled tension test as well as at low cycle fatigue tension tests on as-fabricated samples. An enhanced fracture toughness and resistance against crack growth, compared to conventional tungsten, was shown in three-point-bending tests. A provisional fracture toughness of 148 MPa  $\text{m}^{1/2}$  could be calculated. Charpy impact tests were performed at a temperature range from -150°C up to 1000°C. The DBTT of the matrix was tested to be at 1000°C while the fibres showed ductility already at -50°C. Two interlayer materials were evaluated with push out and pull out tests on model system which consists of a single fibre which is coated with an interlayer and ingrown into a CVD tungsten matrix. In addition, the frictional shear stress on the inlayer was calculated out of the tension test results. This interlayer evaluation methods were compared and critically discusses for their applicability in the composite development process. A conclusion of the work follows at the end of the dissertation as suggestion for a production routine for a future fusion component with  $W_f/W$  is given.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Grundlegende Betrachtung von Wolfram und Faserverbundwerkstoffen</b>	<b>5</b>
2.1	Eigenschaften von Wolfram . . . . .	5
2.1.1	Mechanische Eigenschaften und Bruchverhalten von Wolfram . . . . .	6
2.1.2	Wolfram in der Fusion . . . . .	7
2.2	Verbundwerkstoffe . . . . .	8
2.2.1	Verbundwerkstoffe mit spröder Matrix . . . . .	8
2.2.2	Zugverhalten von Faserverbundwerkstoffen . . . . .	11
<b>3</b>	<b>Wolframfaserverstärktes Wolfram (<math>W_f/W</math>)</b>	<b>13</b>
3.1	Grundlegende Idee von $W_f/W$ . . . . .	13
3.2	Wolramfaser . . . . .	15
3.3	Zwischenschicht . . . . .	17
3.3.1	Zwischenschichtherstellungsmethode: Physikalische Gasphasenabscheidung	17
3.3.2	Zwischenschichteigenschaften . . . . .	18
3.4	Matrix . . . . .	19
3.4.1	Matrixherstellungsmethode: Chemische Gasphasenabscheidung . . . . .	19
3.4.2	Matrixeigenschaften . . . . .	20
3.5	$W_f/W$ Herstellung - Lagenweiser Prozess . . . . .	20
3.6	Eigenschaften von $W_f/W$ . . . . .	24
<b>4</b>	<b>Textiltechniken für Wolframfasern</b>	<b>25</b>
4.1	Grundlagen der Gewebeerstellung . . . . .	25
4.2	Wolframgewebe . . . . .	27
4.3	Wolframgarn . . . . .	30
4.3.1	Grundlagen des Zugversuches . . . . .	31
4.3.2	Zugversuche an W-Garn . . . . .	32
4.4	Zusammenfassung und Diskussion der Textiltechniken für Wolframfasern . . . . .	34
<b>5</b>	<b>Funktionelle Faser-Matrix-Zwischenschicht</b>	<b>35</b>
5.1	Grundlagen der Zwischenschichtuntersuchungsmethoden . . . . .	35
5.1.1	Bestimmung mit Modellsystemen . . . . .	35
5.1.2	Bestimmung am Verbundwerkstoff . . . . .	39
5.2	Zwischenschichtuntersuchungen an $W_f/W$ . . . . .	41
5.2.1	Modellsysteme für $W_f/W$ . . . . .	41
5.2.1.1	Charakterisierung des Herstellungszustands der Zwischenschichten	41
5.2.1.2	Zwischenschichteigenschaften: Push-out Test . . . . .	42
5.2.1.3	Zwischenschichteigenschaften: Pull-out Test . . . . .	47
5.2.2	Zwischenschichteigenschaften: Verbundwerkstoff . . . . .	52
5.3	Zusammenfassung und Diskussion der Zwischenschichteigenschaften . . . . .	53

<b>6</b>	<b>Weiterentwicklung der Herstellung von <math>W_f/W</math></b>	<b>59</b>
6.1	Porositätsstudie an $W_f/W$ . . . . .	59
6.2	Kontinuierlicher $W_f/W$ Herstellungsprozess . . . . .	62
6.3	Zusammenfassung und Diskussion der Herstellung von $W_f/W$ . . . . .	66
6.3.1	Porositätsstudie . . . . .	66
6.3.2	Kontinuierliche Herstellung . . . . .	67
6.4	Entwicklungsempfehlung für die Herstellung . . . . .	69
<b>7</b>	<b>Mechanische Charakterisierung von <math>W_f/W</math></b>	<b>71</b>
7.1	Verwendete $W_f/W$ Proben für die mechanische Charakterisierung . . . . .	71
7.2	Zugversuche an $W_f/W$ . . . . .	72
7.3	Zyklische Zugversuche . . . . .	78
7.3.1	Grundlagen des zyklische Zugversuches . . . . .	78
7.3.2	Zyklische Zugversuche an $W_f/W$ . . . . .	78
7.4	Ermittlung der Bruchzähigkeit . . . . .	81
7.4.1	Grundlagen der Bruchmechanik . . . . .	81
7.4.2	Grundlagen des Dreipunktbiegeversuches . . . . .	82
7.4.3	Grundlagen der ASTM E399 . . . . .	83
7.4.4	Ermittlung der Bruchzähigkeit mittels ASTM E399 . . . . .	84
7.4.5	Grundlagen der ASTM E1820 (J-Integral) . . . . .	94
7.4.6	Ermittlung des J-Integrals mittels ASTM E1820 . . . . .	97
7.5	Kerbschlagbiegeversuch . . . . .	101
7.5.1	Grundlagen des Kerbschlagbiegeversuches . . . . .	101
7.5.2	Kerbschlagbiegeversuche an $W_f/W$ . . . . .	102
7.6	Zusammenfassung und Diskussion der mechanischen Charakterisierung . . . . .	107
7.6.1	Zugversuche . . . . .	107
7.6.2	Ermittlung der Bruchzähigkeit mittels ASTM E399 . . . . .	109
7.6.3	Ermittlung des J-Integrals mittels ASTM E1820 . . . . .	113
7.6.4	Kerbschlagbiegeversuche . . . . .	114
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung, Fazit und Ausblick</b>	<b>117</b>
8.1	Zusammenfassung . . . . .	117
8.1.1	Weiterentwicklung der Herstellung . . . . .	117
8.1.2	Zwischenschichtuntersuchungen . . . . .	118
8.1.3	Mechanische Charakterisierung . . . . .	118
8.2	Fazit . . . . .	119
8.3	Ausblick für $W_f/W$ . . . . .	120
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>121</b>
	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>133</b>
	<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>136</b>
	<b>Abkürzungen, Symbole und Indizierung</b>	<b>137</b>
<b>A</b>	<b>Anhang</b>	<b>141</b>
A.1	Vakuumdrehdurchführungen von FRED . . . . .	141
A.2	Zugaufnehmer . . . . .	143
A.3	Biegekurven der Proben zur $K_Q$ Ermittlung (ASTM E399) . . . . .	145
A.4	Herstellung der Modellsysteme . . . . .	146

A.5	Auswertung der Push- und Pull-Out Versuche . . . . .	148
-----	--	-----

# 1 Einleitung

Die technische Kernfusion wird als eine Energiequelle für die längerfristige Energieversorgung der Menschheit gesehen. Dies zu realisieren gilt aktuell als eines der ehrgeizigsten Forschungsprojekte. Bei der Kernfusion werden Atomkerne miteinander verschmolzen. Aus dieser Verschmelzung wird Energie als kinetische Energie der entstandenen Kerne oder als elektromagnetische Strahlung ( $\gamma$ -Strahlung) freigesetzt [1]. Die technisch wichtigste dieser Reaktionen verwendet die Wasserstoffisotope Deuterium ( $D=^2_1H$ ) und Tritium ( $T=^3_1H$ ) und wird als DT-Reaktion bezeichnet. Bei dieser Reaktion entsteht, wie in der Reaktionsgleichung 1.1 gezeigt, ein  $\alpha$ -Teilchen (Helium:  $^4_2He$ ) mit der kinetischen Energie von 3,517 MeV und ein Neutron mit der kinetischen Energie von 14,069 MeV.



Für die Realisierung dieser Reaktion werden die Wasserstoffisotope zunächst durch Erhitzen ionisiert, das heißt, die Atomkerne liegen von den Elektronenhüllen getrennt in einem Plasma (vierter Aggregatzustand) vor. Durch die hohen Temperaturen von mehreren hundert Millionen Grad (hohe Geschwindigkeit der Teilchen) werden die Abstoßungskräfte der Atomkerne überwunden und es kommt zur Fusionsreaktion. Voraussetzung für eine erfolgreiche Kernfusion ist der Einschluss der geladenen Teilchen, so dass sie bei Stößen keine Energie verlieren. Eine Methode zum Einschluss der geladenen Teilchen sind in sich geschlossene Magnetfelder, für die verschiedenen Konfigurationen erprobt werden. Die gebräuchlichsten Magnetfeldkonfigurationen sind der Tokamak und der Stellarator. In einem Tokamak wird das Plasma durch äußere und innere Magnetfelder in einem Torus eingeschlossen. Das innere Magnetfeld wird durch einen Stromfluss, welcher im Plasma induziert wird, erzeugt. Im Stellarator findet der magnetische Plasmaeinschluss allein durch äußere Magnetfelder statt. Da der Tokamak momentan der weiterentwickelte Reaktortyp ist, werden auch zukünftige Großexperimente (ITER) und voraussichtlich der erste Demonstrationsreaktor (DEMO) nach diesem Prinzip gebaut (ITER) und geplant (DEMO). In Abb. 1.1 a) ist der schematische Aufbau von ITER dargestellt.

Durch den magnetischen Einschluss wird die Interaktion des heißen Plasmas und des entstanden Heliums mit dem umliegenden Strukturmaterial minimiert, kann aber nicht komplett unterbunden werden. Dies liegt daran, dass die entstehenden Neutronen nicht dem magnetischen Einschluss unterliegen und die Fusionsasche, welche aus Verunreinigungen des Plasmas und fusioniertem Helium besteht, abgeführt werden muss. Der Abtransport der Fusionsasche geschieht über nach außen gerichtete Magnetfeldlinien, welche in den sogenannten Divertor geleitet werden. Dies resultiert in starken Partikel- und Wärmeflüssen, welche bis zu 20 MW/m<sup>2</sup> betragen können [2, 3, 4, 5]. In Abb. 1.1 b) ist der Divertor, welcher in ITER zum Einsatz kommen soll, dargestellt.

Da es sich beim Divertor um den höchstbelasteten Bereich des Fusionsreaktors handelt, benötigt man ein geeignetes Material, das solch hohen Partikel- und Wärmeflüssen standhält. Der Werkstoff, welcher in direktem Kontakt mit dem heißen Plasma steht, wird als Wandmaterial (engl.: plasma facing material (PFM)) bezeichnet.

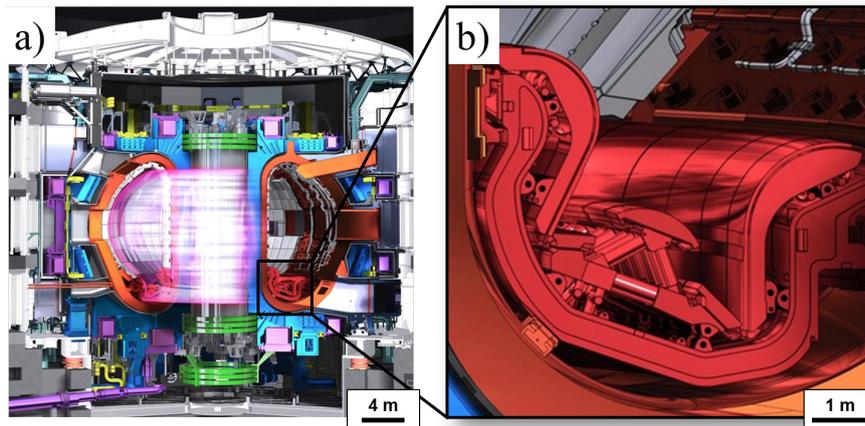


Abbildung 1.1: Darstellung von ITER (a)) und die Detailansicht des Divertors (b)). [6]

Wolfram (W) wird wegen der geringen Wasserstoffaufnahme (hierunter fällt auch das radioaktive Tritium), der hohen mechanischen Festigkeit auch bei hohen Temperaturen, der guten Wärmeleitfähigkeit, der niedrigen Erosionsrate und der moderaten Aktivierung durch Neutronen als erfolgversprechendes Wandmaterial angesehen [2, 3, 7]. Dieses Wandmaterial wird für die Verwendung im Divertor in einer plasmabelasteten Wandkomponente (engl.: plasma facing component (PFC)) verbaut. Diese Komponente kann zum einen aus einem Wolframblock mit Platz für die Kühlstruktur bestehen (Abb. 1.2 a)) und zum anderen kann ein Wolframblock auf eine Kühlstruktur gefügt werden (Abb. 1.2 b)). In beiden Fällen befindet sich W in direktem Kontakt mit dem Fusionsplasma und die Komponente wird mit Wasser gekühlt. Bei der für ITER entwickelten Komponente besteht die Kühlstruktur aus Kupfer-Chrom-Zirkon (CuCrZr) [8]. Diese sind hohen thermischen Belastungen ausgesetzt, die zu Spannungen führen. Die Spannungen entstehen dadurch, dass sich die Wärmeausdehnungskoeffizienten von Wolfram und CuCrZr unterscheiden und es einen starken Wärmegradient in der Komponente gibt. Für den Verbau in einer Komponente ist neben diesen Spannungen der Hauptnachteil, dass sich die optimalen Verwendungstemperaturen von W und CuCrZr nicht überschneiden (Abb. 1.3).

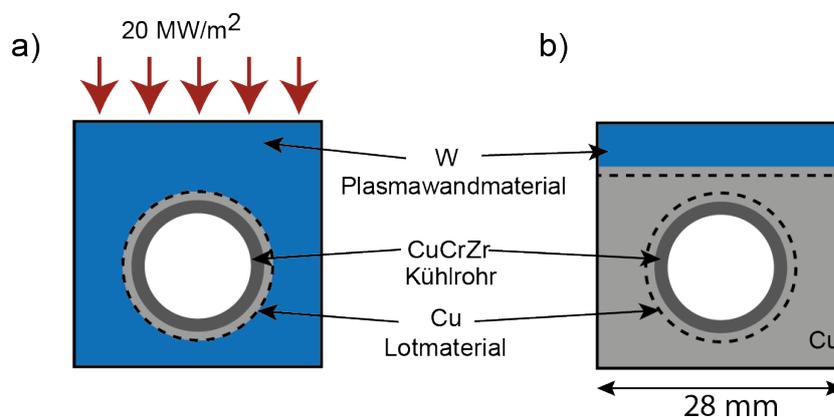


Abbildung 1.2: Schematischer Aufbau einer wassergekühlten Divertorkomponente.

Bei W ist die minimale Einsatztemperatur durch die inhärente Sprödigkeit unterhalb der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (engl.: ductile to brittle transition temperature (DBTT)) von bis zu 1000°C (siehe Kapitel 3.4, Kapitel 7.5.2) definiert. Darüber hinaus ist die maximale Einsatztemperatur durch die Rekristallisationstemperatur von 1300°C

begrenzt, oberhalb derer Kornwachstum einsetzt, was zur Degradation der mechanischen Eigenschaften führt, begrenzt (siehe Abb. 3.2) [7]. Auch der Neutronenbeschuss ruft Degradation durch Transmutation und Erzeugung von Gitterfehlern hervor. Dies verändert die thermophysikalischen und mechanischen Materialeigenschaften, was eine Versprödung und geringere Wärmeleitfähigkeit zur Folge haben kann [9, 10]. Die inhärente Sprödigkeit und der fehlende Widerstand gegen Versprödung durch Rekristallisation und Neutronenschäden bedingt ein schwer zu kalkulierendes Materialverhalten, was den Einsatzbereich stark limitiert. Des Weiteren ist ein katastrophales Materialversagen ohne Schadenstoleranz, bedingt durch die Sprödigkeit, nicht auszuschließen. Um die Eigenschaften von W im Hinblick auf Versprödung und Schadenstoleranz zu verbessern, konnten bisher intrinsische Methoden, wie etwa Kornfeinung oder Legieren, keine zufriedenstellenden Ergebnisse liefern. Der am Max-Planck-Institut für Plasmaphysik in Garching entwickelte wolframfaserverstärkte Wolframverbundwerkstoff [11, 12], kurz  $W_f/W$ , ist eine Möglichkeit, schadenstolerantes W herzustellen.

Für die Herstellung von  $W_f/W$  gibt es momentan zwei Möglichkeiten. Zum einen können Wolframkurzfasern mit pulvermetallurgischen Prozessen (z.B. heißisostatisches Pressen (HIP) oder feldunterstütztes Sintern (SPS)) [16, 17, 18] verarbeitet werden. Zum anderen können mittels chemischer Gasphasenabscheidung (engl.: chemical vapor deposition (CVD)) Wolframlangfasern in eine W-Matrix eingewachsen werden, um einen Verbundwerkstoff zu erzeugen (siehe Kapitel 3) [12, 19, 20, 21]. In der vorliegenden Arbeit wird CVD- $W_f/W$  mit unidirektional angeordneten Fasern hergestellt und untersucht.

In der Entwicklung des Verbundwerkstoffes wurden im ersten Schritt verschiedene Zwischenschichtmaterialien durch das Herausdrücken der Faser aus der Matrix (engl.: push-out test) untersucht [12]. Dies war notwendig, da das Verhalten der Zwischenschicht zwischen Faser und Matrix das Materialverhalten von Verbundwerkstoffen mit einer spröden Matrix signifikant prägt (siehe Kapitel 2.2.1) [13, 14, 15]. Anschließend wurden Proben mittels chemischer Gasphaseninfiltration (engl.: chemical vapor infiltration (CVI)) hergestellt und die mechanischen Eigenschaften an Kleinstproben getestet [11]. Hiermit wurde gezeigt, dass die extrinsische Zähigkeitssteigerung des Werkstoffes prinzipiell funktioniert. Momentan wird  $W_f/W$  nur im Labormaßstab in Kleinstmengen hergestellt.

Ein solcher Verbundwerkstoffes hat das Potential, den Temperaturbereich, in dem eine Komponente eingesetzt werden kann, zu vergrößern. Die optimalen Einsatztemperaturen der verwendeten Werkstoffe einer plasmabelasteten Wandkomponente und der potentiell nutzbare Temperaturbereich von  $W_f/W$  sind in Abb. 1.3 dargestellt. Bei CuCrZr ist die maximale Temperatur durch die Verschlechterung der Festigkeit bei hohen Temperaturen bedingt.

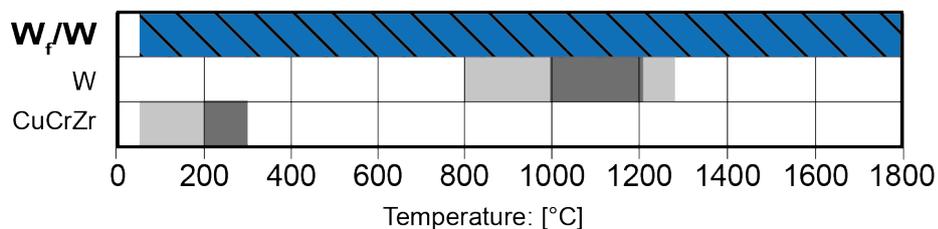


Abbildung 1.3: Mögliche Einsatztemperatur für  $W_f/W$  und aller Materialien, die in PFCs verwendet werden [21]. Die dunkleren Bereiche stellen die optimale Einsatztemperatur da, während die helleren Bereiche die maximal möglichen Temperaturbereiche repräsentieren. Die Daten für W basieren auf [22] und die Daten für CuCrZr sind aus [23] entnommen.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es  $W_f/W$  für den Einsatz in der Fusion weiter zu entwickeln und zu qualifizieren. Das Augenmerk liegt darauf, die Herstellung, insbesondere die Vorformherstellung und CVD Abscheidung, besser zu verstehen und einen kontinuierlichen Herstellungsprozess zu entwickeln. Darüber hinaus gilt es, den Werkstoff bezüglich der mechanischen Eigenschaften zu charakterisieren und die grundlegenden Mechanismen des Materialverhaltens zu isolieren und zu verstehen. Hierzu ist es nötig das Verhalten der einzelnen Bestandteile des Verbundwerkstoffes (Faser, Matrix und Zwischenschicht) zu untersuchen. Nur so ist es möglich, das Verhalten des Verbundwerkstoffes vorherzusagen.

Das **Ziel der Herstellung von  $W_f/W$**  ist eine dichte Matrix mit einer für die Herstellung optimierten Faservorform und für den Belastungsfall verbesserten Zwischenschicht. Für einen reproduzierbaren Herstellungsprozess muss eine **geeignete Vorform (Gewebe)** aus den momentan verwendeten W-Fasern ( $\text{Ø}150 \mu\text{m}$ ) erstellt werden. Des Weiteren besteht aufgrund der höheren mechanischen Festigkeit von dünneren Fasern ein Interesse daran, diese in  $W_f/W$  zu verwenden. Die Textiltechniken für Wolframfasern werden in Kapitel 4 vorgestellt.

Das Materialverhalten ist direkt von der **Interaktion der Zwischenschicht** mit der Faser und der Matrix abhängig. Die Zwischenschichteigenschaften können sowohl an gesonderten Experimenten, wie auch aus den Zugversuchen ermittelt werden. Um geometrische Limitationen des Verbundwerkstoffes zu umgehen und einen definierten Spannungszustand der Zwischenschicht zu erzeugen, werden zwei **Einzelfasertestmethoden (sog. Push-out und Pull-out Test)** verglichen. Diese Zwischenschichtuntersuchungsmethoden werden in Kapitel 5 mit dem Kompositverhalten in Zusammenhang gebracht und auf ihre Gültigkeit untersucht.

Ein weiterer kritischer Punkt bei der Herstellung des Werkstoffes ist es, eine **porenfreie Matrix** zu erzeugen. Dies führt zu besseren mechanischen und thermomechanischen Eigenschaften des Werkstoffes. Darüber hinaus wird eine **kontinuierliche Herstellung** von  $W_f/W$  angestrebt, da der momentane Standardprozess Verunreinigungen und Keimbildung mit Grenzflächenbildung begünstigt. Die Weiterentwicklung der Herstellung ist in Kapitel 6 dargestellt.

Das **Ziel der Charakterisierung** ist es, relevante Materialparameter für die Auslegung einer Komponente zu liefern.  $W_f/W$  ist in einer Komponente mehrachsigen Spannungszuständen ausgesetzt, welche mit der momentan zur Verfügung stehenden Materialmenge nicht reproduziert werden können. Aus diesem Grund müssen realitätsnahe Belastungen in mechanischen Versuchen nachgebildet werden. In der vorliegenden Arbeiten wurde zur mechanische Charakterisierung von  $W_f/W$  in Kapitel 7 der **Zugversuch**, der **zyklische Zugversuch**, der **Dreipunktbiegeversuchen** und der **Kerbschlagbiegeversuchen** verwendet.

Da bei der Weiterentwicklung von  $W_f/W$  die Herstellung, das Zwischenschichtverhalten und die mechanische Charakterisierung relevant sind, finden sich in jedem Kapitel die dazu nötigen Grundlagen. Dies wurde bewusst so gewählt, da zunächst jeder dieser Teilbereiche getrennt voneinander betrachtet werden kann. In Kapitel 8 wird der Einfluss der einzelnen Bestandteile auf das Verhalten von  $W_f/W$  bezogen und es wird ein Vorschlag zum Bau einer Komponente geben.

## 2 Grundlegende Betrachtung von Wolfram und Faserverbundwerkstoffen

Im folgenden Kapitel wird eine Übersicht über das Element Wolfram (W) gegeben. Der Fokus liegt hierbei auf den Eigenschaften, sowie dem Bruchverhalten von W und den Herausforderungen für den Einsatz als Fusionsreaktormaterial. Außerdem werden der Aufbau und die Besonderheiten von Faserverbundwerkstoffen erläutert.

### 2.1 Eigenschaften von Wolfram

Als Refraktärmetall besitzt Wolfram mit 3390-3423°C den höchsten Schmelzpunkt aller reinen Elemente. Es ist ein Übergangsmetall, welches im Periodensystem in der 6. Nebengruppe zur Chromgruppe zählt. Mit der Ordnungszahl 74 besitzt es als metallisches Wolfram eine kubisch-raumzentrierte (engl.: body-centered cubic (bcc)) Gitterstruktur. Wolfram wird z.B. aus Wolframit ((Mn, Fe)WO<sub>4</sub>) oder Scheelit (CaWO<sub>4</sub>) gewonnen. In Tab. 2.1 sind wichtige physikalische und mechanische Eigenschaften aus Lassner und Schubert [7] von Wolfram bei einer Temperatur von 25°C zusammengefasst.

Tabelle 2.1: Eigenschaften von polykristallinem Wolfram bei 25°C [7].

Schmelzpunkt	3390-3423°C
Dampfdruck (2000°C)	$8,15 \cdot 10^{-8}$ Pa
Festigkeit	580-3920 MPa
Dehnung	0,0-0,3 %
Elastizitätsmodul	390-410 GPa
Dichte	$\approx 19,25 \cdot 10^3$ kg/m <sup>3</sup>
Thermische Leitfähigkeit	175 W/(mK)
Thermischer Ausdehnungskoeffizient	$4,32-4,68 \cdot 10^{-6}$ 1/K
Poissonzahl	0,28-0,30

Im Rahmen dieser Arbeit wird der E-Modul von 406 GPa und die Poisson- oder Querkontraktionszahl von 0,28 verwendet. Eine ausführliche Beschreibung von Wolfram, dessen Gewinnung, Herstellung, industrielle Nutzung und Eigenschaften wird von Lassner und Schubert [7] sowie von Yih und Wang [24] geben.

## 2.1.1 Mechanische Eigenschaften und Bruchverhalten von Wolfram

W zeichnet sich durch eine hohe Festigkeit aus, welche durch die Reinheit und den Umformgrad beeinflusst wird. Je stärker Wolfram umgeformt worden ist und je niedriger die Umformtemperatur war, desto höher ist die Festigkeit [24]. Durch einen hohen Umformgrad wird durch die Kornfeinung ein extrem feines Korngefüge erzeugt. Ein weiterer Effekt bei der Umformung ist die Erhöhung der Korngrenzflächen, wodurch die Konzentration der Verunreinigungen an den Korngrenzen sinkt. Dies hat zur Folge, dass die Festigkeit der Korngrenzen steigt, da durch Prakash et al. [25] gezeigt werden konnte, dass Verunreinigungen an den Korngrenzen eine Schwächung von W zur Folge haben. Darüber hinaus wird die Bildung von Stufenversetzungen, welche leichter gleiten, gefördert [7]. Bei W findet die Rekristallisation ab einer Temperatur von circa 1300°C [7] statt. Diese Rekristallisation führt zu Kornwachstum und dadurch zur Veränderung des W-Gefüges. Rekristallisiertes Wolfram hat durch die Veränderung der Kornstruktur (Kornwachstum), die Erhöhung der Konzentration von Verunreinigungen an den Korngrenzen durch größere Körner mit weniger Korngrenzfläche und das Auflösen der Versetzungen, eine verringerte Festigkeit. Bis zum Überschreiten einer bestimmten Temperaturgrenze, der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (engl.: ductile to brittle transition temperature (DBTT)) bricht W, mit transgranularem Spaltbruch und intergranularem Korngrenzenversagen, spröde. Die DBTT von Wolfram kann durch Erhöhung der Reinheit [26] und höherem Umformgrad bei tieferen Temperaturen [7] gesenkt werden. Die DBTT von polykristallinem Wolfram liegt im allgemeinen deutlich oberhalb der Raumtemperatur (450°C bis 750°C). Sie kann aber in Spezialfällen, wie etwa bei dünnen Folien [27] oder Drähten [28], durch den hohen Umformgrad unterhalb der Raumtemperatur liegen. Die DBTT von rekristallisiertem Wolfram liegt bei einer Temperatur von etwa 800°C [29]. Die DBTT, ab welcher sich duktiler Bruchverhalten bei Wolfram zeigt, ist keine exakte Temperatur, sondern es handelt sich stets um einen Temperaturbereich [7].

Es besteht die Möglichkeit, die verfeinerte Kornstruktur durch Stabilisierung der Korngrenzen bis oberhalb der Rekristallisationstemperatur zu erhalten. Bei Wolframdrähten wird dieses Prinzip mit der Kaliumdotierung seit langer Zeit verwendet [30]. Das Wolframpulver wird vor dem Sintern mit Kalium-Aluminiumsilikat vermischt, welches während des Sinterns dissoziiert. Da Kalium in Wolfram keine Löslichkeit besitzt, entstehen Kaliumbläschen an den Korngrenzen, die die W-Körner und somit die Kornstruktur stabilisieren [31]. So wird das Kornwachstum erschwert. Dieses Verfahren ist, bedingt durch die notwendigen hohen Umformgrade, wie die Kornfeinung auch, auf kleine Werkstoffgeometrien wie etwa dünne Drähte und Folien begrenzt. Bei einem unzureichendem Umformgrad kann es bei größeren K-dotierten W-Werkstücken zu Zonen mit unterschiedlichem Kornwachstum während des Heizens kommen [32].

Das Verhalten von Wolframeinkristallen wird als Sonderform angesehen. Der Einkristall versagt bei Raumtemperatur duktil [7]. Dies wird dadurch erklärt, dass keine Korngrenzen vorliegen, welche das Materialversagen begünstigen. Darüber hinaus ist ein solcher Einkristall frei von Verunreinigungen.

Eine Möglichkeit zur Steigerung der Duktilität von Wolfram ist die Legierungsbildung, wobei Rhenium als einziges Element in Frage kommt [33, 34]. Rhenium wiederum ist aufgrund der hohen Kosten, der geringen weltweiten Verfügbarkeit und der hohen Aktivierung durch Neutronen nicht als Legierungselement in einem Fusionsreaktor einsetzbar [35, 36, 33].

## 2.1.2 Wolfram in der Fusion

Die Vor- und Nachteile von Wolfram für die Verwendung als Fusionswerkstoff sind in Tab. 2.2 dargestellt. Durch die Neutronenflüsse und die hohen Temperaturen, die in einer Fusionsanlage entstehen, verschlechtern sich die thermomechanischen Eigenschaften von W und die DBTT wird zu höheren Temperaturen verschoben [9, 37, 38]. Da Wolfram für die Anwendung in der Fusion in einer Komponente verbaut werden muss in der es zu hohen zyklischen thermomechanischen Spannungen kommt, kann Sprödigkeit zu katastrophalem Versagen führen [39]. Aus diesen Gründen kann W in einer Fusionreaktorkomponente nur unter ständiger Überwachung und vorsichtiger Handhabung eingesetzt werden, um ein Versagen der gesamten Komponente, was zur Beschädigung des Fusionsreaktors führt, zu unterbinden. Die schlechten mechanischen Eigenschaften unterhalb der DBTT müssen daher als extrem kritisch angesehen werden.

Tabelle 2.2: Vor- und Nachteile von Wolfram für die Nutzung als Werkstoff in der Fusion [7, 9, 37, 38, 40, 41, 42].

### Vorteile

---

- Hoher Schmelzpunkt
- Niedriger Dampfdruck
- Hohe Schwellenenergie für Zerstäubung
- Niedrige Zerstäubungsausbeute
- Hohe thermische Leitfähigkeit
- Niedriger Wärmeausdehnungskoeffizient
- Geringe Halbwertszeit nach Aktivierung
- Hochtemperaturfestigkeit
- Geringe Wasserstoffaufnahme

### Nachteile

---

- Potentielle Neutronenversprödung
- Sehr geringe Konzentration im Plasma zulässig
- Hohe Spröd-Duktil-Übergangstemperatur
- Hohe Wärmeausdehnungskoeffizientendifferenz zu Kupfer
- Starke Radioaktivität bei Aktivierung
- Kornwachstum und Rekristallisation bei hohen Temperaturen

## 2.2 Verbundwerkstoffe

Unter einem Verbundwerkstoff versteht man die Kombination zweier oder mehrerer Werkstoffe, bei dem eine Eigenschaft oder eine Eigenschaftskombination die der einzelnen Bestandteile übertrifft, und dadurch als neuer Werkstoff gilt. Ein Verbundwerkstoff, auch Komposit genannt, besteht im allgemeinen aus einer Matrix in welche die verstärkenden Komponenten eingebettet sind. Je nachdem aus welchem Material die Matrix besteht, werden die technischen Komposite in polymere Verbundwerkstoffe [43] (z.b. carbonfaserverstärkter Kunststoff (CFK), engl.: carbon-fiber-reinforced polymer (CFRP)), keramische Verbundwerkstoffe [44] (engl.: ceramic matrix composite (CMC)) und Metallmatrix-Verbundwerkstoffe [45] (engl.: metal matrix composite (MMC)) unterschieden. Neben dem Matrixmaterial werden die Verbundwerkstoffe auch durch die Art der verstärkenden Komponenten unterteilt. Es kann sich um Partikel oder Fasern handeln, welche in die Matrix eingebracht werden. Die Faserverstärkungen können in kurze oder lange Fasern unterteilt werden. Eine genaue Beschreibung der verschiedenen technischen Komposite liefern Chawla et al. [43, 44, 45] sehr detailliert.

CVD- $W_f/W$  ist ein langfaserverstärkter Verbundwerkstoff mit einer bei Raumtemperatur spröden Matrix. Deshalb wird im Folgenden nur auf diese sogenannten faserverstärkten Sprödmatrix-Verbundwerkstoffe (engl.: fibre-reinforced brittle matrix composites) [46] eingegangen. Bei einem solchen Werkstoff sind die Fasern mit einer Zwischenschicht (engl.: Interface) beschichtet und in eine spröde Matrix eingebettet. Die Besonderheiten eines solchen Verbundwerkstoffes, vor allem die der Zwischenschicht, wird in nachfolgenden Kapiteln erläutert.

### 2.2.1 Verbundwerkstoffe mit spröder Matrix

Bei einem Verbundwerkstoff mit einer spröden Matrix bietet die Matrix keinen Widerstand gegen Risswachstum. Den Widerstand gegen Risswachstum nennt man Zähigkeit. Bei der reinen Matrix würde eine Belastung über einen kritischen Wert der Rissinitiierung, wie bei  $W$ , immer zu einem Versagen führen. Dieses Versagen wird als katastrophal bezeichnet, da es ohne vorherige Anzeichen auftritt. Je höher die Zähigkeit eines Materials, umso höher ist die Energieaufnahme, bevor das Material versagt. Ein duktiler Werkstoff hat eine hohe Zähigkeit, da die Spannungsumverteilung durch die plastische Verformung des Materials viel Energie verbraucht. Die plastische Verformung ist eine intrinsische Charakteristik von Werkstoffen. Ein spröder Werkstoff hat nur eine geringe Zähigkeit, da dieser keine Energiedissipation durch plastische Verformung aufweist. Das Ziel bei der Entwicklung eines Verbundwerkstoffes mit spröder Matrix ist es die Zähigkeit des Werkstoffes zu steigern. In Kompositen mit spröder Matrix werden extrinsische Mechanismen (z.B. Herausziehen der gerissenen Faser, Rissüberbrückung durch die intakten Faser, Ablösen der Faser-Matrix Zwischenschicht etc.) zur Steigerung der Zähigkeit von keramischen Verbundwerkstoffen angewendet [47]. Diese Mechanismen finden hinter der Riss Spitze im Material statt. Unter den sogenannten extrinsischen Mechanismen versteht man die Einflüsse, welche von außen (Faser) auf die Matrix einwirken.

Verbundwerkstoffe mit spröder Matrix können in drei verschiedenen Materialklassen eingeteilt werden [15]. Material der Klasse I sind zähe oder „pseudo-duktil“ Verbundwerkstoffe. Ein theoretisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm ist in Abb. 2.1 a) dargestellt.

Diese Komposite zeigen ein lineares Verhalten bis zu einem ersten nichtlinearen Ereignis, zum Beispiel einem Matrixriss. Diesem folgt eine steigende Lastaufnahme, welche in der maximalen Spannung (engl.: ultimate tensile stress (UTS)) und dem Faserbündelversagen endet. Im Anschluss daran findet erst ein schneller, dann ein langsamerer Lastabfall statt. Solche Materialien zeigen während der steigenden Lastaufnahme multiples Matrixversagen, wenn die Bruchdehnung der Faser höher ist als die Bruchdehnung der Matrix [13]. Es gibt aber auch Verbundwerkstoffe, bei denen die Bruchdehnung der Faser niedriger ist als jene der Matrix. Bei solchen Verbundwerkstoffen tritt multiples Faserversagen auf [48]. Materialien der Klasse II weisen ein lineares Verhalten bis zur Maximallast auf. Bei weiterer Dehnung fällt die Last monoton ab. Eine schematische Spannungs-Dehnungs-Kurve eines solchen Werkstoffes ist in Abb. 2.1 b) abgebildet.

Verbundwerkstoffe der Klasse III verhalten sich bis zur Maximallast linear und versagen danach katastrophal. Sie weisen wenig bis keine Zähigkeitssteigerung auf. Ein Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines solchen Materials ist in Abb. 2.1 c) dargestellt [15]. Bei den Spannungs-Dehnungs-Kurven in Abb. 2.1 repräsentieren die Flächen unter den Kurven die Energien, welche durch die verschiedenen Mechanismen wie multiples Matrixversagen, Zwischenschichtablösung und Zwischenschichtreibung verbraucht werden.

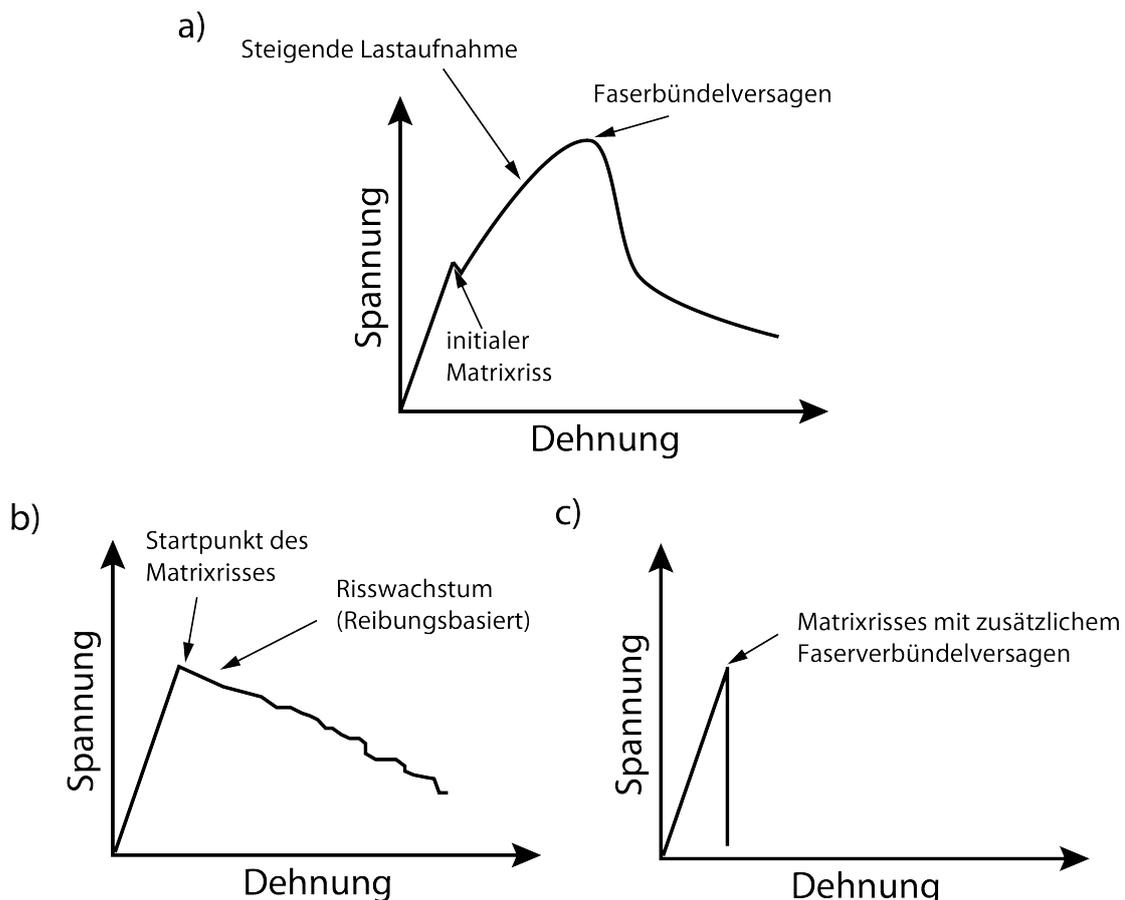


Abbildung 2.1: Spannungs-Dehnungs-Kurven, welche das Bruchverhalten von faser-verstärkten Sprödmatrix-Verbundwerkstoffen  
 a) Klasse I mit hoher Zähigkeit und „schwacher“ Zwischenschicht,  
 b) Klasse II mit niedriger Zähigkeit und „schwacher“ Zwischenschicht und  
 c) Klasse III mit katastrophalem Versagen und „starker“ Zwischenschicht nach [15].

Für die Zähigkeitssteigerung, die mit einem Komposit erreicht werden soll, ist das Verhalten der Zwischenschicht von entscheidender Bedeutung. Hierbei kann die Reaktion des Verbundwerkstoffes auf die auf ihn ausgeübte Belastung direkt mit den Zwischenschichtparametern in Zusammenhang gebracht werden. Klasse I und II Verbundwerkstoffe haben eine „schwache“ Zwischenschicht und das unterschiedliche Verhalten lässt sich primär durch die Haft- und Gleiteigenschaften der Zwischenschicht und die daraus resultierenden Auswirkungen auf das Faserversagen erklären. In einem Material der Klasse III ist die Faser-Matrix Zwischenschicht zu „stark“, wodurch es zu keinem Ablösen während des Matrixbruches kommt, weshalb der Bruch direkt durch die Fasern geleitet wird. Die Belastungen werden im Idealfall vor dem Ablösen elastisch über die Zwischenschicht übertragen. Nach dem Ablösen der Zwischenschicht werden die Kräfte rein durch Reibung übertragen. Im realen Verbundwerkstoff findet die Lastübertragung sowohl elastisch wie auch durch Reibung statt, da die Fasern teilweise abgelöst sind. Die Voraussetzung für eine Zähigkeitssteigerung ist also eine, im Verhältnis zur Faser, schwache Zwischenschicht, die ablösen kann. Gleichzeitig muss sie aber so stark sein, um einen Lasttransfer von der Matrix auf die Faser zu ermöglichen.

Das Ziel bei der Entwicklung eines Verbundwerkstoffes ist die Herstellung eines Materials der Klasse I, welches eine Zähigkeitssteigerung gegenüber dem Matrixmaterial aufweist. Die Zwischenschicht muss die Möglichkeit zum Ablösen bzw. zum Versagen haben, bevor die Faser versagt. Daher ist das Verhältnis

$$\mathcal{D} = \frac{\mathcal{G}_i}{\mathcal{G}_f} \quad (2.1)$$

von  $\mathcal{G}_i$ : Zwischenschichtbruchenergie zu  $\mathcal{G}_f$ : Faserbruchenergie für das Materialverhalten von Interesse. Dieses Verhältnis bestimmt auf Grundlage der von He und Hutchinson [49] geleisteten theoretischen und durch Evans et al. [14] experimentellen Studien, wie sich ein Riss in einem Verbundwerkstoff ausbreitet. Entweder findet bei einem Bruch der Matrix ein Ablösen der Zwischenschicht (Klasse I/II) statt oder aber der Bruch läuft durch die Zwischenschicht in die Faser (Klasse III). Eine Zwischenschichtablösung findet statt, wenn  $\mathcal{D}$  unterhalb eines kritischen Wertes  $\mathcal{D}_c$  liegt. Der kritische Wert ist von dem Materialparameter  $\alpha$  abhängig, welcher den Unterschied der Elastizitätsmodule der einzelnen Kompositbestandteile beschreibt, und vom Winkel zwischen Matrixriss und Zwischenschicht. Der Materialparameter  $\alpha$  ist folgendermaßen definiert:

$$\alpha = \frac{(E_f^* - E_m^*)}{(E_f^* + E_m^*)} \quad (2.2)$$

mit

$$E^* = \frac{E}{(1 - \nu)} \quad (2.3)$$

Der Index  $f$  repräsentiert die Faser, der Index  $m$  die Matrix,  $\nu$  ist die Poissonzahl und  $E$  ist der Elastizitätsmodul. In Abb. 2.2 ist die Abhängigkeit des kritischen Wertes  $\mathcal{D}_c(\alpha)$  nach He und Hutchinson [49] graphisch dargestellt. Für die Berechnungen wurde der Riss im Bezug zur Faser als klein angenommen und der Riss läuft senkrecht auf die Faser zu.

Bei identischem E-Modul von Faser und Matrix ( $\alpha = 0$ ) muss das Verhältnis  $\mathcal{D}$  kleiner 0,25 sein, um ein Ablösen der Zwischenschicht zu ermöglichen. Im Gegensatz dazu versagen Verbundwerkstoffe, welche diese Bedingung nicht erfüllen, katastrophal (Klasse III).

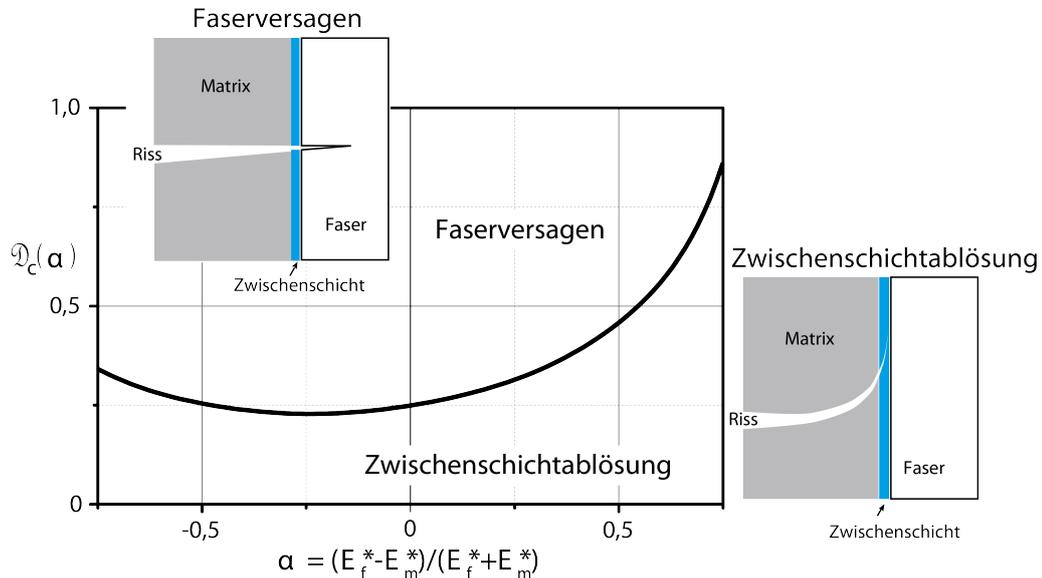


Abbildung 2.2: Kriterium, welches das Ablösen von Faser und Matrix erlaubt. Dies hängt vom Materialparameter  $\alpha$  und dem Verhältnis der Bruchenergie der Zwischenschicht ( $\mathcal{G}_i$ ) zur Bruchenergie der Faser ( $\mathcal{G}_f$ ) ab [49].

Daraus ergibt sich, dass die Zwischenschicht zwischen Faser und Matrix in einem Verbundwerkstoff mit spröder Matrix im Vergleich zur Faser eine niedrigere Bruchfestigkeit aufweisen muss.

## 2.2.2 Zugverhalten von Faserverbundwerkstoffen

In Kapitel 4.3.1 wird auf das Prinzip des uniaxialen Zugversuches eingegangen und in Abb. 4.11 ist die theoretische Spannungs-Dehnungs-Kurve eines duktilen Metalls ohne ausgeprägte Streckgrenze dargestellt. Da sich aber die Spannungs-Dehnungs-Kurve eines faserverstärkten Sprödmatrix-Verbundwerkstoffes deutlich von der Spannungs-Dehnungs-Kurve eines duktilen Metalls unterscheidet, ist in Abb. 2.3 eine solche Kurve, mit den für  $W_f/W$  relevanten Bezeichnungen, schematisch dargestellt. Das Kompositverhalten wird in verschiedenen Bereichen der Kurve durch unterschiedliche Mechanismen dominiert. Zu Beginn des Zugversuches wird ein linear-elastisches Verhalten beobachtet. Hier kann der Elastizitätsmodul des Komposites ( $E_C$ ), eine Kombination aus dem Elastizitätsmodul der Faser und dem Elastizitätsmodul der Matrix, ermittelt werden [50]. Da sich ein sprödes Material nicht plastisch verformen lässt, kann für ein solches Material keine Dehngrenze angegeben werden. Beim Erreichen der maximalen Zugspannung ( $R_{mM}$ ) der Matrix bildet diese einen ersten Riss aus. Ab dem initialen Matrixriss ist das Kompositverhalten von den Eigenschaften der Faser, der Zwischenschicht und deren Wechselwirkung miteinander dominiert.

Dies führt in einem Material der Klasse I dazu, dass die Kurve ab dem initialen Matrixriss in einen nichtlinearen Bereich übergeht, in welchem multiples Matrixversagen auftritt. Das multiple Matrixversagen kann wie folgt beschrieben werden. Nach dem initialen Matrixriss

hat sich die Last in der Matrix zunächst relaxiert und die Gesamtlast wird von den Fasern getragen. Bei steigender Last auf den Verbundwerkstoff wird durch die Zwischenschicht die Last von den Fasern an die Matrix übertragen. In der Matrix baut sich erneut eine Spannung auf, bis die kritische Spannung der Matrix erreicht ist und diese erneut bricht. Somit ist die Spannung in der Matrix wieder relaxiert. Dies geschieht so lange, bis die maximale Zugkraft der Fasern erreicht ist und diese versagen. Darauf folgt Faserbündelversagen und der Bruch des Verbundwerkstoffes, da die Fasern zu diesem Zeitpunkt die komplette Last tragen.

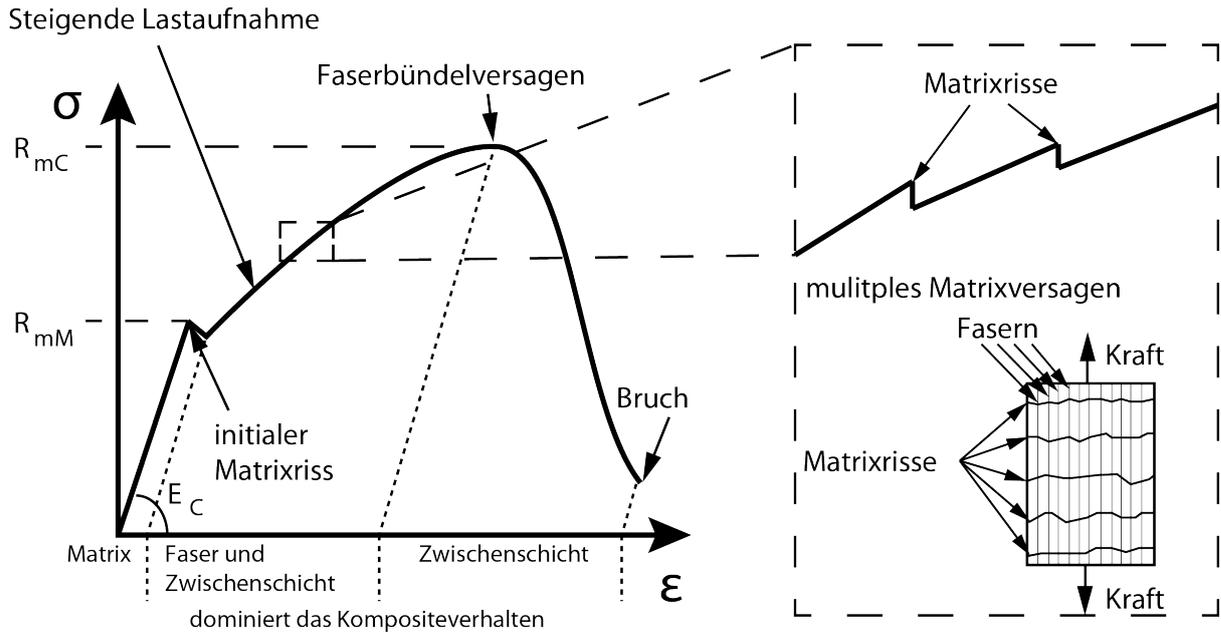


Abbildung 2.3: Theoretische Spannungs-Dehnungs-Kurve eines faserverstärkten Sprödmatrix-Verbundwerkstoffes und optimalen Versagensmechanismen (Klasse I) nach [44, 15].

Die Matrixrisse treten bedingt durch die Materialparameter der Matrix, Faser und Zwischenschicht in regelmäßigen Abständen auf [13, 51]. Die Gleiteigenschaft der Zwischenschicht bestimmt die Abstände zwischen den Rissen, da in der Nähe der Matrixrisse alle Fasern abgelöst sind [13]. Bei dem Punkt, an dem dieses Faserbündelversagen auftritt, wird die maximale Zugspannung des Verbundwerkstoffes ( $R_{mC}$ ) ermittelt. Beim Versagen des Verbundwerkstoffes werden die Fasern aus dem Verbundwerkstoff gezogen (engl.: fibre pull-out). Weil dafür auch Energie aufgebracht werden muss, zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurve keinen abrupten Spannungsabfall. Das Herausziehen der Faserenden aus der Matrix ist von der Gleiteigenschaft der Zwischenschicht bestimmt.

### 3 Wolframfaserverstärktes Wolfram ( $W_f/W$ )

Im folgenden Kapitel werden die mechanischen Eigenschaften von  $W_f/W$ , dessen Bestandteile und den Besonderheiten des Werkstoffes zu Beginn dieser Arbeit im März 2015 dargestellt. Des Weiteren werden die Herstellung und die Herausforderungen, welche bei der Weiterentwicklung von  $W_f/W$  zu betrachten sind, aufgezeigt.

#### 3.1 Grundlegende Idee von $W_f/W$

Da es sich bei  $W_f/W$  um einen Verbundwerkstoff mit einer spröden Matrix handelt, müssen die Voraussetzungen aus Kapitel 2.2.1 erfüllt sein, um einen zähen Werkstoff zu erzeugen. Es wurde mit dem Prinzip der extrinsischen Zähigkeitssteigerung analog zu keramischen Faserverbundwerkstoffen (CMC) [44] ein zäher Verbundwerkstoff entwickelt. Bei  $W_f/W$  wirken die in Abb. 3.1 dargestellt Mechanismen nach Riesch et al. [52].

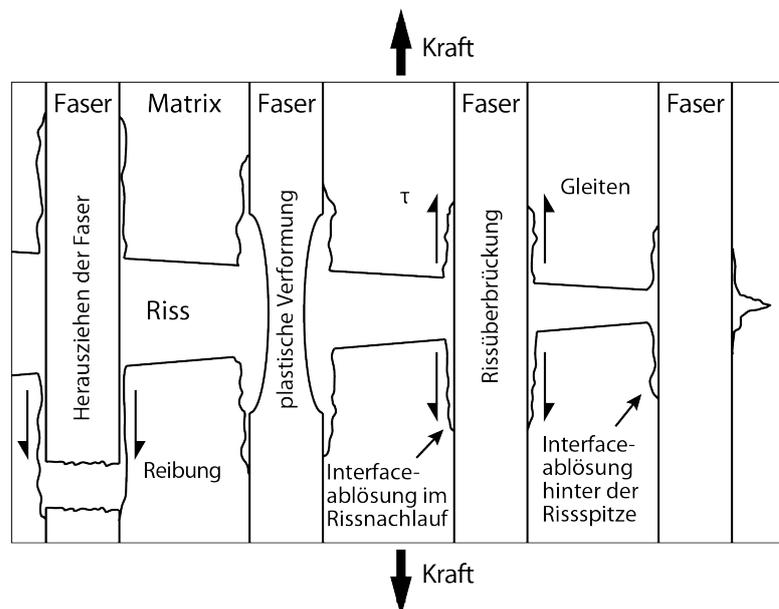


Abbildung 3.1: Extrinsische Mechanismen zur Steigerung der Zähigkeit in  $W_f/W$  [52].

Sobald die spröde W-Matrix einen Riss aufweist, wird im Rissnachlauf dank extrinsischer Mechanismen Energie aufgenommen, was die Risspitze am weiterwachsen hindert. Die Mechanismen, welche in  $W_f/W$  wirken, sind das Herausziehen der gerissenen Faser, die plastische Verformung der Faser, die Rissüberbrückung durch die noch intakte Faser und das Ablösen der Faser-Matrix Zwischenschicht [46, 53]. Die plastische Verformung der Faser ist hierbei als Sonderfall anzusehen, da hierfür der Verbundwerkstoff mit einer duktilen Faserverstärkung, wie etwa mit W-Fasern versehen sein muss [53, 54].

Für die Herstellung des Verbundwerkstoffes gibt es momentan zwei Möglichkeiten. Es können zum einen Wolframlangfasern mittels chemischer Gasphasenabscheidung (CVD)

in eine W-Matrix eingewachsen werden, um einen unidirektional (UD) verstärkten Verbundwerkstoff zu erzeugen [12, 19, 20, 21]. Zum anderen können mit pulvermetallurgischen Prozessen (z.B. heißisostatisches Pressen (HIP) oder feldunterstütztes Sintern (SPS)) Wolframkurzfasern zu quasi isotropem  $W_f/W$  verarbeitet werden [16, 17, 18]. Bei der Herstellung mit HIP und SPS wird der Werkstoff während des Herstellungsprozesses unter hohem Druck bis zu 200 MPa und hohen Temperaturen bis zu 1700°C zu dem Verbundwerkstoff gepresst [17]. Ein Großteil der W-Produkte wird pulvermetallurgisch hergestellt und es wird der Versuch unternommen diese Prozesse für  $W_f/W$  zu adaptieren. Im Gegensatz dazu findet die Herstellung mit CVD (Prozessgas:  $WF_6$ ) ohne aufgetragenen Druck und bei moderaten Temperaturen (300-800°C) statt [11]. Der W-CVD Prozess für Wolframdünnschichten ist gut untersucht, wohingegen bei der Herstellung von dicken Wolframschichten weniger Erfahrung vorliegt (siehe Kapitel 3.4.1).

Eine schematische Darstellung, des für die vorliegende Arbeit relevanten CVD- $W_f/W$  mit unidirektional angeordneten Fasern in einer CVD-Wolframmatrix, ist in Abb. 3.2 zu sehen. Zwischen den Wolframfasern, mit einem Durchmesser von 150  $\mu\text{m}$ , und der Wolframmatrix befindet sich in diesem Werkstoff ein Zwischenschichtmaterial (engl.: interface). Dieses besteht z.B. aus einer Oxidkeramik und hat eine Dicke von 1 bis 2  $\mu\text{m}$ . Das Verhalten der Zwischenschicht zwischen Faser und Matrix prägt signifikant das Materialverhalten von Verbundwerkstoffen mit einer spröden Matrix und ist daher ein elementarer Bestandteil (siehe Kapitel 2.2.1) [13, 14, 15].

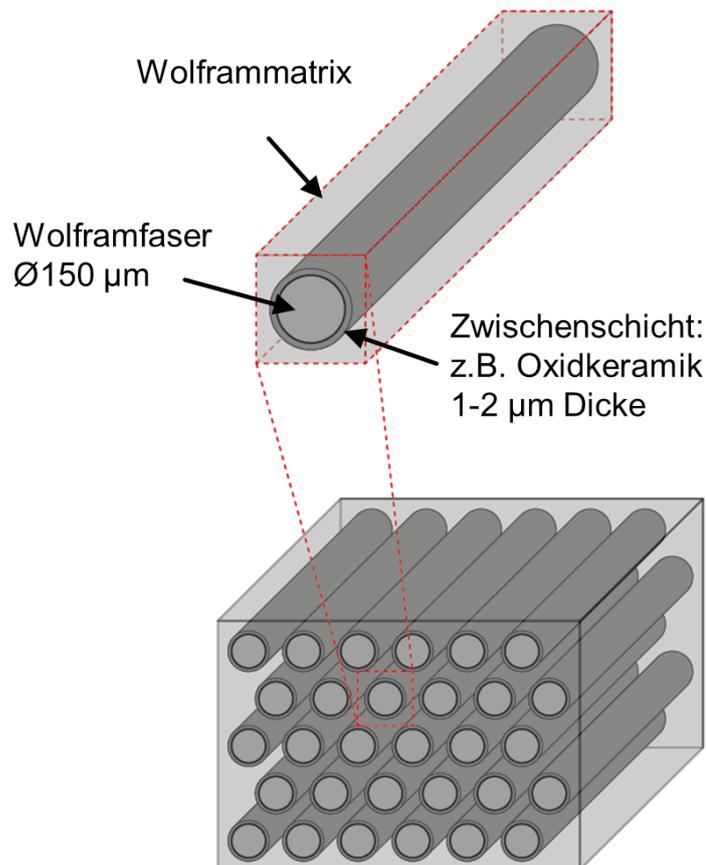


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung des für die vorliegende Arbeit relevanten  $W_f/W$  mit unidirektional angeordneten Fasern.

## 3.2 Wolframfaser

Als Verstärkungsfasern werden Wolframdrähte, welche in der gesamten Arbeit als Fasern bezeichnet werden, verwendet. Diese W-Fasern werden durch Warmdrahtziehen hergestellt [30] und sind kommerziell bis zu einem minimalen Durchmesser von  $16\ \mu\text{m}$  bei der OSRAM GmbH verfügbar. W-Fasern wurden für den Einsatz in Glühlampen entwickelt, bei welchem thermische und mikrostrukturelle Stabilität gefordert ist [7, 24]. Bei reinen W-Fasern kommt es aufgrund der hohen thermischen Belastung des Drahtes in der Glühlampe zu massivem Kornwachstum und daraus resultierend zu einem spröden Verhalten der Wolframfasern. Dies führte zu einer niedrigen Lebensdauer der Glühlampen. Durch die Dotierung der Fasern mit Kalium kann „nicht durchhängendes“ (engl.: non-sag) Wolfram als Glühdraht hergestellt werden [31]. Kalium sammelt sich während des Heizens des Wolframs an den Korngrenzen und es bilden sich dort einzelne Kaliumbläschen, welche die Korngrenzen fixieren (engl.: grain boundary pinning) und somit das Kornwachstum behindern. Durch das Umformen während des Drahtziehens haben diese Fasern eine feinkörnige, längliche Kornstruktur, welche in Abb. 3.3 dargestellt ist.

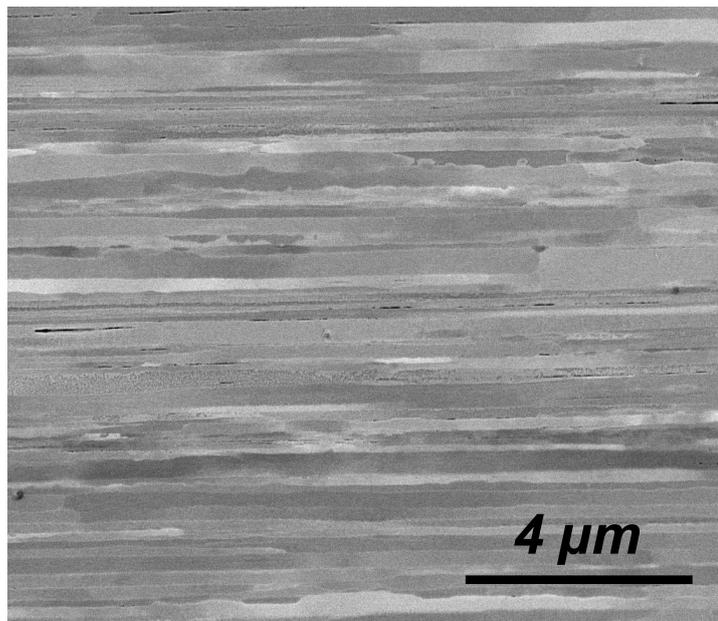


Abbildung 3.3: Die feinkörnige, längliche Kornstruktur einer K-dotierten W-Faser im Herstellungszustand ( $\text{Ø } 150\ \mu\text{m}$ ). Querschliff, mit einem REM (Z-Kontrast) aufgenommen [55].

Die W-Fasern haben eine hohe Festigkeit [56], Steifigkeit und im Gegensatz zu konventionellem Wolfram sind sie bereits bei Raumtemperatur duktil [28, 57]. Als Schlüsselparameter für dieses duktile Verhalten wurden die feinen und länglichen Körner (Abb. 3.3) identifiziert [28, 58]. Reine Wolframfasern verlieren durch massives Kornwachstum ihre Duktilität bei Raumtemperatur (RT) nach dem Heizen auf über  $1600^\circ\text{C}$  [58]. K-dotierte Fasern weisen nach dem Heizen auf  $1900^\circ\text{C}$  immer noch ein relativ feines Korngefüge und Duktilität bei RT auf [52]. Diese Kornstruktur wird bei dünneren Fasern immer feiner und der Zusammenhang zwischen Faserdurchmesser und Faserfestigkeit ist in Tab. 3.1 dargestellt.

Tabelle 3.1: Zugfestigkeitszusammenhang der Fasern mit dem Faserdurchmesser.

Durchmesser [ $\mu\text{m}$ ]	Festigkeit [MPa]
600	1765 [7]
150	2926 [58]
50	2935 [56]
20	3920 [7]
16	4500 [56]

Obwohl die Festigkeit bei kleineren Durchmessern steigt, zeigen die Zugkurven in Abb. 3.4 qualitativ ein vergleichbares Verhalten.

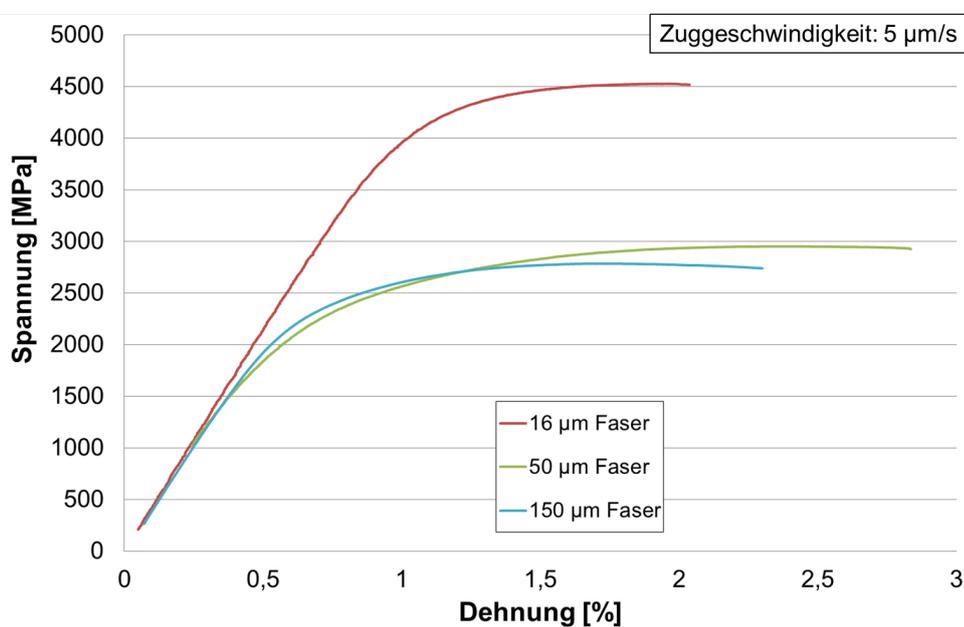


Abbildung 3.4: Zugkurven von K-dotierten Wolframfasern mit verschiedenen Durchmessern.

Wie in Abb. 3.4 gezeigt, erfolgt bei einem uniaxialen Zugversuch ein linear-elastischer Anstieg (Gleichmaßdehnung) gefolgt von einem Abknicken der Kurve, was in einem annähernd gleichbleibenden Spannungszustand (Plateau) mündet. Bei diesem Plateau findet die Kaltverfestigung (engl.: strain hardening) der W-Faser statt. Im Anschluss daran versagen die Fasern. Es ist anzumerken, dass der Zeitpunkt des Zwischenglühens während der Herstellung einen elementaren Einfluss auf die Kornstruktur (Korngröße) und somit auf die Festigkeit hat [59].

Eine weitere Charakteristik des Verhaltens von W-Fasern ist das Einschnüren der Faser vor dem Bruch. Hierbei findet eine Durchmesserreduktion der Faser statt und auf der gebrochenen Faseroberfläche bildet sich eine Messerschneidenstruktur (engl.: knife edge structure) aus. Eine gebrochene K-dotierte W-Faser mit reduziertem Durchmesser ist in Abb. 3.5 a) dargestellt. Die Messerschneidenstruktur, die sich bei den Körnern in der Bruchstelle ausbildet, ist in einer Detailansicht in Abb. 3.5 b) abgebildet. Diese Messerschneidenstruktur ist dadurch gekennzeichnet, dass sich die W-Körner zu einer Linie verjüngen und dann versagen.

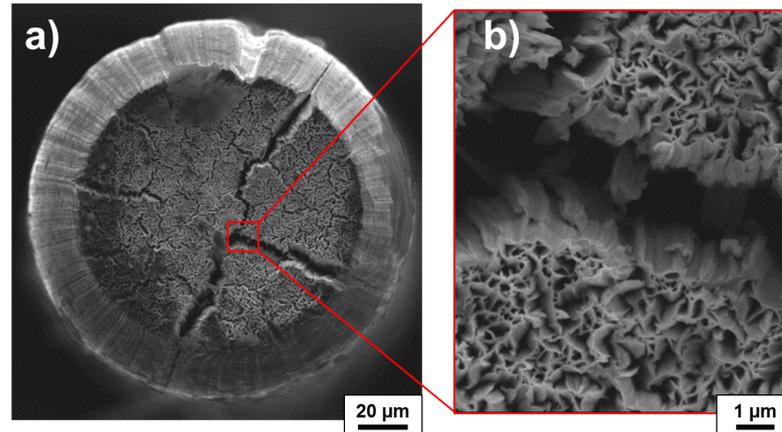


Abbildung 3.5: Bruchfläche einer K-dotierten W-Faser ( $\varnothing$  150  $\mu\text{m}$ ) [52].

Um sich die guten Eigenschaften der dünneren Fasern zu Nutze zu machen wird in Kapitel 4.3 ein W-Garn aus 16  $\mu\text{m}$  dicken Einzelfasern hergestellt.

## 3.3 Zwischenschicht

### 3.3.1 Zwischenschichtherstellungsmethode: Physikalische Gasphasenabscheidung

Unter dem Begriff der physikalischen Gasphasenabscheidung (engl.: physical vapor deposition (PVD)) sind verschiedene vakuumbasierte Beschichtungsverfahren zusammengefasst. Mit diesen Verfahren können hochreine dünne Schichten aus nahezu allen Materialien hergestellt werden [60]. Das Kathodenzerstäuben (engl.: sputtern) gehört zu dieser Gruppe der Beschichtungsverfahren. Es werden Gase mit Hilfe von hohen elektrischen Spannungen in den Plasmazustand überführt und dessen Ionen auf das Beschichtungsmaterial (engl.: targetmaterial) beschleunigt. Durch Impulsübertragung der Gasatome auf die Gitteratome der Beschichtungsmaterialoberfläche werden diese „herausgeschlagen“, die Kathode wird „zerstäubt“ [61]. Diese Atome scheiden sich auf dem Substrat und benachbarten Wänden als Schicht ab. Grundsätzlich kann je nachdem, wie das Plasma erzeugt wird, zwischen Gleichspannungs- (engl.: direct current (DC)) und Hochfrequenzkathodenzerstäubung (HF oder engl.: radio frequency (RF)) unterschieden werden [60, 62]. Für die RF Kathodenzerstäubung muss der Aufbau der Anlage komplexer sein als für die DC Anwendung.

Eine Weiterentwicklung dieser Methode ist die Magnetronzerstäubung (engl.: magnetron sputtering), bei der ein magnetisches und ein elektrisches Feld zum Einsatz kommen [63, 64, 65]. Durch die überlagerten Felder bewegen sich die Ladungsträger des Kathodenzerstäubungsgases (z.B. Argon), hervorgerufen durch die Lorentzkraft auf einer Schraubenlinie, um die magnetischen Feldlinien herum über dem Beschichtungsmaterial. Die höchste Ionisation findet an der Stelle mit der höchsten Elektronendichte statt [61]. Daraus resultiert ein erhöhter Materialabtrag an dieser Stelle, was zu sichtbaren Erosionsgräben auf dem Target führt. Der große Vorteil der Magnetronzerstäubung im Vergleich zu Kathodenzerstäubung ohne Magnetfeld ist, dass sich die Möglichkeit der Ionisierung durch Elektronen des Kathodenzerstäubungsgases durch einen längeren Einschluss in dem Magnetfeld erhöht. Dies führt dazu, dass sich um das Beschichtungsmaterial eine höhere Ionendichte

(aus dem Arbeitsgas). Dies wiederum resultiert in einem höheren Ionenbeschuss auf der Oberfläche des Beschichtungsmaterials und dadurch zu einer höheren Zerstäubungsrate. Dies hat eine höhere Abscheiderate auf dem Substrat zur Folge. Magnetronzerstäubungssysteme arbeiten, im Vergleich zu konventionellen Systemen durch die höhere Ionisierung, bei niedrigerem Druck (typisch 0,1 Pa im Vergleich zu 1 Pa) und bei geringerer Spannung (typisch 500 V im Vergleich zu 3 kV) [63]. Darüber hinaus ist mit Magnetronzerstäubungssystemen ein schnelleres Schichtwachstum möglich. Gerade die schnellere Abscheidung führt zu reineren Schichten, da weniger Verunreinigungen in die Schicht eingebaut werden können.

Zusätzlich kann für die reaktive Kathodenzerstäubung noch ein weiteres Gas in die Reaktionskammer eingeleitet werden [66]. So können zum Beispiel durch das Einleiten von Stickstoff Nitritschichten, oder durch das Einleiten von Sauerstoff Oxidschichten erzeugt werden. Hierbei kann das reaktive Gas mit den zerstäubten Teilchen zwischen Beschichtungsmaterial und Substrat oder auf der Oberfläche des Beschichtungsmaterials oder der Substratoberfläche reagieren. Mit der Variation des Partialdrucks des Reaktivgases kann die Stöchiometrie der entstehenden Schicht vom reinen Metall bis zur höchsten Reaktionsstufe eingestellt werden [61]. Da dieses Verfahren mit einem reagierenden Gas nicht eindeutig dem PVD oder CVD zugeordnet werden kann, spricht man von einem Hybridverfahren [65].

Die Vorteile der Magnetronzerstäubung sind die Abscheidung hochreiner Schichten, moderate Abscheidetemperaturen und die Abscheidung von Legierungen mit genau eingestellten Parametern (z.B. Härte) und Legierungselementen. Dies kann durch eine Abscheidung mit mehreren Beschichtungsmaterialien realisiert werden. Zu den Nachteilen zählen die hohen Anforderungen an das Vakuum und die niedrigen Beschichtungsraten im Vergleich z.B. zur chemischen Gasphasenabscheidung. Darüber hinaus besteht bei der Abscheidung mit niedrigem Druck die Notwendigkeit einer Sichtlinie zwischen Beschichtungsmaterial und Substrat, wodurch die Beschichtung von komplexen Geometrien erschwert wird. [67, 68]

### 3.3.2 Zwischenschichteigenschaften

Die bisherigen Zwischenschichten, welche bei  $W_f/W$  verwendet wurden, sind mit PVD hergestellt worden. Du et al. [12, 69, 70, 71] untersuchten das Verhalten verschiedener Zwischenschichtmaterialien (z.B. Zirkonoxid ( $ZrO_2$ ), Erbiumoxid ( $Er_2O_3$ ), Kupfer (Cu), Kohlenstoff (C)) und Mehrschichtsystem (z.B.  $Er_2O_3$ -W, Cu-W) in verschiedenen Dicken (150-1000  $\mu m$ ) mithilfe eines Faserherausdrückversuches (engl.: fibre push-out test). Für diesen Versuch wird eine Faser mit einer Zwischenschicht und einer CVD-W Matrix beschichtet. Im Anschluss wird eine dünne Probe hergestellt und die Faser aus der Matrix herausgerückt. Bei diesen Untersuchungen wurde festgestellt, dass alle getesteten Zwischenschichten für die Verwendung in  $W_f/W$  geeignet sind, da die Zwischenschichten ablösen und die geforderten Voraussetzungen in Kapitel 2.2.1 erfüllt sind. Bei diesen Tests zeigten alle Zwischenschichten ein sehr ähnliches Verhalten, was eventuell mit der Testmethode erklärt werden kann, bei der die Zwischenschicht und die Faser, durch den aufgebrachtten Druck elastisch gestaucht werden [72]. Dies führt zu einem zusätzlichen Druck auf die Zwischenschicht, wodurch die Ergebnisse verfälscht werden können. Aus diesem Grund ist es notwendig, die Testmethode kritisch zu hinterfragen und auf seine Tauglichkeit für  $W_f/W$  zu untersuchen. Aus diesem Grund werden in der vorliegenden Arbeit in Kapitel 5 zwei Zwischenschichten ( $Er_2O_3$  und  $Y_2O_3$ ) mit dem Push-out und Pull-out Test untersucht und

sowohl die Zwischenschichteigenschaften wie auch die Analysemethode verglichen.

## 3.4 Matrix

### 3.4.1 Matrixherstellungsmethode: Chemische Gasphasenabscheidung

Der Prozess der chemischen Abscheidung aus der Gasphase (engl.: chemical vapor deposition (CVD)) umfasst chemische Reaktionen, die durch Wärme, Plasma, Photonen und/oder Laser aktiviert werden. Für die vorliegende Arbeit ist der thermische CVD Prozess, der durch Wärme aktiviert wird von Interesse und wird in der gesamten Arbeit als CVD-Prozess bezeichnet. Der CVD-Prozess ist ein Verfahren, bei dem chemische Reaktionen (Reduktion, Oxidation, Pyrolyse usw.) in der Gasphase nahe oder auf dem Substrat bei erhöhter Temperatur (200-2000°C) und Druckverhältnissen von zumeist  $p \leq 1 \cdot 10^5$  Pa stattfinden. Dabei wächst ein Reaktionsprodukt als Schicht auf einem Substrat auf [61]. Das Gas, das für die Reaktion verwendet wird, bezeichnet man als Reaktionsgas (engl.: precursor).

Der CVD-Prozess zur Herstellung von dünnen Schichten aus Wolfram wurde in der Halbleiterindustrie, welche diese als Leiterbahnen nutzt, umfassend untersucht [73, 74]. Dort wird Wolfram auch als Leiterbahn in Transistoren ab einer sehr hohen Anzahl an integrierten Schaltkreisen (engl.: very large-scale integration (VLSI)) seit den 1980er Jahren intensiv eingesetzt. Eine ausführliche Beschreibung des W-CVD-Prozesses findet sich bei Aspinall et al. [73], Pierson et al. [74] und Yan et al. [75]. Im Folgenden werden die wichtigsten Punkte dieses Prozesses zusammengefasst.

Wolfram kann aus diversen Reaktionsgasen (z.B.  $WF_6$ ,  $WCl_6$ ,  $WBr_6$  etc.) mittels CVD hergestellt werden [76]. Wolframhexafluorid ( $WF_6$ ) wird in der vorliegenden Arbeit als Reaktionsgas verwendet, da es viele Vorteile aufweist. Zum einen ist  $WF_6$  bei Raumtemperatur gasförmig und es kann bei moderaten Temperaturen von 500-600°C [77] eine nennenswerte Abscheiderate erzielt werden. Dies erleichtert den Aufbau der CVD-Anlage deutlich. Durch intensive Untersuchungen der chemischen Abscheidungsprozesse besteht ein gutes Prozessverständnis [78, 79, 80]. Außerdem erlaubt dieses Reaktionsgas die Herstellung von hochreinem Wolfram [81].

Bei der Reaktion wird das Reaktionsgas mit Wasserstoff reduziert und die Reaktion findet wie folgt statt:



Dieser CVD-Prozess wird üblicherweise bei Temperaturen zwischen 300-800°C durchgeführt und als eine heterogene Oberflächenreaktion bezeichnet [73, 74]. Das Reaktionsgas beginnt sich ab Temperaturen über 800°C bereits in der Gasphase zu zersetzen. Der Druck während der Abscheidung kann zwischen  $1 \cdot 10^2$  Pa und  $1 \cdot 10^5$  Pa variieren [74]. Die Reaktion ist endotherm, entropiegetrieben und hat bei 527°C ein  $\Delta G = -138,1$  KJ/mol [74]. Die meisten Studien sprechen von einer Aktivierungsenergie zwischen 64 kJ/mol und 73 kJ/mol [73, 82, 83, 84, 85].

Das so hergestellte Wolfram hat eine kolumnare Kornstruktur, bei der die Körner in Wachstumsrichtung orientiert sind [11, 82]. Murphy et al. [77] haben festgestellt, dass bei Wolfram, das bei Temperaturen zwischen 500-550°C auf einem Kupfersubstrat aufgewachsen

wurde, die Körner eine Länge zwischen 10-200  $\mu\text{m}$  und einen Durchmesser von circa 10  $\mu\text{m}$  haben. Des Weiteren führen niedrigere Abscheidetemperaturen generell zu einem feineren Korngefüge.

### 3.4.2 Matrixeigenschaften

CVD-W zeichnet sich durch eine hohe Festigkeit, aber auch durch ein extrem sprödes Versagen unterhalb der DBBT aus.

Murphy et al. [77] haben CVD-W hergestellt und eine Bruchzähigkeit zwischen 4-10 MPa  $\text{m}^{1/2}$  ermittelt und in 4-Punkt Biegeversuchen konnte bei Temperaturen bis 967°C keine duktile Verformung nachgewiesen werden. Es wurde vermutet, dass dies auf die Verunreinigung des CVD-W mit 10-100 ppm Fluor zurückzuführen ist [77]. Das Bruchverhalten war durch Korngrenzenversagen dominiert, welches sich durch Fluorverunreinigungen, die sich an den Korngrenzen sammeln, begründet wurde. Murphy et al. [77] vermuten, dass sich die Fluorkonzentration mit einer schnelleren Abscheidengeschwindigkeit erhöht.

Bryant et al. [78] haben mit der zusätzlichen Einleitung von Sauerstoff [86] CVD-W hergestellt und einen DBTT von 205-250°C bei einem Fluor Gehalt von 1-2 ppm und einem Sauerstoffgehalt von 5-20 ppm festgestellt.

Die Verunreinigungen könnten, wie von Lv et al. [81] gezeigt, durch veränderte Beschichtungsparameter, etwa das Abscheiden von W bei einem Druck von  $1 \cdot 10^5$  Pa, vermindert werden.

## 3.5 $W_f/W$ Herstellung - Lagenweiser Prozess

### Prinzip des lagenweisen Prozesses

In Abb. 3.6 ist das Prinzip des lagenweisen Prozesses dargestellt.

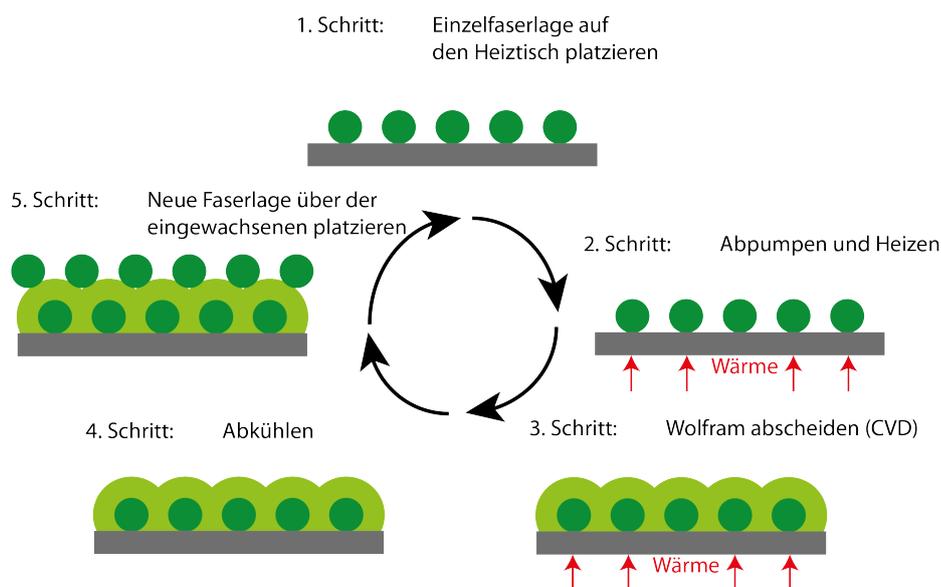


Abbildung 3.6: Schematische Darstellung der Lagenweisenherstellung von  $W_f/W$ .

Im ersten Schritt wird eine Einzelfaserlage auf einem Heiztisch platziert. Die Vakuum-

kammer der CVD Anlage wird danach geschlossen, mit dem Abpumpen begonnen und der Heiztisch geheizt. Im dritten Schritt wird  $WF_6$  über den Heiztisch geleitet, was zum Aufwachsen der W-Matrix um die Fasern führt. Anschließend muss das System abkühlen, bevor die Vakuumkammer geöffnet werden kann. Nach dem Abkühlen kann eine neue Faserlage auf der bereits eingewachsenen Fasern platziert werden. Danach kann der gesamte Prozess mit Schritt zwei erneut begonnen werden.

### Faservorform

Bei der Herstellung von  $W_f/W$  muss zuerst eine geeignete Faservorform, welche mit der Zwischenschicht und dann mit der Matrix beschichtet werden kann, hergestellt werden. In Abb. 3.7 ist der Ablauf der Faservorformherstellung dargestellt.

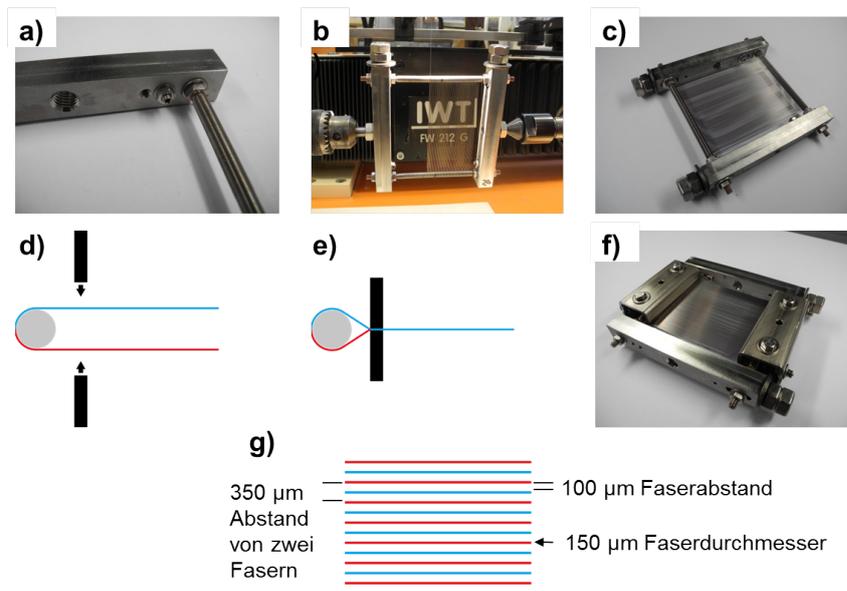


Abbildung 3.7: Herstellung der Faservorform für den Standard Herstellungsprozess von  $W_f/W$ .

- a) Rahmenausschnitt mit Feingewindestange,
- b) Rahmen beim Bespannen mit W-Fasern,
- c) bespannter Rahmen,
- d) Faserlagen auf dem Feingewinde vor dem Klemmen,
- e) Faserlage nach dem Klemmen,
- f) der fertige Rahmen und
- g) theoretischer Faserabstand.

Bei dem bisherigen Standardherstellungsprozess werden kommerziell erhältliche W-Fasern mit einem Durchmesser von  $150 \mu\text{m}$  verwendet. Bei der Herstellung werden die W-Fasern auf einen Rahmen gewickelt (Abb. 3.7 b)) und über ein Feingewinde (Abb. 3.7 a)) in ihrer Position geführt und gehalten (Abb. 3.7 c)) [21]. Nun sind wie in Abb. 3.7 d) zu sehen die Fasern oberhalb und unterhalb des Feingewindes in zwei Ebenen gespannt. Mit Klemmen werden diese in eine Ebene gezwungen (Abb. 3.7 e)) und der Faserabstand von  $100 \mu\text{m}$  (Abb. 3.7 g)) wird so fixiert. In Abb. 3.7 f) ist ein fertiger Rahmen mit aufgespannten und geklemmten Fasern abgebildet. Mit diesem Herstellungsprozess der Faservorform wird sichergestellt, dass sich alle Fasern mit einem definierten Abstand in einer Ebene befinden. Dies ist für die folgende CVD Beschichtung auf dem Heiztisch und das Beschichten von weiteren Lagen unerlässlich.

### Zwischenschicht

Vor der Matrixabscheidung wird die Einzelfaserlage mittels eines PVD Prozesses auf allen Oberflächen mit dem Zwischenschichtmaterial beschichtet. Die gleichmäßige PVD Beschichtung auf allen Seiten wird dadurch erreicht, dass die Faservorform in zwei Durchgängen von beiden Seiten beschichtet wird. Zwischen dem ersten und dem zweiten Durchgang wird die PVD Kammer geöffnet und der Rahmen gedreht. Es findet beim Beschichtungsprozess somit eine Prozessunterbrechung statt und die Beschichtung ist in zwei Einzelschritte aufgeteilt.

### Matrix

Nachdem die Zwischenschicht aufgebracht ist, wird der lagenweise CVD Prozess, wie in Abb. 3.6 dargestellt genutzt, um den Verbundwerkstoff herzustellen. Die Matrix wird einer speziell für die Herstellung von  $W_f/W$  ausgelegten Wolfram-Infiltrations-Maschine (WILMA) am Forschungszentrum Jülich hergestellt. Bei diesem Prozess wird zuerst die Einzelfaserlage auf einem Heitzisch in der Vakuumkammer platziert. Danach wird die Vakuumkammer geschlossen, auf 100 Pa abgepumpt und der Heitzisch aufgeheizt. Wenn die Oberflächentemperatur der Heizplatte  $620^\circ\text{C}$  beträgt, werden die Reaktionsgase  $\text{WF}_6$  und Wasserstoff ( $\text{H}_2$ ) in die Kammer eingeleitet und das CVD-W mit einer Dicke von  $100\text{-}120\ \mu\text{m}$ , bei  $1 \cdot 10^4\ \text{Pa}$ , aufgewachsen. Dies führt zu einer Einzellagendicke von  $250\text{-}270\ \mu\text{m}$  ( $150\ \mu\text{m}$  Faser +  $100\text{-}120\ \mu\text{m}$  CVD-W). Danach wird der Fluss der Reaktionsgase unterbrochen und die Kammer erneut abgepumpt. Haben alle Oberflächen eine Temperatur von unter  $200^\circ\text{C}$  erreicht, wird die Reaktionskammer geöffnet. Im Anschluss kann auf die eingewachsene Faserlage eine neue Einzelfaserlage platziert und der Prozess erneut begonnen werden.

Der Versuchsaufbau für den lagenweisen Prozesses ist in Abb. 3.8 abgebildet.

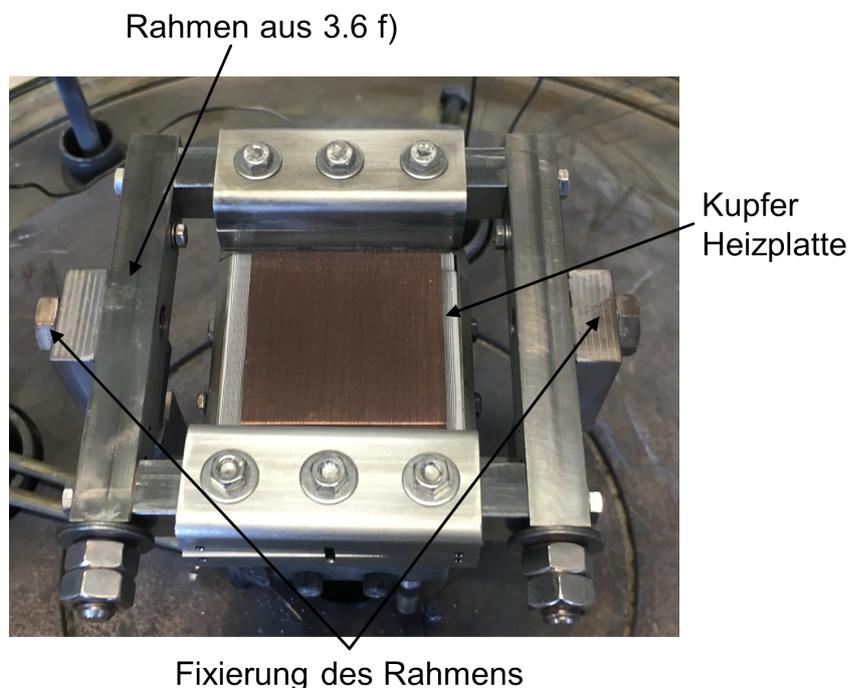


Abbildung 3.8: Beschichtungsaufbau für die lagenweise Beschichtung.

Es wird die geklemmte und PVD beschichtete Faservorform mittig auf dem Heitzisch platziert und beschichtet. Das W wird hierbei nur auf der beheizten Fläche der Vorform

abgeschieden. Im Anschluss werden die Fasern an den Rändern des Rahmens, wo sie nicht mit W beschichtet sind, vorsichtig mit einer Diamantschleifscheibe durchtrennt und der Rahmen wird demontiert. Anschließend wird der nächste Rahmen positioniert. Mit dieser Methode können Platten mit einer im Prinzip beliebigen Dicke hergestellt werden. Die Größe der Probe ist von der Größe des Heiztisches definiert.

In Abb. 3.9 ist die Mikrostruktur des lagenweisen hergestellten  $W_f/W$  abgebildet. Das CVD Wolfram ist sternförmig um die zu erkennenden W-Fasern aufgewachsen. Es haben sich drei verschiedene Wachstumszonen ausgebildet. Die mit 1 (siehe Abb. 3.9) markierte Zone stammt von der Beschichtung der unteren Lage. Beim Beschichten der zweiten Lage wächst das CVD-W sowohl auf der ersten Lage weiter (2a)), wie auch auf der Oberfläche der neu aufgelegten W-Fasern (2b)). Dies geschieht so lange bis die Wachstumsfronten zusammengewachsen sind und nur noch Zone 2b) an Dicke zunimmt. Die roten Linien in Abb. 3.9 markieren die verschiedenen Grenzflächen, welche beim Aufwachsen des W entstanden sind. Es wird vermutet, dass diese Grenzflächen Schwachstellen sind, an denen es frühzeitig zu einem Bruch der Matrix kommt. Die Grenzflächen entstehen dadurch, dass durch das Öffnen der Beschichtungskammer nach jeder Lage das Kornwachstum erneut beginnt. Das Öffnen der Beschichtungskammer ist aber notwendig, um eine weitere Lage zu positionieren. In Abb. 3.9 sind darüber hinaus auch Poren zwischen den Fasern zu erkennen, die entstehen können, wenn die Schicht 2b) zu schnell das Wachstum der Schicht 2a) unterbricht. Das Wachstum der W-Körner ist in Kapitel 6.3.2 im Detail dargestellt.

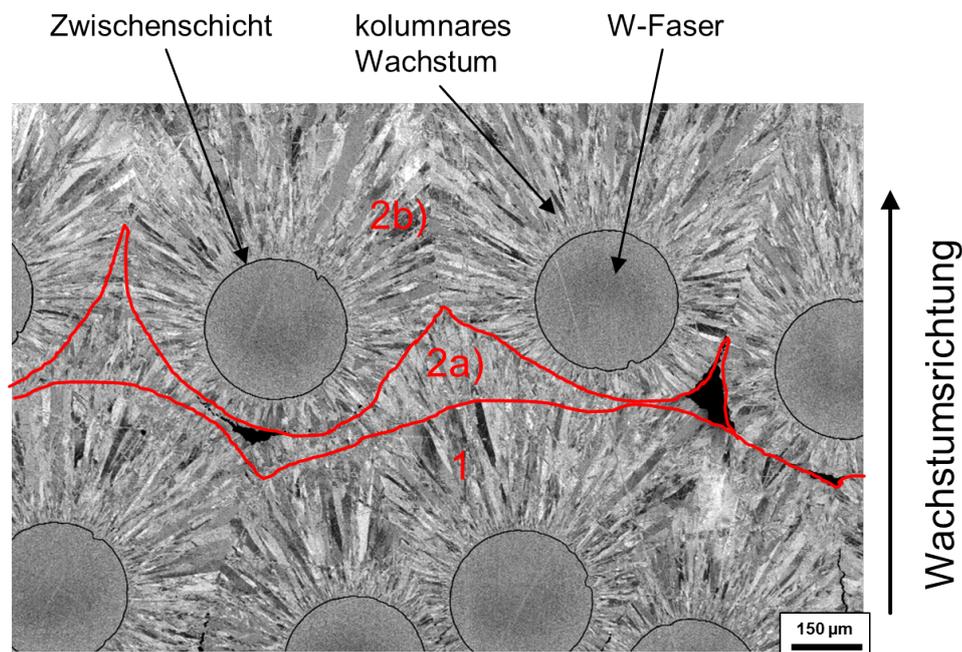


Abbildung 3.9: Kornstruktur von  $W_f/W$ .

Mit der lagenweisen Beschichtung und einem Faserabstand von circa  $100 \mu\text{m}$  war es möglich  $W_f/W$  mit einem Faservolumenanteil von circa 21 % und einer Dichte von 92,5 % herzustellen [21]. Die Dichte konnte nicht weiter erhöht werden, da der W-CVD Prozess eine heterogene Oberflächenreaktion (siehe Kapitel 3.4.1) ist, bei der W auf allen gleich warmen Oberflächen mit derselben Wachstumsrate aufwächst [11]. Dadurch verschließt sich der Gasweg zwischen den Fasern durch das aufwachsende W bei der momentanen Faserform, während die Bereiche unterhalb der Faser noch nicht vollständig mit W gefüllt sind. Dies führt zu den typischen dreieckigen Poren unterhalb der Fasern, die nicht füllbar

sind. Für die Weiterentwicklung des Werkstoffes ist es daher notwendig, die Grenzflächen als potentielle Schwachstellen zu vermeiden und eine porenfreie Matrix herzustellen.

### 3.6 Eigenschaften von $W_f/W$

Riesch et al. [87] führten am „European Synchrotron Radiation Facility (ESRF)“ Zugversuche an gekerbten Einzelfaser- $W_f/W$ -Proben mit  $WO_x$  Zwischenschicht durch. Bei diesen Versuchen konnte die Faserablösung und Einschnürung während der Belastung gezeigt werden. Des Weiteren wurde eine maximale Rissüberbrückung von  $90 \pm 2 \mu\text{m}$  beobachtet. Außerdem war es möglich die duktile Einschnürung der Faser im Herstellungszustand als Hauptmechanismus für die gesteigerte Energieaufnahme des Werkstoffes zu identifizieren und mit einem Wert von 3,42 mJ pro Faser zu berechnen. Im Anschluss an diese Versuche wurde für einen hypothetischen Faservolumenanteil von 30 % für  $W_f/W$  ein Bruchzähigkeitswert von  $151 \text{ MPa m}^{1/2}$  berechnet.

Darüber hinaus wurde durch Riesch et al. [19] ein Biegeversuch an einer Mehrfaserprobe, welche mit chemischen Gasphaseninfiltration hergestellt wurde, durchgeführt. Bei diesem Versuch dokumentierte man das stabile Risswachstum in-situ in einem Rasterelektronenmikroskop (REM) und die wirkenden Mechanismen wurden nachgewiesen. An einer nicht faserverstärkten CVD-W Probe wurde die Bruchzähigkeit (ASTM E399 [88]) der Matrix mit  $5,9 \text{ MPa m}^{1/2}$  bestimmt.

Die Durchführung der Dreipunktbiegeversuche an  $W_f/W$  und das Aufzeichnen des stabilen Risswachstums mit einem REM gelang Neu et al. [20]. Für dieses Material bestimmte man mit Hilfe der ASTM E399 [88] und der Risslängenmessung an der Oberfläche verschiedene vorläufige Bruchzähigkeiten ( $K_Q$ ). Zum einen verwendete man die initiale Kerbtiefe für die Berechnung des konservativen Wertes  $K_{Q_{Con}} = 30 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Zum anderen wurde die Risslänge, welche sich in dem Material ausbildet, mit  $1000 \mu\text{m}$  angenommen und ein  $K_{Q_{Cr}} = 124 \text{ MPa m}^{1/2}$  berechnet. Diese Werte sind signifikant höher als die Werte für reines CVD-W, welche zwischen  $4\text{-}10 \text{ MPa m}^{1/2}$  liegen [19, 77].

Bei Raumtemperatur führten Riesch et al. [21], an dem mit dem lagenweisen Prozess hergestelltem  $W_f/W$ , Kerbschlagbieversuche durch. Dabei stellten sie fest, dass trotz der hohen Belastungsgeschwindigkeit eines solchen Versuches annähernd alle Fasern duktil versagen. Darüber hinaus konnte eine erhöhte Kerbschlagenergie im Vergleich zu Wolfram gezeigt werden. Eine Begründung liegt in der plastischen Deformation der W-Fasern.

Da der Großteil der Untersuchungen an Modellsystemen mit nur einer Faser durchgeführt wurde, ist es notwendig, die mechanische Charakterisierung des Werkstoffes an größeren Mehrfaserproben durchzuführen. Die durchgeführten mechanischen Experimente und die Ergebnisse der Charakterisierung von  $W_f/W$  im Zuge der vorliegenden Arbeit werden in Kapitel 7 vorgestellt.

## 4 Textiltechniken für Wolframfasern

Im Folgenden werden die erstellten Gewebe- und das W-Garn vorgestellt und auf die für die Entwicklung von  $W_f/W$  wichtigen Eigenschaften untersucht. Eine genaue Beschreibung der für technische Textilien relevanten Techniken lässt sich in der Literatur [89, 90, 91] finden.

### 4.1 Grundlagen der Gewebeerstellung

Bei der Herstellung eines Gewebes werden mindestens zwei Fadensysteme, die sogenannten Kett- und die Schussfäden rechtwinklig miteinander verkreuzt. Hierbei laufen die Kettfäden in Fertigungsrichtung und der Schussfaden wird quer dazu eingebracht. Der Zusammenhalt des textilen Flächengebildes entsteht durch die Verkreuzung dieser beiden Fadensysteme. Der prinzipielle Aufbau einer sog. Schützenwebmaschine ist in Abb. 4.1 dargestellt.

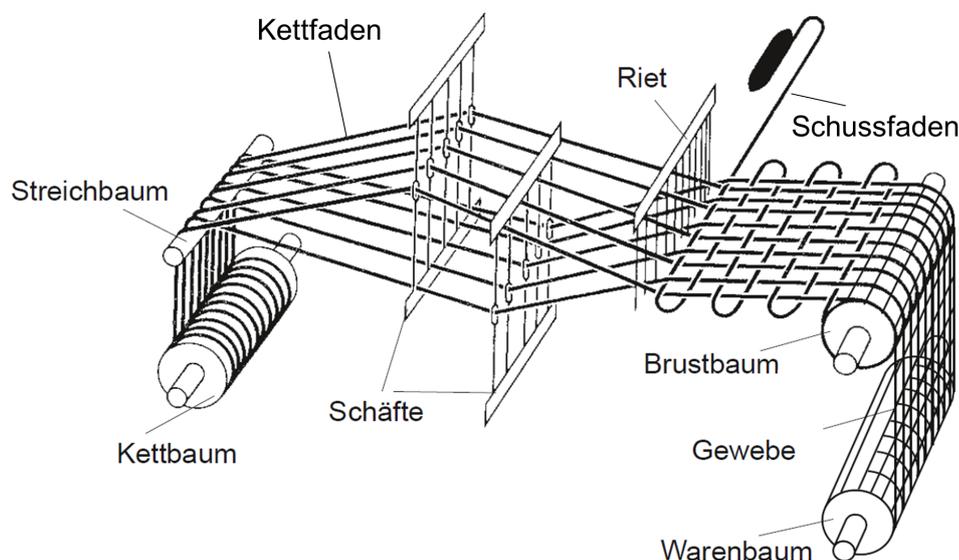


Abbildung 4.1: Prinzip einer Webmaschine, das sowohl für Handwebstühle als auch für moderne Webmaschinen gilt, am Beispiel einer Schützenwebmaschine [92].

Die Kettfäden können, wie in Abb. 4.1 dargestellt, von einem Kettbaum oder vom Gatter der Webmaschine zugeführt werden. Beim Kettbaum handelt es sich um eine vorkonfektionierte Kettfadenspeicherung, bei dem Fäden von gleicher Länge, Fadenspannung und Fadenabstand auf einer einzelnen Spule abgelegt werden. Diese stehen so für die weitere Verarbeitung definiert bereit. Beim Zuführen der Fäden von einem Gatter wird pro Faden eine Spule benötigt. Dadurch ist die Anzahl der Kettfäden durch die Kapazität des Spulengatters begrenzt [90]. Über den Streichbaum werden die Kettfäden umgelenkt, bevor sie einzeln in die Weblitze geführt werden. Die Weblitzen werden gruppenweise zu Schäften

zusammengefasst. Durch das Heben und Senken der Schäfte wird das Webfach geöffnet und der Fachwechsel vollzogen.

Das Riet oder Webblatt stellt die theoretische Kettfadendichte und damit den Abstand der Fäden im Gewebe ein. Der prinzipielle Aufbau eines Rietes mit den zugehörigen Bezeichnungen nach DIN ISO 366-2 [93] ist in Abb. 4.2 dargestellt. Die Blattzahndicke  $s$ , welche die Faserabstände definiert, wird im Weiteren als Teilung bezeichnet.

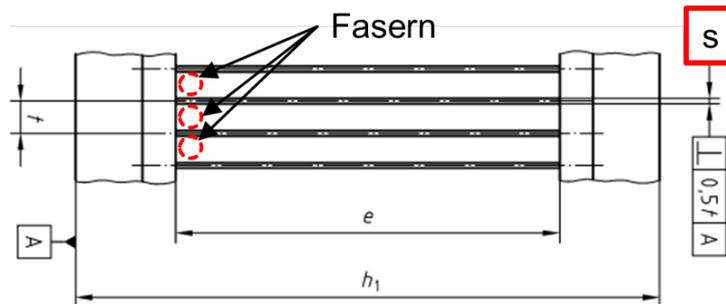


Abbildung 4.2: Prinzipskizze eines Rietes nach DIN ISO 366-2 [93]. Die Blattzahndicke  $s$  definiert die Faserabstände.

Durch die Vor- und Rückwärtsbewegung des Rietes wird der letzte Schuss an den Geweberand angeschlagen. Der Brustbaum und der Warenbaum sind für den Abzug des Gewebes zuständig. Auf dem Warenbaum wird das fertige Gewebe gelagert. Grundlegend lassen sich mit einer solchen Schützenwebmaschine alle Fäden, Fasern und Garne verweben. Hierzu zählen für die technischen Gewebe neben Kohlenstofffasern [94] und Keramikfasern [95] auch Metallfasern [96].

Als Bindung wird die Art und Weise bezeichnet wie sich die Kett- und Schussfasern kreuzen. Dies bestimmt die Eigenschaften des Gewebes wie etwa Festigkeit und Drapierbarkeit. In Abb. 4.3 ist die einfachste und am häufigsten eingesetzte Leinwandbindung zu sehen.

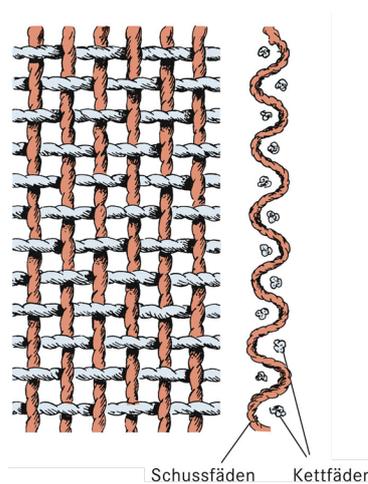


Abbildung 4.3: Schuss- und Kettfädenanordnung bei der Leinwandbindung nach [97].

Bei dieser Bindung liegt jeder Kettfaden abwechselnd über und unter einem Schussfaden und jeder Schussfaden liegt abwechselnd unter und über einem Kettfaden. Diese Bindung hat wegen der höchsten Verkreuzungsdichte die stärkste Fadenondulation. Dadurch, dass die Kettfasern nicht gestreckt vorliegen, kann die Faserfestigkeit nicht in alle Geweberichtungen voll ausgeschöpft werden [89].

## 4.2 Wolframgewebe

Die Anforderungen an eine Faservorform für  $W_f/W$  sind aus dem lagenweisen Herstellungsprozess (siehe Kapitel 3.5) gegeben und werden im Folgenden kurz zusammengefasst. Das  $W$  scheidet sich während des momentan genutzten CVD Prozesses auf allen gleich warmen Oberflächen mit derselben Wachstumsrate ab [11]. Somit können während der Herstellung Ungenauigkeiten wie Unebenheiten und ein zu kleiner Faserabstand zu einem frühzeitigem Verschließen des Gasflusses und somit zu Poren im Material führen. Es wird eine Verstärkung in nur eine Richtung also unidirektional (UD) angestrebt, um den Verbundwerkstoff besser untersuchen und weiterentwickeln zu können. Ein Gewebe mit ebenen unidirektional angeordneten Fasern mit einem definierten Faserabstand erfüllt alle Anforderungen an eine Faservorform für  $W_f/W$ .

Für die Herstellung von Geweben aus  $W$ -Fasern wurde eine Schützenwebmaschine von Mageba vom Typ SL 1/80 am Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen verwendet. Charakteristisch dafür ist das Weben von einem Gatter mit bis zu 240 Einzelspulen. Für die Kettfasern werden K-dotierte  $W$ -Faser mit einem Durchmesser von  $150\ \mu\text{m}$  verwendet. Als Schussfaser wurde eine K-dotierte  $50\ \mu\text{m}$   $W$ -Faser verwendet, da in Vorversuchen damit die besten Ergebnisse erzielt werden konnten.

Um ein geeignetes Gewebe für die Verwendung in  $W_f/W$  zu finden, wurden unterschiedliche Riete verwendet. Bei diesen Rieten wurde die geringste Teilung von  $0,1\ \text{mm}$  analog zum Faserabstand, welche mit dem gewickelten Rahmen (siehe Kapitel 3.5) hergestellt wurde, gewählt. Dabei erfolgt eine Erhöhung der Teilung in Schritten von  $0,03\text{-}0,05\ \text{mm}$  bis zur maximalen Teilung von  $0,27\ \text{mm}$ . Die Spezifikationen der verschiedenen Riete, mit welchen jeweils  $60\ \text{mm}$  breite Gewebe produziert wurden, ist in Tab. 4.1 dargestellt. Als Bindungsart für die Wolframgewebe wurde die Leinwandbindung gewählt.

Tabelle 4.1: Spezifikationen der verschiedenen Riete, welche für die Wolframgewebeherstellung genutzt wurden. Alle Riete hatten eine Breite von  $60\ \text{mm}$ .

Riet Nr.	Anzahl der Kettfasern ( $W$ -Fasern)	Gemessene Teilung $s$ der Riete [ $\mu\text{m}$ ]
1	240	100
2	200	130
3	170	180
4	150	220
5	133	270

Bei gegebener Rietbreite von  $60\ \text{mm}$  ergab sich bei größerer Teilung eine entsprechend niedrigere Kettfaseranzahl. Für die ersten Webversuche wurde die Schützenwebmaschine ohne besondere Anpassungen verwendet. Bei diesen Versuchen konnte festgestellt werden, dass eine Verarbeitung der  $W$ -Fasern prinzipiell möglich ist und somit das Weben für die  $W$ -Faservorformherstellung angewendet werden kann. In Abb. 4.4 ist der Standardabzug der Webmaschine zu sehen.

Bei der Untersuchung der Gewebe konnte beobachtet werden, dass sich die Schussfasern nicht um die Kettfasern biegen und es somit zu einer großen Gewebehöhe wie in Abb. 4.5 dargestellt kommt.

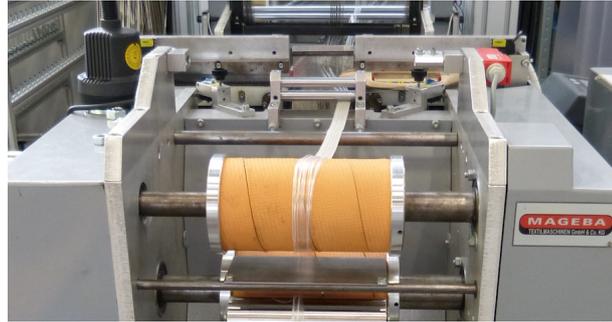


Abbildung 4.4: Standard Abzug der Webmaschine mit Brustbaum.

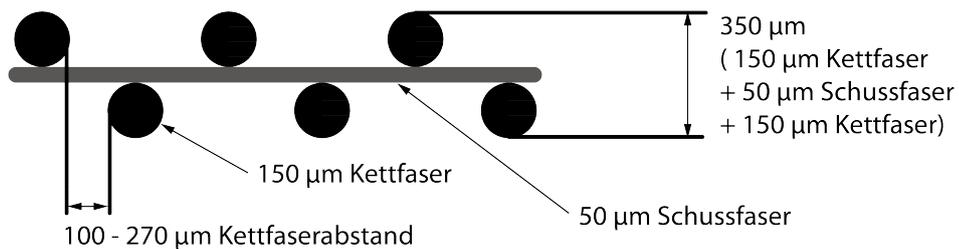


Abbildung 4.5: Schematische Darstellung der Wolframagebe mit den zugehörigen Kettfaserabständen ohne Anpassung an der Webmaschine.

Bei der Verwendung eines solchen Gewebes würde es während der W Beschichtung zu großen geblockten Bereichen unter den Fasern und dadurch zu Poren kommen.

Für die CVD Beschichtung mit W müssen die Kettfasern alle in einer Ebene liegen, um die gleichmäßige Beschichtung zu ermöglichen. Die Ondulation der Kettfasern muss durch die Biegung der Schussfasern um die Kettfasern minimiert werden. Dies führt außerdem dazu, dass die Kettfasern optimal unidirektional belastet werden, da sie gerade vorliegen. Das geforderte Gewebe ist in Abb. 4.6 dargestellt.

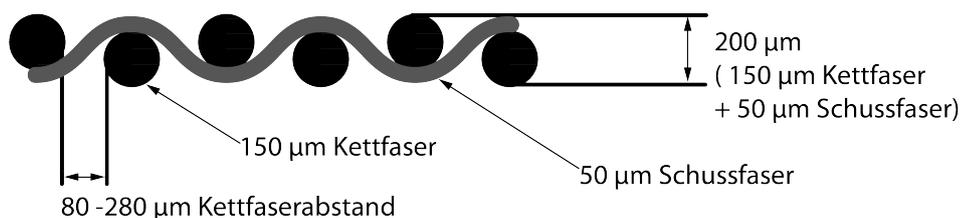


Abbildung 4.6: Schematische Darstellung eines optimalen Wolframagebes.

Durch das Anbringen einer Walze am Abzug (siehe Abb. 4.7) war es möglich, die Schussfasern um die Kettfasern zu biegen und damit ein solches Gewebe zu erzeugen. Mittels einstellbarer Federelemente wird die Walze auf das Gewebe aufgedrückt und die Schussfasern biegen sich um die Kettfasern. Der Antrieb der Oberwalze erfolgt passiv durch Reibung.

Es sind nur die Schussfasern gebogen und die Kettfasern liegen gerade ohne Ondulation vor. In Abb. 4.8 sind mikroskopische Aufnahmen der fünf hergestellten Gewebe zu sehen. Die gemessenen Kettfaserabstände sind im Vergleich zur Rietteilung etwas kleiner. Dies lässt sich dadurch erklären, dass die Gewebe durch die Schussfasern etwas nach innen gezogen werden. Die Schussfaser muss durch das Pressen und die daraus resultierende

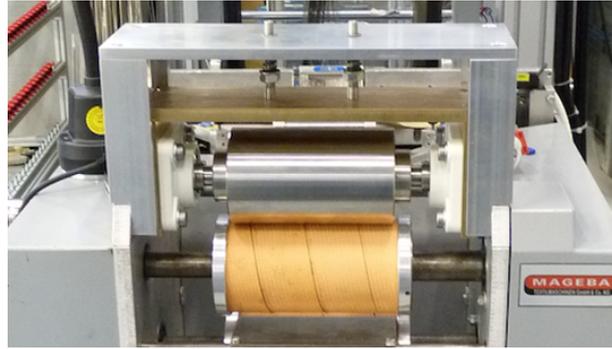


Abbildung 4.7: Abzug der Webmaschine, die mit einer zusätzlichen Walze zum Pressen des Gewebes modifiziert wurde.

Verbiegung einen längeren Weg bei gleicher Faserlänge zurücklegen. Dieser Effekt ist an den Rändern des Gewebes etwas stärker ausgeprägt als im Mittelteil.

Von jedem Gewebetyp wurden mit einer Gewebebreite von 60 mm jeweils 12 m hergestellt, die für CVD-Beschichtungsversuche (siehe Kapitel 6.1) verwendet wurden.

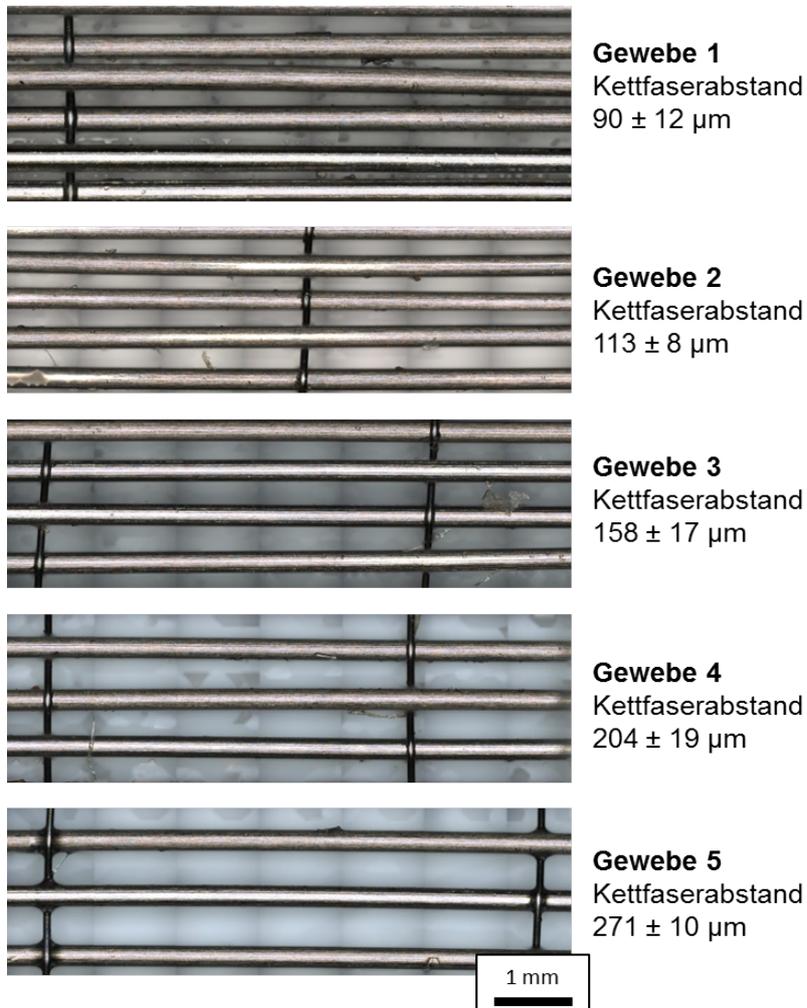


Abbildung 4.8: Hergestellte Wolframgewebe mit den zugehörigen gemessenen Kettfaserabständen.

### 4.3 Wolframgarn

Für das Herstellen eines stabilen Garns gibt es prinzipiell zwei Möglichkeiten. Die Einzelfasern können zu einem Garn verdreht oder zusätzlich mit einem weiteren Material umwickelt werden [90]. Aufgrund der hohen Steifigkeit von Wolframfasern tendieren Garne, die verdreht werden, dazu, sich im unbelasteten Zustand wieder zurückzudrehen und sich dadurch unkontrolliert zu verbiegen. Aus diesem Grund ist die Verwendung von einem verdrehten W-Garn in dem späteren Textilprozess nicht sinnvoll, da mit einem solchen Garn keine definierte Vorform erstellt werden kann, die den Anforderungen an Ebenheit und Faserabstand gerecht wird. Aus diesem Grund wurde auf das Prinzip der Umwicklung zurückgegriffen, um ein W-Garn herzustellen.

Wie in Kapitel 3.2 beschrieben, haben W-Fasern mit einem kleineren Durchmesser eine höhere Festigkeit. Außerdem haben diese eine geringere Biegesteifigkeit, welche die Handhabung vereinfacht. Aufgrund der geringen Maximallast, bei welcher diese dünnen Fasern reißen - für  $16\ \mu\text{m}$  sind das weniger als  $1\ \text{N}$  - sind sie nur unter großem Aufwand in einem automatisierten textilen Prozess verarbeitbar. Eine Möglichkeit diese Fasern trotzdem nutzen zu können, ist ihre Verwendung innerhalb eines Garnes. Der schematische Aufbau des exemplarisch hergestellten Garnes ist in Abb. 4.9 dargestellt.

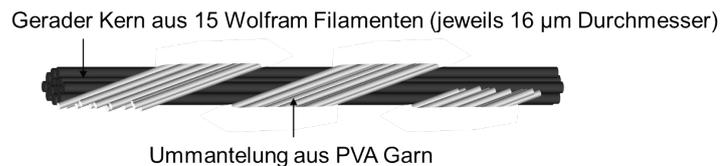


Abbildung 4.9: Schematische Darstellung eines umwickelten W-Garns, welches aus 15 W-Filamenten mit einem Durchmesser von  $16\ \mu\text{m}$  besteht. Dieses wurde mit einem Polyvenylalkohol (PVA) Garn umwunden.

Für das W-Garn, welches im Zuge dieser Arbeit hergestellt wurde, kam eine Umwindemaschine ESP2 der Firma Saurer AG, aus Watwill, in der Schweiz am Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen zum Einsatz. Diese Maschine erlaubt es, Einzelfasern in ein Streckwerk zu führen, in dem sie anschließend mit einem weiteren Garn umwickelt werden können. In dieser Arbeit wurden 15 W-Filamente mit  $16\ \mu\text{m}$  Durchmesser parallel in die Maschine eingeführt und mit einem Polyvenylalkohol (PVA) Garn (Solvron SF 110T/25F, NITIVY CO.,LTD, Tokyo) umwunden. Dieses PVA Garn ist wasserlöslich und kann für die spätere Verwendung entfernt werden. Es wurden 250 Verdrehungen des Garns pro Meter gewählt. Das Garn ist in Abb. 4.10 mit und ohne PVA Umwindung dargestellt.



Abbildung 4.10: W-Garn: 15 W-Fasern ( $16\ \mu\text{m}$  Durchmesser); Konfokales Laser-Scanning-Mikroskop Bilder  
a) umwickelt mit einem PVA Garn ( $\varnothing$  circa  $150\ \mu\text{m}$ ),  
b) ohne PVA Garn ( $\varnothing$  circa  $70\ \mu\text{m}$ ).

Das mit PVA umwundene Garn hat einen Durchmesser von circa  $150 \mu\text{m}$ . Ohne das PVA hat das Garn einen Durchmesser von ungefähr  $70 \mu\text{m}$ . Die Verdrehung des Garnes ist gut zu erkennen.

### 4.3.1 Grundlagen des Zugversuches

Zugversuche sind ein Standardprüfverfahren in der Werkstoffkunde, um mechanische Kennwerte eines Materials mittels zerstörender Prüfung zu ermitteln [98, 99]. Der Zugversuch eröffnet die Möglichkeit ein Material für eine spezielle Anwendung zu qualifizieren, die Qualität der Herstellung zu sichern oder das Materialverhalten für andere Belastungsfälle als dem einachsigen Spannungszustand vorherzusagen [100].

Bei einem Zugversuch werden laut Norm (DIN EN ISO 6892-1:2017-02 [101]) Proben, die sich in der Mitte auf einen konstanten definierten Querschnitt  $S_0$  verjüngen, vertikal ausgerichtet, in eine Universalprüfmaschine (UPM) eingespannt. Da man einen uniaxialen Spannungszustand untersuchen will, ist die exakte vertikale Ausrichtung der Probe unerlässlich. Ein Einspannpunkt ist ein Fixpunkt, während sich der zweite Einspannpunkt bewegen lässt. Durch die Bewegung des zweiten Einspannpunktes in Richtung der Probenachse wird eine Kraft auf die Probe aufgebracht und mit einer Kraftmessdose aufgezeichnet. Diese können mithilfe der Gl. 4.1 und der Ausgangsquerschnittsfläche  $S_0$  zu der im Material herrschenden Spannung  $\sigma$  umgerechnet werden [102, 103].

$$\sigma = \frac{F}{S_0} [MPa] \quad (4.1)$$

Ergänzend dazu wird die Längenänderung  $\Delta L$  während des Versuches gemessen. Zusammen mit der Ausgangsmesslänge  $L_0$  wird die Dehnung  $\epsilon$  nach Gl. 4.2 berechnet.  $\Delta L$  ist die Differenz der aktuellen Messlänge  $L$  zur Ausgangsmesslänge  $L_0$ .

$$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_0} [-] = \frac{L - L_0}{L_0} [-] \quad (4.2)$$

Durch Auftragen der Spannung über der Dehnung erhält man wie in Abb. 4.11 dargestellt eine Spannungs-Dehnungs-Kurve.

Der *Elastizitätsmodul* (*E-Modul*) eines Materials beschreibt das Verhalten des Materials im linear-elastischen Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve. Er ist der Widerstand eines Materials gegen die elastische Verformung und ist für jeden Werkstoff charakteristisch und konstant. Im linear-elastischen Bereich der Zugkurve gilt das *Hooke'sche* Gesetz, womit der E-Modul nach Gl. 4.3 berechnet werden kann.

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} [GPa] = \textit{konstant} \quad (4.3)$$

Die Streckgrenze eines Werkstoffes bezeichnet den Umschlagpunkt von linear-elastischer zu plastischer Verformung eines Werkstoffes. Bei Werkstoffen die eine Spannungs-Dehnungs-Kurve wie in Abb. 4.11 ohne ausgeprägte Streckgrenze aufweisen, ist es nicht möglich, den Umschlagpunkt von linear-elastischer zu plastischer Verformung exakt zu ermitteln.

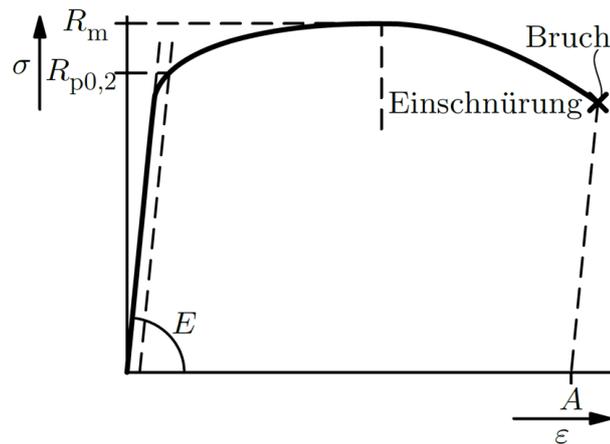


Abbildung 4.11: Theoretische Spannungs-Dehnungs-Kurve eines duktilen Metalls ohne ausgeprägt Streckgrenze [103].

Deshalb wird die *Dehngrenze* ( $R_{p0,2}$ ), ab der eine vorher definierte bleibende Dehnung von 0,2 % auftritt, verwendet.

Der Wert der *Zugfestigkeit* ( $R_m$ ) beschreibt die Maximallast, die das Material tolerieren kann. In diesem Punkt findet bei duktilen Werkstoffen die *Einschnürung* und dadurch eine Verringerung der Querschnittsfläche statt. Für die Berechnung dieses Wertes wird die maximale Kraft ( $F_{max}$ ) und die Ausgangsquerschnittsfläche ( $S_0$ ), wie in Gl. 4.4, dargestellt verwendet.

$$R_m = \frac{F_{max}}{S_0} [MPa] \quad (4.4)$$

Am Ende des Versuches erfolgt der Bruch der Zugprobe. Bei diesem Punkt kann die plastische *Bruchdehnung* ( $A$ ) des Materials ermittelt werden. Dies ist in Abb. 4.11 mit einer gestrichelten Linie dargestellt und beschreibt den gesamten plastischen Anteil, abzüglich des elastischen Anteils, der Probe. An der Zugprobe kann die Brucheinschnürung ermittelt werden, welche als Maß der Duktilität eines Materials gilt.

### 4.3.2 Zugversuche an W-Garn

Zugversuche folgten nach Auflösen des PVA. Hierbei wurde eine maximale Zugkraft von  $14,07 \pm 0,13$  N ermittelt (Mittelwert von 13 Zugversuchen mit Standardabweichung). Dabei wurde aus der Zugkraft die Zugspannung mittels der Fläche aller 15 W-Einzelfasern berechnet. Der Wert der maximalen Zugspannung ergibt sich somit zu  $4666 \pm 42$  MPa. Während der weggesteuerten Zugversuche wurde die Dehnung mit einem Videosystem kontaktlos gemessen. In Abb. 4.12 ist eine repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurve des W-Garns im Vergleich zu drei Einzelfasern mit unterschiedlichen Durchmessern (siehe auch Abb. 3.4 in Kapitel 3.2) abgebildet. Der Fehler beträgt hierbei für die Kraftmessung 0,1 % und für die Dehnungsmessung 5,5 %.

Beim Garn ist anfänglich ein ähnliches lineares Belastungsverhalten, gefolgt von einem Spannungsplateau wie bei den Einzelfasern zu erkennen. Bei den W-Garnen wird dieses Plateau von einem stufenweisen Lastabfall gefolgt. Des Weiteren ist die Zugspannung für

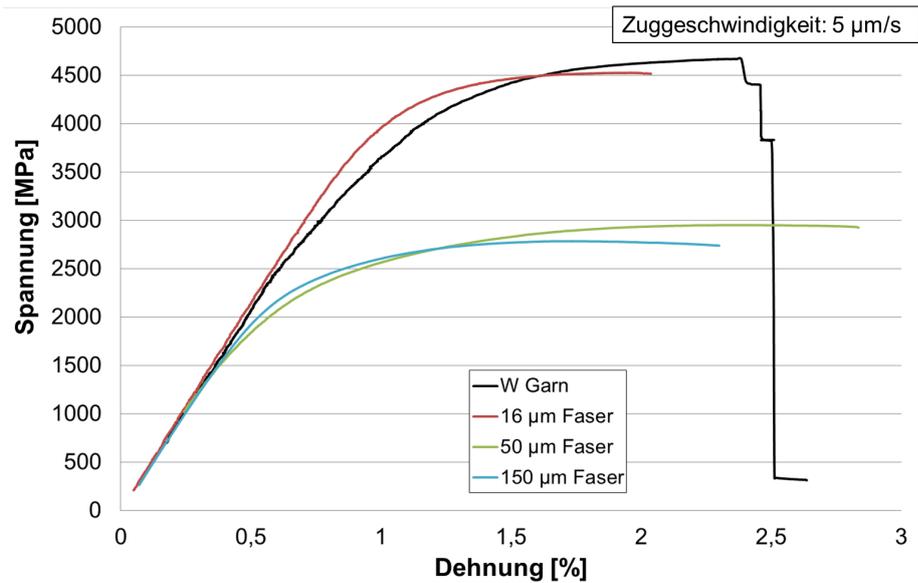


Abbildung 4.12: Repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurve eines W-Garns (schwarz) mit stufenweisem Versagen nach der maximalen Zugfestigkeit. Beispielhafte Spannungs-Dehnungs-Kurven von K-dotierten W-Fasern mit einem Durchmesser von 16 (rot), 50 (grün) und 150 (blau)  $\mu\text{m}$ .

das Garn um über 1500 MPa höher als für die bisher verwendeten 150  $\mu\text{m}$  W-Fasern und vergleichbar mit den Spannungen der 16  $\mu\text{m}$  Einzelfaser. Die Bruchdehnung des Garns liegt mit  $2,1 \pm 0,3 \%$  im gleichen Bereich wie die Bruchdehnung der dickeren Einzelfasern. In Abb. 4.13 a) ist die Bruchfläche eines solchen W-Garns dargestellt, bei dem alle Fasern in einer Ebene gebrochen sind. Typischerweise sind die Faserrisse über die gesamte Einspannlänge der Faser verteilt. Alle Fasern im Garn zeigen das typische duktile Bruchverhalten einer W-Einzelfaser (siehe Abb. 4.13 b)) [28, 57].

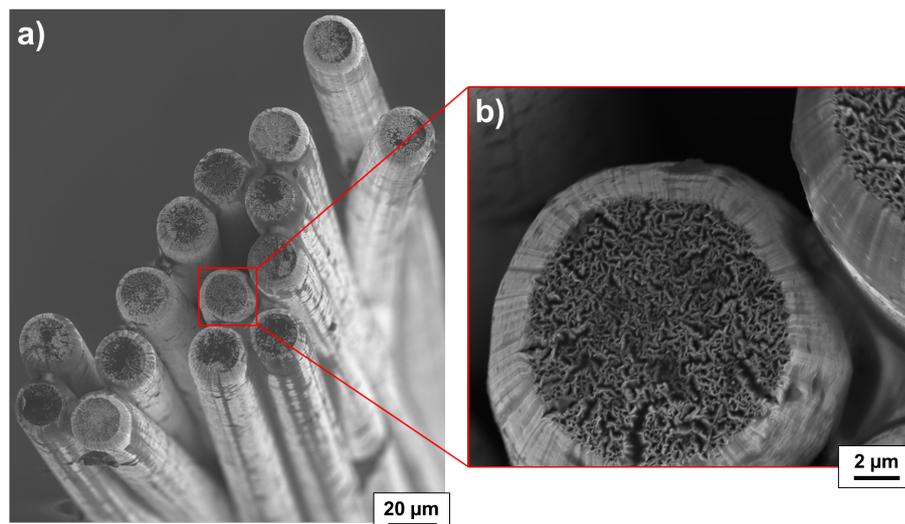


Abbildung 4.13: a) REM Bild der Bruchfläche eines W-Garnes, bei dem alle Fasern in einer Ebene gerissen sind.

b) Detailaufnahme einer Einzelfaser aus dem W-Garn. Die typische Messerschneidenstruktur und die Durchmesserreduktion [28, 57] können im Rasterelektronenbild b) gesehen werden.

## 4.4 Zusammenfassung und Diskussion der Textiltechniken für Wolframfasern

Für die Herstellung von  $W_f/W$  wurden fünf verschiedene W-Gewebe und ein W-Garn hergestellt.

Durch die Anpassung der Webmaschine konnten Gewebe hergestellt werden, bei denen alle Kettfasern in einer Ebene liegen. Es konnten fünf verschiedene Kettfaserabstände realisiert werden. Die Herstellung der Gewebe war eine Voraussetzung um einen kontinuierlichen  $W_f/W$  Herstellungsprozess zu realisieren. Mit Berücksichtigung der Schussfasern hat das Gewebe eine Höhe von  $200\ \mu\text{m}$  (Kettfaser + Schussfasern:  $150\ \mu\text{m} + 50\ \mu\text{m}$ ).

Das W-Garn hat ein großes Potential für die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften des Verbundwerkstoffes. Dies ist aufgrund der gesteigerten Zugfestigkeit von  $4666 \pm 42\ \text{MPa}$  im Vergleich zu  $2926\ \text{MPa}$  [58] von W-Fasern mit einem Durchmesser von  $150\ \mu\text{m}$  zu erwarten. Das Garn zeigt während des Zugversuches ein ähnliches Verhalten wie einzelne W-Fasern. Die Besonderheit des Garns liegt in einem stufenweisen Versagen nach dem Erreichen der maximalen Festigkeit. Die Fasern im Garn versagen nicht alle gleichzeitig sondern nacheinander, da nicht alle Fasern gleichmäßig auf Zug belastet werden. Somit versagt die Faser, welche zuerst auf ihre Bruchspannung belastet wird, gefolgt von einer Spannungsumverteilung auf die anderen Fasern, wodurch eine andere Faser über ihre Bruchspannung belastet wird und reißt. Dies geschieht so lange, bis das Garn vollständig gerissen ist. Die Verdrehung des Garns kann auch zu einer erhöhten Reibung zwischen den Fasern während des Zugversuchs führen, weshalb die Maximalspannung zu vergleichbaren  $16\ \mu\text{m}$  Einzelfasern um  $100\ \text{MPa}$  leicht erhöht ist. Dieses Zugverhalten und die Bruchfläche, in welcher alle Fasern des Garnes das typische duktile Bruchverhalten einer W-Faser [28, 57] zeigen, legen den Schluss nahe, dass die Einzelfasern keine Schädigung während der Verarbeitung zum Garn erhalten haben. Daher kann das W-Garn mit dem erprobten Herstellungsprozess für die Verwendung in  $W_f/W$  in Betracht gezogen werden. Es muss beachtet werden, dass bei dem momentan verwendeten PVD Prozess zur Abscheidung der Faser-Matrix-Zwischenschicht nur die Oberflächen, welche sich in Sichtlinie zur Teilchenquelle der Magnetronsputteranlage befinden, beschichtet werden. Dies gilt sowohl für die Gewebe, wie auch für die Garne. Diese Prozessführung lässt keine Füllung der Zwischenräume der Berührungspunkt der Einzelfilamente des Garnes zu. Dieses Problem könnte durch die Änderung des Beschichtungsverfahrens zu einem CVD oder Sol-Gel-Prozesse gelöst werden. Darüber hinaus erlauben sowohl der Sol-Gel, wie auch der CVD Prozess eine kontinuierliche Beschichtung der Gewebe und Garne, was für eine kontinuierliche  $W_f/W$  Herstellung unerlässlich ist. Beim Sol-Gel-Prozess konnten bereits viele Schichten wie etwa  $\text{ZrO}_2$  [104],  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [105],  $\text{BN}$  [106],  $\text{Y}_2\text{O}_3$  [107] und viele weitere Materialien auf Fasern aufgebracht werden. Der Sol-Gel-Prozess erscheint als eine vielversprechende Alternative für die Zwischenschichtabscheidung bei  $W_f/W$ .

# 5 Funktionelle Faser-Matrix-Zwischenschicht

Im folgenden Kapitel werden die Grundlagen der funktionellen Faser-Matrix-Zwischenschicht und deren Charakterisierung an  $W_f/W$  vorgestellt.

## 5.1 Grundlagen der Zwischenschichtuntersuchungsmethoden

### 5.1.1 Bestimmung mit Modellsystemen

Die Zwischenschicht hat, wie in Kapitel 2.2.1 dargestellt, einen elementaren Einfluss auf das Verhalten des Verbundwerkstoffes. Um ein geeignetes Material für die Zwischenschicht zu finden, werden Modellsysteme verwendet. Als Modellsystem wird eine Faser mit einer Zwischenschicht beschichtet und in eine Matrix eingebettet. So entsteht ein Einfaserverbundwerkstoff (engl.: single fibre composite), welcher für grundlegende Untersuchungen verwendet werden kann. An diesem Modellsystem wurden mikromechanische Tests, der Push-out Test (oder Eindrücktest) [108], der Pull-out Test (oder Herausziehtest) [109], der Fragmentationstest [110] und der Mikroablöschungstest [111] entwickelt. Die Vorteile bei der Verwendung dieser Modellsysteme, sind die schnelle Herstellung und Tests verschiedener Werkstoffkombinationen. Da sowohl Push-out wie auch Pull-out Tests leicht durchgeführt werden können, sind dies die Standardtests für die Untersuchung der Zwischenschicht in einem Modellsystem [112]. Mit dieser Methode können viele Proben bei geringem Materialaufwand hergestellt und getestet werden. Diese Tests werden auch in der vorliegenden Arbeit verwendet und im Folgenden erläutert. Die Versuche sind in Abb. 5.1 schematisch dargestellt.

Beim Push-out Test wird eine Faser aus einem dünnen Stück des Einzelfaserkomposits herausgedrückt. Es entstehen Scher- und Druckspannungen auf der Zwischenschicht, die zu einem Versagen der Zwischenschicht führen. Für den Pull-out Test wird zusätzlich zu dem eingebetteten Faserstück auch noch ein freies Faserende benötigt, an welchem man die Faser aus dem Komposit herausziehen kann. Die wirkenden Zugspannungen führen zu Scherspannung in der Zwischenschicht, wodurch diese versagt und die Faser herausgezogen wird. Da bei einem Matrixriss im Verbundwerkstoff die Kräfte auf die Faser und somit auf die Zwischenschicht Zugkräfte sind, wird mit dem Pull-out Test eine realitätsnahe Belastung auf die Zwischenschicht ausgeübt. Allerdings ist die Herstellung, Präparation und Durchführung der Versuche für einen Push-out Test bei Weitem einfacher, weshalb dieser auch bei Sprödmatrix-Verbundwerkstoffen zum Einsatz kommt [44].

Für die Auswertung der Versuche sind die Maximalkraft für das Ablösen der Zwischenschicht  $F_{ab}$  und die Reibungskraft  $F_{re}$  relevant. Es können sowohl die Kraft-Weg-Kurven [113] wie auch die Kraft-Zeit-Kurven [114] verwendet werden. Mit Hilfe dieser Methoden kann man folgende Zwischenschichtparameter bestimmen:

- $\tau_{ab}$ : Schubspannung der Zwischenschicht. Sie ist definiert als mittlere Maximalspannung, bevor die Zwischenschicht versagt oder ablöst, und repräsentiert die Festigkeit der Zwischenschicht.
- $\sigma_0$ : Radialspannung auf die Zwischenschicht, resultierend aus dem Herstellungszustand.
- $\mu$ : Reibungskoeffizienten der Zwischenschicht.
- $\tau_r$ : Scherspannung der auf die Zwischenschicht wirkenden Reibungskraft (Reibscherspannung).
- $\mathcal{G}_i$ : Bruchenergie der Zwischenschicht während des Ablösens zwischen Faser und Matrix.

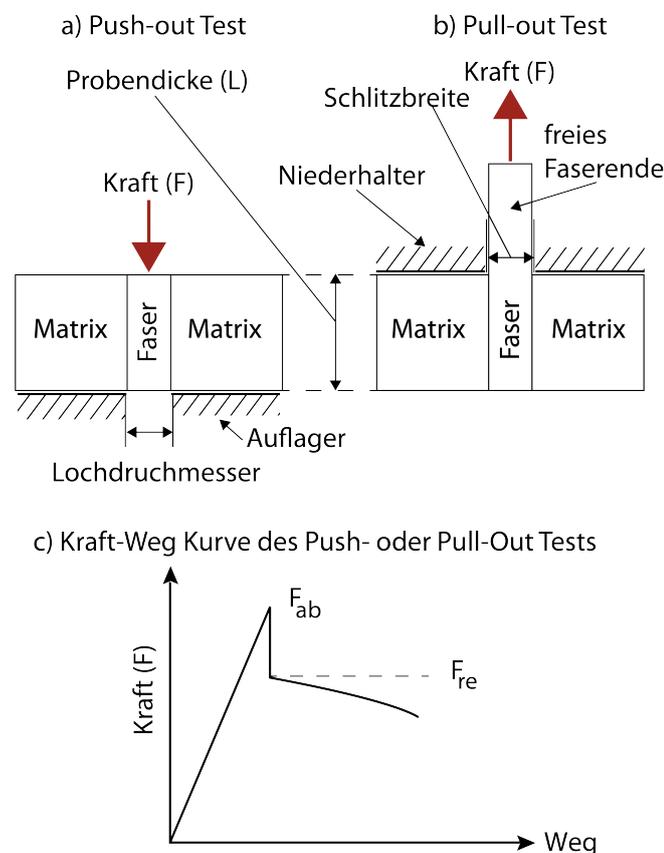


Abbildung 5.1: Schematische Darstellung von

- Push-out und
  - Pull-out Tests mit der wirkenden Kraft.
- c) ist eine schematische Kraft-Weg-Kurve eines Tests mit instabilem Risswachstum nach Kim et al. [115] dargestellt. ( $F_{ab}$ : Maximalkraft für das Ablösen der Zwischenschicht,  $F_{re}$ : Reibungskraft)

Für die Berechnung dieser Werte existieren zwei unterschiedliche theoretische Ansätze, die sowohl für den Push-out wie auch den Pull-out Test (Änderung der Vorzeichen der Spannungen) Anwendung finden. Der eine Ansatz basiert auf der Gestaltänderungsenergiehypothese, bei der das vollständige Zwischenschichtablösen instabil auftritt. Dieser Ansatz wurde durch die Arbeit von Cox [116], Greszczuk [117] und Takaku et al. [114], basierend auf der Schubspannungshypothese, geprägt. Es wurde ein Berechnungsmodell

(engl.: shear lag model) für die Scherspannungen in der Zwischenschicht entwickelt. Bei diesem Modell werden die Zugspannungen in der Matrix durch das Herausziehen der Faser und der Kraftübertragung über die Zwischenschicht vernachlässigt. Lawrence et al. [118, 119] haben das Modell um die auf Reibung basierende Schubspannung entgegen der Bewegungsrichtung der abgelösten Zwischenschichtzone erweitert. Des Weiteren wurde das Schubspannungskriterium von Hsueh [120, 121] verändert, welcher eine stabile Ablösezone entlang der Zwischenschicht vorschlägt und hierfür auch die Schubverformung der Matrix mit einbezieht.

Der zweite Ansatz basiert auf dem Konzept der Bruchmechanik. Die abgelöste Zone der Zwischenschicht wird als Riss betrachtet und das Risswachstum mit der Energiefreisetzung beschrieben. Repräsentative Arbeiten hierzu wurden von Gurney et al. [122], Outwater et al. [123] und Stang et al. [124] geleistet. Sie stellten fest, dass der bruchmechanische Ansatz das kontinuierliche Ablöseverhalten der Zwischenschicht realitätsnäher, als der Ansatz der Gestaltänderungsenergiehypothese, beschreibt. Der bruchmechanische Ansatz wurde von Gao et al. [125] weiterentwickelt und die stabile Rissausbreitung im ebenen Verformungszustand streng analytisch berechnet.

Die Spannungen die während eines Push-out Tests in der Zwischenschicht auftreten sind in Abb. 5.2 dargestellt.

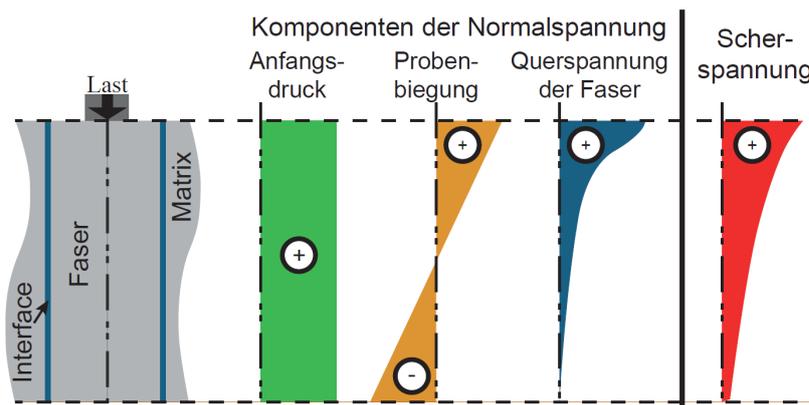


Abbildung 5.2: Spannungen die während des Push-out Tests auftreten aus [17]. Dies gilt mit vertauschten Vorzeichen auch für den Pull-out Test.

Beide Ansätze beachten die Reibung der abgelösten Zwischenschicht und die Querkontraktion der Faser [120, 121, 125]. Die Dicke der Zwischenschicht wird in keinem der Modelle berücksichtigt. Die Matrix wird als homogenes Material mit gleichbleibenden Eigenschaften angenommen. Auf Basis dieser Modelle kann die Schubspannung der Zwischenschicht ( $\tau_{ab}$ ) für Proben mit einer kleinen Dicke mit

$$\tau_{ab} = \frac{F_{ab}}{\pi \cdot D \cdot L} [MPa] \quad (5.1)$$

berechnet werden [44, 126, 127]. Hierbei ist  $F_{ab}$  die Maximalkraft oder Ablösekraft der Zwischenschicht (Abb. 5.1 c)),  $D$  der Durchmesser der Faser und  $L$  die Probendicke (Abb. 5.1 a),b)). Mittels der angepassten Gleichung

$$\tau_{re} = \frac{F_{re}}{\pi \cdot D \cdot L} [MPa] \quad (5.2)$$

kann die auf die Faser wirkende Schubspannung über die Reibungskraft ermittelt werden. Das von Jiang und Penn [128] entwickelte Modell zur Berechnung der Bruchenergie der Zwischenschicht beschreibt die Bruchenergie der Zwischenschicht anhand der Energiebilanz während des Versuches. Diese Berechnung beinhaltet die Energie  $U_f$ , welche im freien Faserende gespeichert ist, die Energie  $U_{ab}$  im abgelösten und die Energie  $U_{in}$ , die in der intakten Zwischenschicht gespeichert ist. Außerdem wird die Reibungsenergie  $W_{re}$  berücksichtigt.

$$\frac{\partial U_f}{\partial a} + \frac{\partial U_{ab}}{\partial a} + \frac{\partial U_{in}}{\partial a} = 2\pi r \mathcal{G}_i + \frac{\partial W_{re}}{\partial a} \quad (5.3)$$

$a$  beschreibt die Risslänge und  $\mathcal{G}_i$  gibt die Bruchenergie der Zwischenschicht an. Nach Jiang et al. [128] sind die Terme der Gleichung wie folgt definiert:

$$\frac{\partial U_f}{\partial a} = 0 \quad (5.4)$$

$$\frac{\partial U_{ab}}{\partial a} = \left(1 + \frac{A_f E_f}{A_m E_m}\right) \frac{A_f}{2E_f} \left(\sigma_f - \frac{fa}{A_f}\right)^2 + \frac{f^2}{2\pi E_m} (1 + \nu_m) \ln\left(\frac{R}{r}\right) \quad (5.5)$$

$$\frac{\partial U_{in}}{\partial a} = \left(2 + \frac{A_f E_f}{A_m E_m}\right) \frac{r A_f}{4n E_f} \times \left[ \left(\sigma_f - \frac{fa}{A_f}\right)^2 \frac{n}{r} \operatorname{csch}^2(ns) - \frac{2f}{A_f} \left(\sigma_f - \frac{fa}{A_f}\right) \operatorname{coth}(ns) \right] \quad (5.6)$$

$$\frac{\partial W_{re}}{\partial a} = \left(1 - \frac{A_f E_f}{A_m E_m}\right) \frac{fa}{E_f} \left(\sigma_f - \frac{fa}{A_f}\right) + \left(1 - \frac{A_f E_f}{A_m E_m}\right) \frac{(fa)^2}{2E_f A_f} \quad (5.7)$$

Hierbei ist  $A_f$  die Faserfläche,  $A_m$  die Matrixfläche,  $E_f$  der Faserelastizitätsmodul,  $E_m$  der Matrixelastizitätsmodul,  $\sigma_f$  die auf die Faser wirkende Spannung,  $f$  die Reibung,  $a$  die Risslänge,  $\nu_m$  die Querkontraktionszahl der Matrix,  $R$  der Radialabstand in der Matrix, bei dem die Schubspannung während des Versuches Null ist,  $r$  der Faserradius und  $n$  der konstante Materialparameter (siehe Gl. 5.8).

$$n = \sqrt{\frac{E_m}{E_f(1 + \nu_m) \ln(R/r)}} [-] \quad (5.8)$$

Des Weiteren ist  $s$  definiert mit:

$$s = \frac{D - a}{r} [-] \quad (5.9)$$

Mit  $D$  als Probendicke.

Es folgt durch Einsetzen und Umformen der Terme nach Jiang et al. [128] für die kritische Kraft  $F_c$ :

$$F_c = \frac{A_f \left[ \left[ \frac{(1-\alpha_2)fa}{E_f} + \frac{(2+\alpha_2)rf \coth(ns)}{2nE_f} \right]^2 - 4 \left[ \frac{(1+\alpha_2)A_f}{2E_f} + \frac{(2+\alpha_2)A_f \cosh^2(ns)}{4E_f} \right] \times \left[ \frac{f^2(1-\nu_m) \ln(R/r)}{2n\pi E_f} - \frac{(1-\alpha_2)(fa)^2}{2E_f A_f} - 2\pi r G_i \right] \right]^{1/2}}{\left[ 2 \left[ \frac{(1+\alpha_2)}{2E_f} + \frac{(2+\alpha_2)A_f \cosh^2(ns)}{4E_f} \right] + \frac{\left[ \frac{(1-\alpha_2)fa}{E_f} + \frac{(2+\alpha_2)rf \coth^2(ns)}{2nE_f} \right]}{2 \left[ \frac{(1+\alpha_2)}{2E_f} + \frac{(2+\alpha_2)A_f \cosh^2(ns)}{4E_f} \right]} + fa \right]} [N] \quad (5.10)$$

Hierbei ist  $\alpha_2$  gleichzusetzen mit  $(E_f A_f)/(E_m A_m)$ . Die Details für die Berechnungen können aus [128] entnommen werden. Es wird aufgrund vorheriger Studien davon ausgegangen, dass die Zwischenschicht während des Versuches bei  $W_f/W$  komplett und schlagartig ablöst [12, 17]. Ein solches Zwischenschichtverhalten führt dazu, dass die Reibungsenergie während des Bruches vernachlässigt werden kann [115, 128]. Da es keinen initialen Riss gibt, wird der Startriss  $a$  gleich 0 angenommen. Da bei einer kleinen Probendicken  $D$ ,  $(ns)$  immer sehr klein wird, könnten die Terme mit  $(ns)^2$  vernachlässigt werden. Durch diese Annahmen erhält man aus Gl. 5.10 die Gl. 5.11 für  $F_c$ , bei der die Zwischenschicht über die gesamte eingebettete Länge ablöst [113, 128].

$$F_c = \left(\frac{n}{r}\right) \cdot D \cdot \sqrt{\frac{E_f A_f 2\pi r \mathcal{G}_i}{(2+\alpha_2)}} [N] \quad (5.11)$$

$\alpha_2$  kann vernachlässigt werden, da die Matrixfläche viel größer als Faserfläche ist [113]. Gl. 5.11 kann daher vereinfachen als Gl. 5.12 dargestellt werden.

$$F_c = \left(\frac{n}{r}\right) \cdot D \cdot \sqrt{E_f A_f \pi r \mathcal{G}_i} [N] \quad (5.12)$$

Somit lässt sich  $\mathcal{G}_i$  mit:

$$\mathcal{G}_i = \frac{\left(\frac{F_c \cdot r}{Dn}\right)^2}{E_f A_f \pi r} [J] \quad (5.13)$$

berechnen.

## 5.1.2 Bestimmung am Verbundwerkstoff

Neben den Modellsystem kann man die Scherspannung der auf die Zwischenschicht wirkenden Reibscherspannung  $\tau_{re}$  auch mittels Zugversuchen (siehe Kapitel 4.3.1) am Verbundwerkstoff ermitteln. Die Reibscherspannung kann aus den Abständen der Matrixrisse des multiplen Matrixversagens während der Zugversuche berechnet werden. Die Matrix weist unter Zugbelastung an mehreren Stellen Matrixrisse auf, bevor die Faserbündel versagen [129, 130, 131]. Die Matrixrisse sind über die ganze Probe verteilt, während die Fasern für die Rissüberbrückung zuständig sind. Sobald das multiple Matrixversagen mit dem ersten Matrixriss beginnt, wird die ganze Last, welche auf das Material wirkt, von den

Fasern getragen und somit ist das Materialverhalten ab diesem Zeitpunkt vom Faser- und Zwischenschichtverhalten bestimmt [13, 132]. In Abb. 5.3 ist das multiple Matrixversagen an  $W_f/W$  während eines Zugversuches dargestellt. Dieses Verhalten ist in Kapitel 2.2.2 beschrieben.

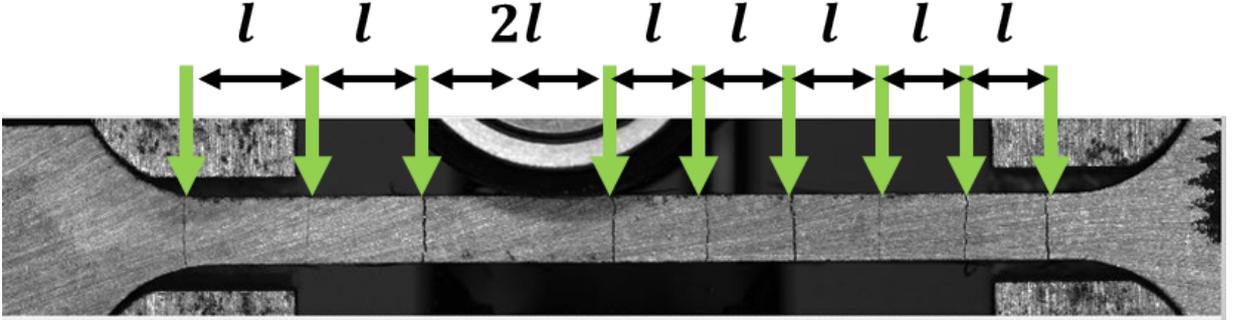


Abbildung 5.3: Multiples Matrixversagen von  $W_f/W$  während eines Zugversuches. Der Abstand  $l$  der Risse ist annähernd konstant.

Aveston et al. [129, 132] haben die theoretischen Grundlagen des multiplen Matrixversagens an spröden Matrix-Verbundwerkstoffen geprägt. Mit der Annahme, dass die Fasern bei Rissbeginn nicht mehr an die Matrix gebunden sind, sondern eine konstante Reibscherspannung  $\tau_{re}$  besitzen, wurde analytisch gezeigt, welches minimale  $\tau_{re}$  notwendig ist, um multiples Matrixversagen hervorzurufen. Diese Ergebnisse wurden durch Experimente wie etwa von Yang et al. [51] bestätigt. Die Rissöffnung kann aufgrund der Rissüberbrückung durch die Fasern vernachlässigt werden [13]. Für eine Energiebilanzbetrachtung an einen unidirektional verstärkten Faserverbundwerkstoff gilt, dass die Spannung, die für den ersten Matrixriss und dadurch für den Start des multiplen Matrixversagens zuständig ist, größer sein muss als:

$$\sigma_m = \left( \frac{6\tau_{re}\mathcal{G}_m f^2 E_f E_c^2}{(1-f)E_m^2 r} \right)^{\frac{1}{3}} [MPa] \quad (5.14)$$

Hierbei ist  $\tau_{re}$  die Reibscherspannung der Zwischenschicht,  $\mathcal{G}_m$  die Bruchenergie der Matrix,  $f$  der Faservolumenanteil im unidirektional verstärkten Faserverbundwerkstoff,  $E_f$  der E-Modul der Faser,  $E_c$  der E-Modul des Verbundwerkstoffes ( $E_c = f \cdot E_f + (1-f)E_m$ ),  $E_m$  der E-Modul der Matrix und  $r$  der Radius der Faser. Die sogenannte „Rutschlänge“  $l$ , bei welcher sich wieder eine Spannung die zum Bruch der Matrix führt aufbaut, kann durch ein Kräftegleichgewicht [129] wie folgt dargestellt werden.

$$l = \frac{(1-f)}{f} \cdot \frac{E_m}{E_c} \cdot \frac{r\sigma_c}{2\tau_{re}} [m] \quad (5.15)$$

Mit  $\sigma_c$  wird die Spannung im Verbundwerkstoff bezeichnet. Daher lässt sich die Reibscherspannung der Zwischenschicht wie folgt berechnen.

$$\tau_{re} = \frac{(1-f)}{f} \cdot \frac{E_m}{E_c} \cdot \frac{r\sigma_c}{2l} [MPa] \quad (5.16)$$

## 5.2 Zwischenschichtuntersuchungen an $W_f/W$

### 5.2.1 Modellsysteme für $W_f/W$

Wie aus vorherigen Studien von Du [12] und Jasper [17] bekannt ist, müssen die  $W_f/W$  Proben für die Untersuchung der Eigenschaften der Zwischenschicht durch Pull-out und Push-out Tests sehr dünn sein. Zum einen bricht der Wolframcarbidstempel, der für die Push-out Tests verwendet wurde, bei einer Druckbelastung von circa 70 N. Zum anderen versagen bei den Pull-out Proben die Fasern mit einem Durchmesser von  $150\ \mu\text{m}$  bei einer Zugbeanspruchung von circa 55 N. Bei beiden Versuchsmethoden werden Proben unterschiedlicher Dicke getestet. Damit soll der Zusammenhang zwischen den Kräften und der Probendicke ermittelt werden.

Für Vorversuche wurden Push-out und Pull-out Tests mit Proben ohne Zwischenschicht durchgeführt. Der Push-out Versuch war mit hoher Kraft zum Herausdrücken möglich. Bei den Pull-out Tests konnte keine Ablösung der Faser von der Matrix erreicht werden. Darüber hinaus konnte gezeigt werden, dass es ohne Zwischenschicht nicht möglich ist, eine getrennte Kornwachstum zwischen der Faser und der Matrix zu erhalten, wenn die Proben über die Rekristallisationstemperatur von W erhitzt werden.

#### 5.2.1.1 Charakterisierung des Herstellungszustands der Zwischenschichten

Abb. 5.4 zeigt eine eingebettete Faser des Modellsystems mit  $\text{Er}_2\text{O}_3$  Zwischenschicht in der Draufsicht. In Abb. 5.4 b) ist eine Vergrößerung der Zwischenschicht zu sehen. Es lässt sich eine Zweiteilung der Zwischenschicht circa in der Mitte erkennen. EDX Analysen konnten zeigen, dass es sich nicht um das Fehlen der Zwischenschicht handelt, da über die ganze Schichtdicke  $\text{Er}_2\text{O}_3$  nachgewiesen wurde.

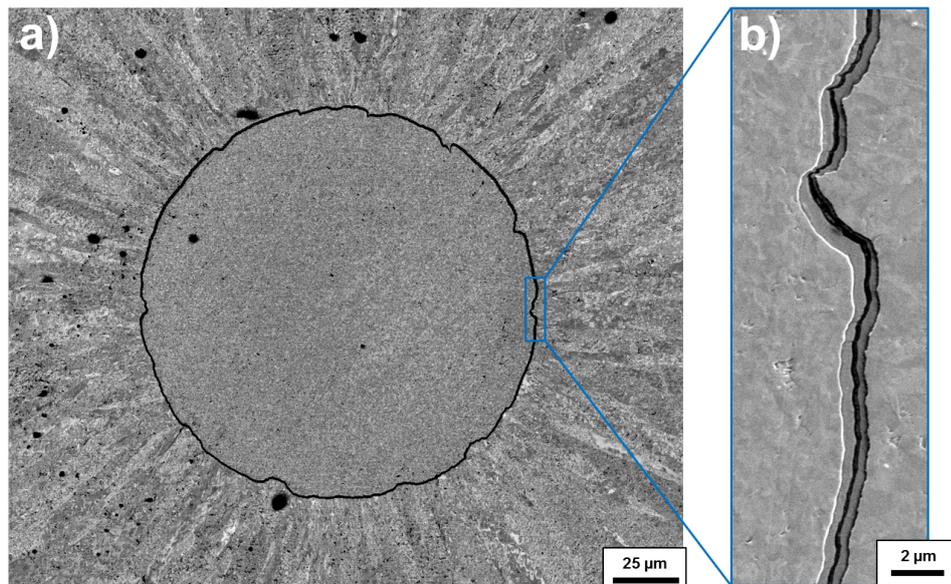


Abbildung 5.4: REM Aufnahmen einer Probe mit der Zwischenschicht  $\text{Er}_2\text{O}_3$  in der Draufsicht im Herstellungszustand.

Die Draufsicht einer Probe des Modellsystems mit  $\text{Y}_2\text{O}_3$  Zwischenschicht ist in Abb. 5.5

dargestellt. In Abb. 5.5 b) ist ein Detail der Zwischenschicht abgebildet. In der Zwischenschicht lassen sich „Stege“ aus W, welche von der Matrix über die Zwischenschicht zur Faser reichen, erkennen. Diese wurden mittels EDX Analysen zweifelsfrei als W identifiziert.

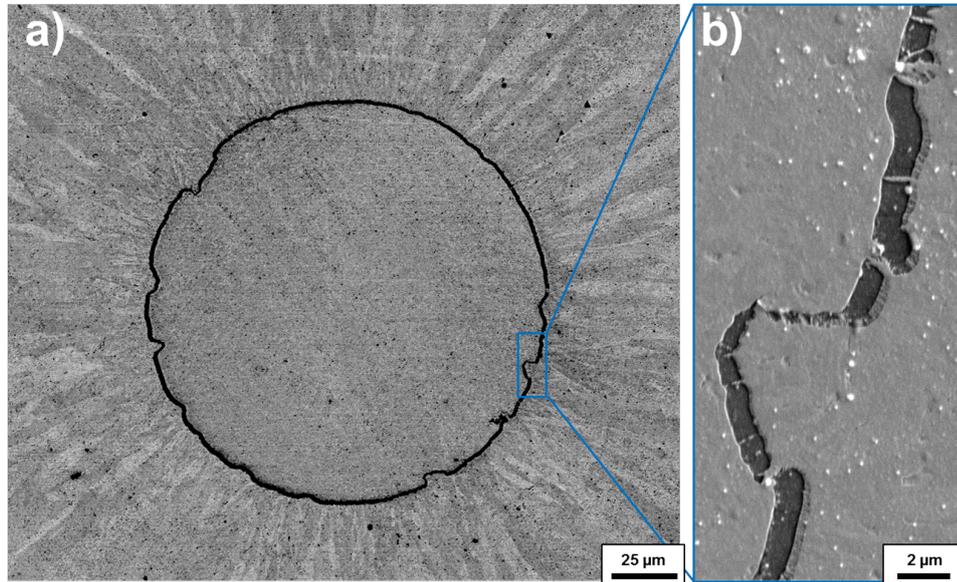


Abbildung 5.5: REM Aufnahmen einer Probe mit der Zwischenschicht  $Y_2O_3$  in der Draufsicht im Herstellungszustand.

### 5.2.1.2 Zwischenschichteigenschaften: Push-out Test

#### Versuchsbeschreibung und Durchführung

Die Push-out Tests werden analog zu den Versuchen von Du [12] durchgeführt. Die Herstellung der Proben ist im Anhang beschrieben. Für die Versuchsdurchführung wurde die UPM (TIRAtest 2820, Nr. R050/01, TIRA GmbH) mit einem 200 N Kraftaufnehmer verwendet. Der Fehler für die Kraftmessung liegt hierbei bei 0,1 %. Am Kraftaufnehmer wurde ein zylindrischer Wolframcarbidstempel angebracht. Dieser hat an der Stirnfläche, mit der die Fasern herausgedrückt werden, einen Durchmesser von  $120 \mu m$  (Durchmesser der W-Faser  $150 \mu m$ ). Die Pull-out Matrizen haben einen Lochdurchmesser von  $\approx 350 \mu m$ . Während des Versuchs wurde der Stempel mit  $1 \mu m/s$  bewegt und die Faser herausgerückt. Mit einem Messprogramm wurden der Traversenweg der UPM, die Zeit und die Kraft aufgezeichnet. Die Dicke der Proben wurde vor dem Versuch mithilfe einer Mikrometerschraube bestimmt. Eine Messung ist dann gültig, nachdem unter dem Mikroskop sichergestellt wurde, dass der Stempel beim Push-out nur die Faser berührt hat. Weitere Details zum Versuchsaufbau, zur Versuchsdurchführung und zu vorangegangenen Experimenten sind bei Du et al. [12, 69, 70, 71] nachzulesen.

Im Anschluss an die Untersuchungen wurden pro Zwischenschicht zwei Proben so präpariert, dass die Faser in der Mitte angeschliffen waren. Dies ermöglicht die Untersuchung der Zwischenschicht über die ganze eingebettete Länge der Probe.

#### Ergebnisse

Es konnten erfolgreich 30 Proben mit  $Er_2O_3$  und 31 Proben mit  $Y_2O_3$  Zwischenschicht getestet werden [133]. In Abb. 5.6 ist eine repräsentative Kurve eines Push-out Versuches

(Probendicke:  $238 \mu\text{m}$ ) mit  $\text{Er}_2\text{O}_3$  als Zwischenschicht dargestellt. Die Kurven für  $\text{Y}_2\text{O}_3$  zeigen einen ähnlichen Verlauf. In Abb. 5.6 ist gezeigt, wie die Ablösekraft ( $F_{ab}$ ) und die Reibungskraft ( $F_{re}$ ) anhand der Messwerte bestimmt werden. Zunächst ist die gemessene Kraft null, da der Stempel die Probe noch nicht berührt. Im Anschluss zeigt die Kurve eine lineare Laststeigerung, bis die Maximalkraft erreicht wird. Dort gibt es aufgrund des kompletten Ablösens (engl.: debonding) der Zwischenschicht einen Lastabfall. Darauf folgend wird die Faser gegen die Reibungskraft der Zwischenschicht aus der Matrix herausgerückt.

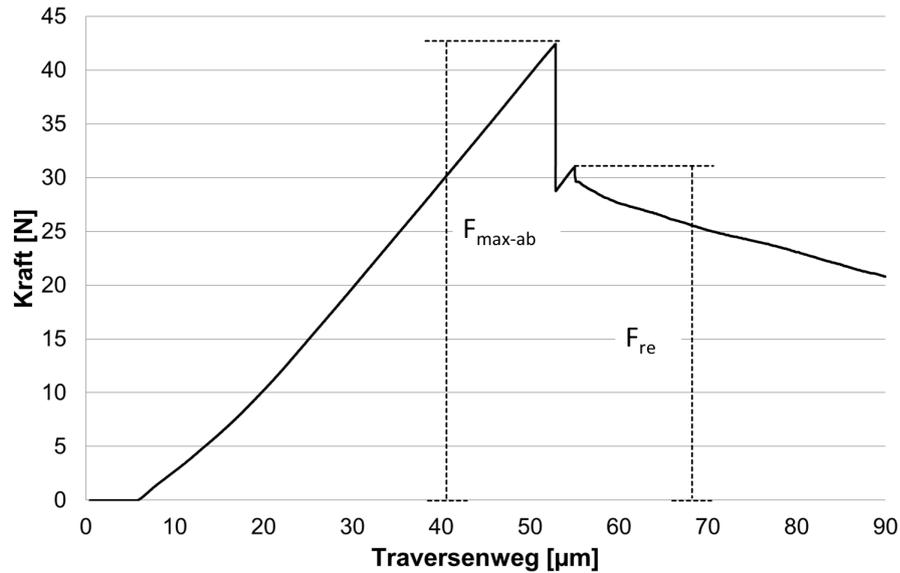


Abbildung 5.6: Repräsentative Kurve eines Push-out Versuches an  $\text{Er}_2\text{O}_3$ , bei dem die Faser nur teilweise aus der Matrix herausgedrückt wurde. (Probendicke:  $238 \mu\text{m}$ ).

Die Ergebnisse für die maximale Ablösekraft  $F_{ab}$  in Abhängigkeit von der Probendicke sind in Abb. 5.7 dargestellt.

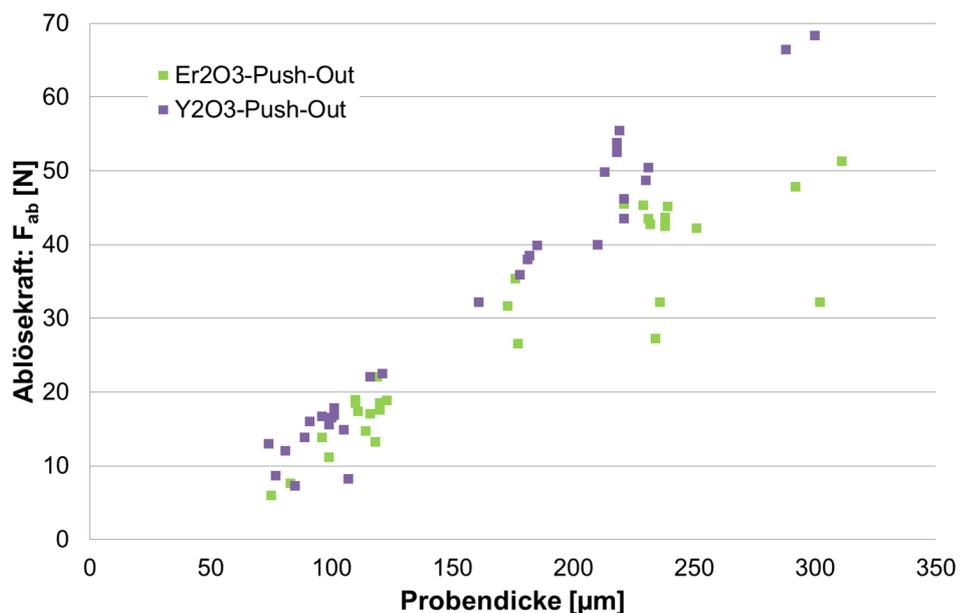


Abbildung 5.7: Ergebnisse der Maximalkraft der Push-out Versuche.

Aus diesen Werten lässt sich die Schubspannung  $\tau_{ab}$  der Zwischenschicht beim Ablösen mit Gl. 5.1 zu den folgenden Werten berechnen:

- Erbiumoxid Ablösung:  $\tau_{ab-Er_2O_3} = (352,7 \pm 12,0) \text{ MPa}$
- Yttriumoxid Ablösung:  $\tau_{ab-Y_2O_3} = (441,2 \pm 11,9) \text{ MPa}$

Die Reibungskraft ist in Abb. 5.8 über der Probendicke dargestellt.

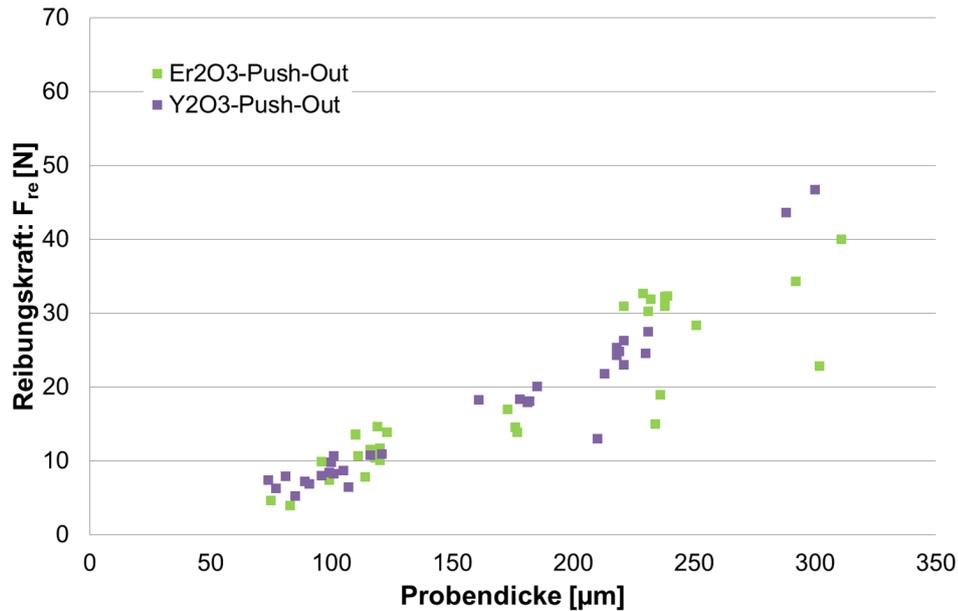


Abbildung 5.8: Ergebnisse der Reibungskraft der Push-out Versuche.

Mit Gl. 5.2 lässt sich dies zu  $\tau_{re}$  für die beiden Zwischenschichten berechnen:

- Erbiumoxid Reibung:  $\tau_{re-Er_2O_3} = (240,7 \pm 13,6) \text{ MPa}$
- Yttriumoxid Reibung:  $\tau_{re-Y_2O_3} = (222,3 \pm 6,9) \text{ MPa}$

In Tab. 5.1 sind die spezifischen Bruchenergien für  $Er_2O_3$  und  $Y_2O_3$ , die mit Gl. 5.13 berechnet wurden, zusammengefasst.

Tabelle 5.1: Spezifische Bruchenergien der Zwischenschichten aus dem Push-out Test

		R/r					
		1,007	1,3	2,3	4	6	9
		$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$
Methode	Schicht	[J/m <sup>2</sup> ]					
Push-out	$Er_2O_3$	0,78	33,74	99,40	162,62	210,19	257,75
Push-out	$Y_2O_3$	1,21	52,55	154,78	283,24	327,31	401,36

Es wurden verschiedenen R/r Werte für die Berechnung verwendet, da der Abstand R bei dem die Spannungen in der Matrix Null werden, nicht bekannt ist. Das R/r Verhältnis, welches mit dem Lochdurchmesser der Pull-out Matrize von 350  $\mu\text{m}$  korreliert, ist 2,3. Die

spezifische Bruchenergie ist dort  $99,40 \text{ J/m}^2$  für  $\text{Er}_2\text{O}_3$  und  $154,78 \text{ J/m}^2$  für  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Der Verlauf der spezifischen Bruchenergie bei Veränderung des R/r Verhältnisses ist in Abb. 5.9 dargestellt. In diesen Graphen ist der Lochdurchmesser der Pull-out Matrize bei einem R/r Verhältnis von 2,3 eingezeichnet.

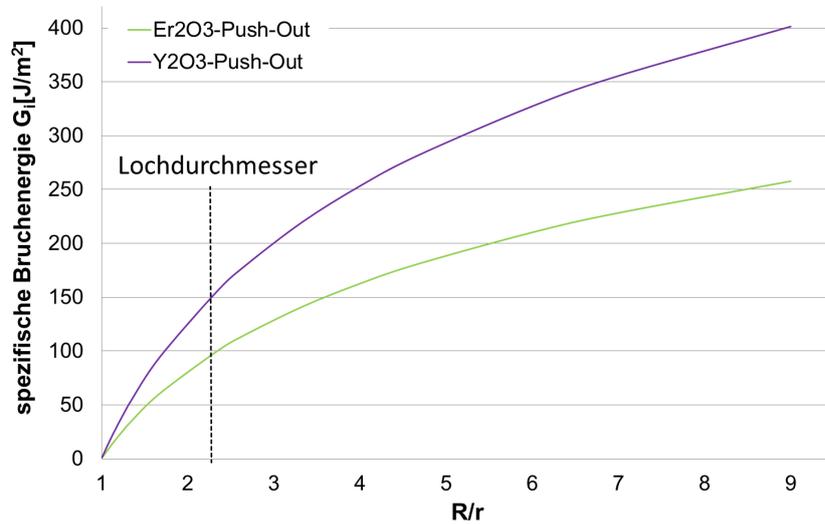


Abbildung 5.9: Ergebnisse der spezifischen Zwischenschichtbruchenergie aus den Push-out Tests.

### Bruchflächen

Abb. 5.10 und Abb. 5.11 zeigen zwei Proben nach dem Push-out Versuch. Für diese Untersuchungen wurden die Faser nach dem Versuch halb angeschliffen. Dies ermöglicht es, das Versagen der Zwischenschicht über die gesamte Probenhöhe zu untersuchen. Abb. 5.10 zeigt eine  $232 \mu\text{m}$  dicke Probe mit  $\text{Er}_2\text{O}_3$  Zwischenschicht, bei welcher zum Ablösen  $42,8 \text{ N}$  notwendig waren. Ein Übersichtsbild der Probe findet sich in Abb. 5.10 a).

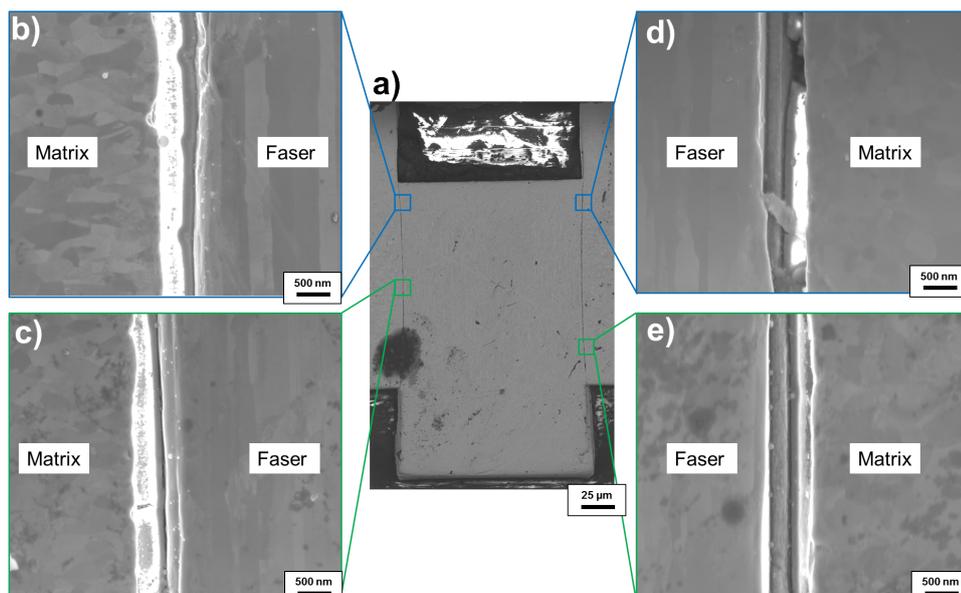


Abbildung 5.10: Querschliff einer Push-out Probe mit  $\text{Er}_2\text{O}_3$  Zwischenschicht nach dem Versuch (L:  $232 \mu\text{m}$ ,  $F_{ab}$ :  $42,8 \text{ N}$ ) (a) REM Übersichtsbild, b)-e) Zwischenschicht Detailaufnahme).

Die Faser wurde während des Versuches durch das Eindringen mit dem Stempel nicht beschädigt. Auch wurden keine abgebrochenen Matrixstücke in den Aufnahmen gefunden. Abb. 5.10 b), c), d) und e) sind Detailaufnahmen der Zwischenschicht. Diese zeichnet sich klar von der Kornstruktur der Matrix mit horizontalen W-Körnern und der Faser mit elongierten vertikalen W-Körnern ab. Die Dicke der Zwischenschicht dieser Probe liegt zwischen  $0,67 - 0,78 \mu\text{m}$ . Es lässt sich in allen Aufnahmen (siehe Abb. 5.10 a) - e)) für alle untersuchten Stellen ein ähnliches Zwischenschichtverhalten beobachten. Etwa in der Mitte der Zwischenschicht lässt sich eine Bruchstelle erkennen. Die Zwischenschicht bleibt nach dem Versuch mit der Matrix und Faser verbunden. Das Versagen findet in der Zwischenschicht selbst statt. Im oberen Teil der Abb. 5.10 d) fehlt ein Stück der Zwischenschicht. Dieses Stück wurde möglicherweise während des Versuchs an eine andere Stelle geschoben oder während der Präparation herausgelöst.

In Abb. 5.11 ist der Querschliff eine Probe mit  $\text{Y}_2\text{O}_3$  Zwischenschicht nach dem Versuch dargestellt. Diese Probe hat eine Dicke von  $300 \mu\text{m}$  und zum Ablösen war eine Kraft von  $68,3 \text{ N}$  notwendig. Abb. 5.11 b), c), d) und e) zeigen Detailaufnahmen der Zwischenschicht. Die Kornstruktur der Matrix lässt sich in den Aufnahmen nicht erkennen. Die elongierten Körner der Faser können andeutungsweise gesehen werden. Bei dieser Probe weist die Zwischenschicht eine Dicke zwischen  $0,8 - 1,76 \mu\text{m}$  auf.

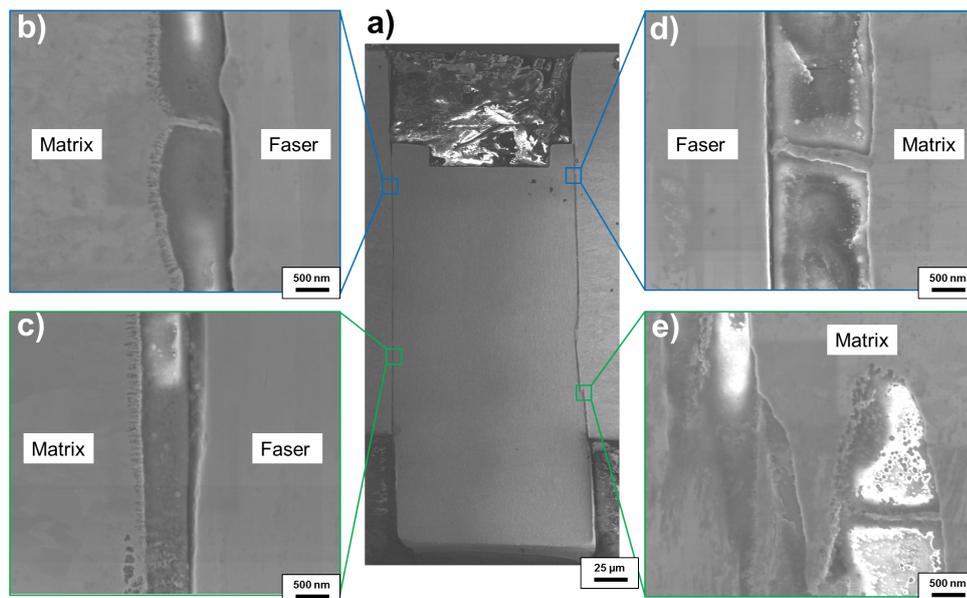


Abbildung 5.11: Querschliff einer Push-out Probe mit  $\text{Y}_2\text{O}_3$  Zwischenschicht nach dem Versuch ( $L: 300 \mu\text{m}$ ,  $F_{ab}: 68,3 \text{ N}$ ) (a) REM Übersichtsbild, b)-e) Zwischenschicht Detailaufnahme).

In Abb. 5.11 b) und c) ist auf der Matrixseite der Zwischenschicht ein poröser Übergang von Zwischenschicht zur W-Matrix ersichtlich. Ein solcher Übergang konnte auf der anderen Seite nicht identifiziert werden. Auf beiden Seiten wurden aber durchgängige „Stege“ zwischen Faser und Matrix gefunden (siehe Abb. 5.11 b), d) und e)). Mittels EDX Analysen wurde festgestellt, dass es sich dabei um W handelt. Derartige Stege konnten über die gesamte Länge der Zwischenschicht auf beiden Seiten identifiziert werden. In Abb. 5.11 b), c) und d) lässt sich ein Spalt zwischen Faser und der Zwischenschicht erkennen. Dies bedeutet, dass die Zwischenschicht an die Matrix gebunden ist und sich von der Faser abgelöst hat. Die Haftung zwischen Matrix und der Zwischenschicht ist stärker als zwischen

der Zwischenschicht und der Faser. In Abb. 5.11 e) ist die Zwischenschicht zusammengesoben und ein Teil der Matrix wurde deformiert. In der Gesamtübersicht Abb. 5.11 a) lässt sich oben eine Beschädigung der Faser (Eindrücken) durch den Stempel erkennen.

### 5.2.1.3 Zwischschichteigenschaften: Pull-out Test

#### Versuchsbeschreibung und Durchführung

Der Pull-out Test wurde für  $W_f/W$  neu entwickelt und die Herstellung der Proben ist im Anhang beschrieben. Für die Versuchsdurchführung fand die UPM (TIRAtest 2820, Nr. R050/01, TIRA GmbH) mit 200 N Kraftaufnehmer Verwendung. Der Fehler für die Kraftmessung liegt hierbei bei 0,1 %. Am Kraftaufnehmer wurde das freie Faserende mittels einer Klemmvorrichtung fixiert. Die Matrix wurde mit einem geschlitzten Halter (Schlitzbreite  $200 \mu\text{m}$ ), durch den die eingebettete Faser geführt wurde, zurückgehalten. Dieser Niederhalter ist auf einem in x- und y-Richtung verstellbaren Proben Tisch befestigt, um die senkrechte Ausrichtung der Faser vor dem Versuch zu gewährleisten. Abb. 5.12 a) zeigt den Aufbau. In Abb. 5.12 b) ist eine Probe, wie sie für den Pull-out Test verwendet wurde, abgebildet. Während des Versuches wurde die obere Befestigung der Faser mit  $5 \mu\text{m/s}$  nach oben bewegt und die Faser aus der Probe herausgezogen. Es werden der Traversenweg der UPM, die Zeit und die Kraft aufgezeichnet und für die Auswertung verwendet. Die Dicke der Proben wurde vor dem Versuch mit einer Mikrometerschraube bestimmt.

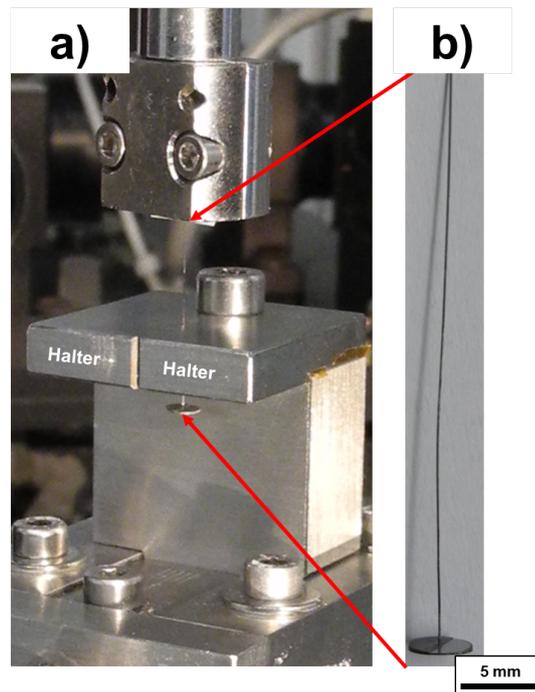


Abbildung 5.12: Versuchsaufbau für die Pull-out Versuche mit dem Niederhalter a) und einer Probe b).

Im Anschluss an die Untersuchungen werden pro Zwischenschicht zwei Proben so präpariert, dass die Matrix, in welcher die Faser eingebettet war, halb angeschliffen wurde. Dies ermöglicht die Untersuchung der Zwischenschicht über die ganze Länge der Probe, in welcher vorher die Faser eingebettet war. Die Präparation der Matrix nach dem Versuch ist schematisch in Abb. 5.13 dargestellt. Die Faser wurde im herausgezogenen Zustand untersucht.

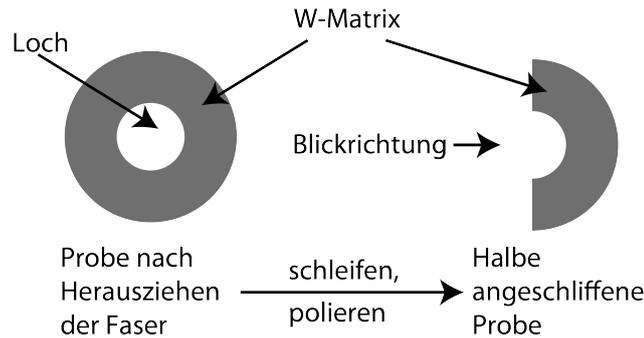


Abbildung 5.13: Schematische Darstellung der Präparation des Matrixschliffs.

### Ergebnisse

Es konnten 13 Proben mit  $\text{Er}_2\text{O}_3$  und acht Proben mit  $\text{Y}_2\text{O}_3$  Zwischenschicht erfolgreich getestet werden. Abb. 5.14 zeigt eine repräsentative Kurve eines Pull-out Versuches, mit einer Probendicke von  $423 \mu\text{m}$ , für die Zwischenschicht  $\text{Er}_2\text{O}_3$ . Das Verhalten von  $\text{Y}_2\text{O}_3$  ist mit diesem Verhalten vergleichbar. Die Kurve zeigt lineares Verhalten, bis die Maximalkraft erreicht wird. Dort gibt es einen Lastabfall, welcher durch das komplette Ablösen (engl.: debonding) der Zwischenschicht, wie in Kapitel 5.1 beschrieben, hervorgerufen wird. Im Anschluss wird die Faser gegen die Reibungskraft die Zwischenschicht aus der Matrix herausgezogen. In Abb. 5.6 ist aufgezeigt, wie die Ablösekraft ( $F_{ab}$ ) und die Reibungskraft ( $F_{re}$ ) anhand der Messkurve bestimmt werden.

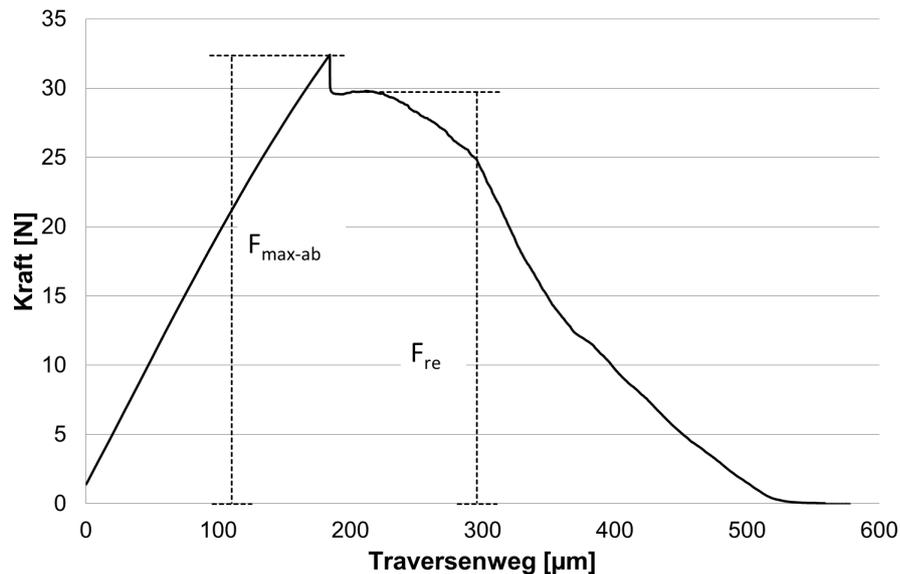


Abbildung 5.14: Repräsentative Kurve eines Pull-out Versuches an  $\text{Er}_2\text{O}_3$ , bei dem die Faser komplett aus der Matrix herausgezogen wurde. (Probendicke:  $423 \mu\text{m}$ )

Die Ablösekraft ist in Abb. 5.15 über die Probendicke dargestellt.

Mit Gl. 5.1 lassen sich diese Wert zu  $\tau_{ab-\text{Er}_2\text{O}_3}$  und  $\tau_{ab-\text{Y}_2\text{O}_3}$  berechnen:

- Erbiumoxid Ablösung:  $\tau_{ab-\text{Er}_2\text{O}_3} = (125,4 \pm 12,2) \text{ MPa}$
- Yttriumoxid Ablösung:  $\tau_{ab-\text{Y}_2\text{O}_3} = (149,3 \pm 9,5) \text{ MPa}$

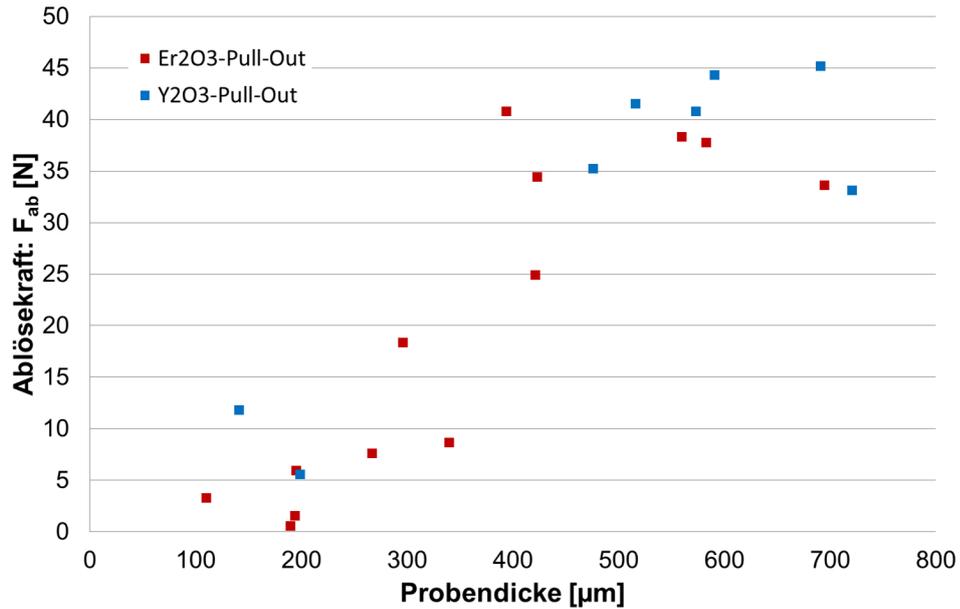


Abbildung 5.15: Ergebnisse der Maximalkraft der Pull-out Versuche.

Abb. 5.16 zeigt die Reibungskraft über der Probendicke.

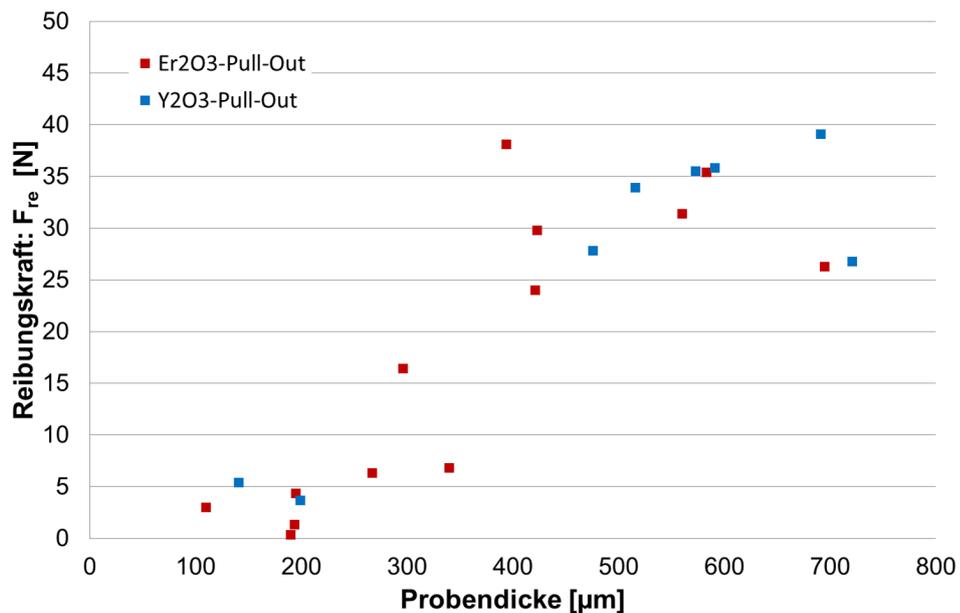


Abbildung 5.16: Ergebnisse der Reibungskraft der Pull-out Versuche.

Dies lässt sich mit Gl. 5.2 zur Reibscherspannung  $\tau_{re}$  der beiden Zwischenschichtmaterialien berechnen.

- Erbiumoxid Reibung:  $\tau_{re-Er_2O_3} = (116, 2 \pm 8, 8) \text{ MPa}$
- Yttriumoxid Reibung:  $\tau_{re-Y_2O_3} = (123, 3 \pm 6, 8) \text{ MPa}$

In Tab. 5.2 sind die spezifischen Bruchenergien für  $\text{Er}_2\text{O}_3$  und  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , die mit Gl. 5.13 berechnet wurden, dargestellt. Es wurden verschiedenen R/r Werte für die Berechnung verwendet, da der wahre Wert für R bei dem die Spannung in der Matrix Null wird nicht bekannt ist. Das R/r Verhältnis, welches mit dem der Schlitzbreite von  $200 \mu\text{m}$  korreliert,

beträgt 1,3 und dort hat die spezifische Bruchenergie einen Wert von 3,93 J/m<sup>2</sup> für Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und 5,81 J/m<sup>2</sup> für Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Tabelle 5.2: Spezifische Bruchenergien der Zwischenschichten aus dem Pull-out Test.

		R/r					
		1,007	1,3	2,3	4	6	9
		$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$
Methode	Schicht	[J/m <sup>2</sup> ]					
Pull-out	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,09	3,93	11,58	18,94	24,48	30,01
Pull-out	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,13	5,81	17,10	27,99	36,17	44,34

Die Veränderung der spezifischen Bruchenergie durch die Erhöhung des R/r Verhältnisses ist in Abb. 5.17 graphisch dargestellt. In der Darstellung ist die Schlitzbreite mit dem R/r Verhältnis von 1,3 eingezeichnet.

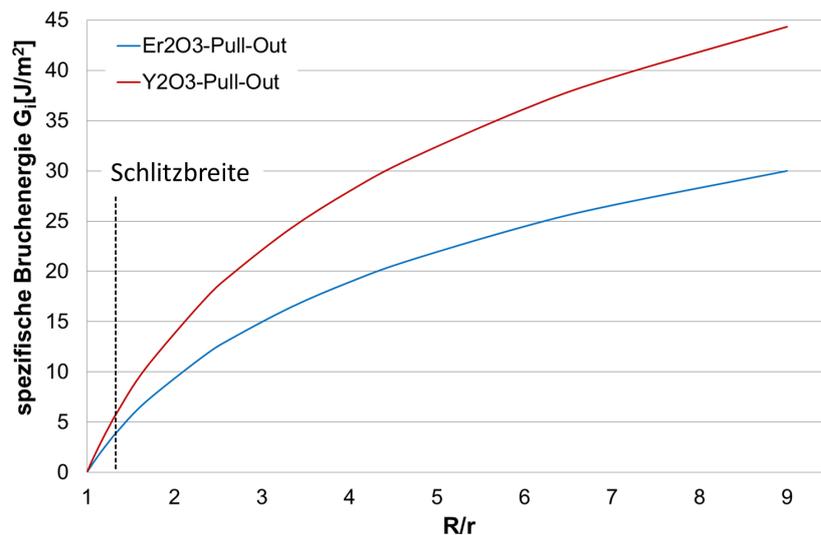


Abbildung 5.17: Ergebnisse der spezifischen Zwischenschichtbruchenergie aus den Pull-out. Die Ergebnisse sind für unterschiedliche R/r Werte dargestellt.

### Bruchflächen

REM Aufnahmen eines Querschliffs der Matrix, aus dem die Faser herausgezogen wurde, sind in Abb. 5.18 a) und b) gezeigt. Die Probe wurden genau zur Hälfte poliert, um einen Blick senkrecht auf die Zwischenschicht zu erhalten. In Abb. 5.18 b) lässt sich Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> an der Matrix erkennen, welches sich während des Versuches teilweise gelöst hat. Einzelne Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Flocken stehen von der Matrix ab (siehe Abb. 5.18 b)).

In Abb. 5.19 a), b) und c) ist die Faser, welche aus der Matrix (siehe Abb. 5.18) herausgezogen wurde, dargestellt. An der Faser (siehe Abb. 5.19 b) und c)) lassen sich an diversen Stellen Reste des Zwischenschichtmaterials erkennen. Sie sind über die ganze Faseroberfläche verteilt und in einzelnen Bereichen konzentriert, die größere und kleinere Flächen bedecken. An der Faseroberfläche, die nicht in die Matrix eingebettet war (siehe Abb. 5.19 c)), ist eine geschlossene Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Schicht zu erkennen. Lediglich am Übergang von Matrix zu

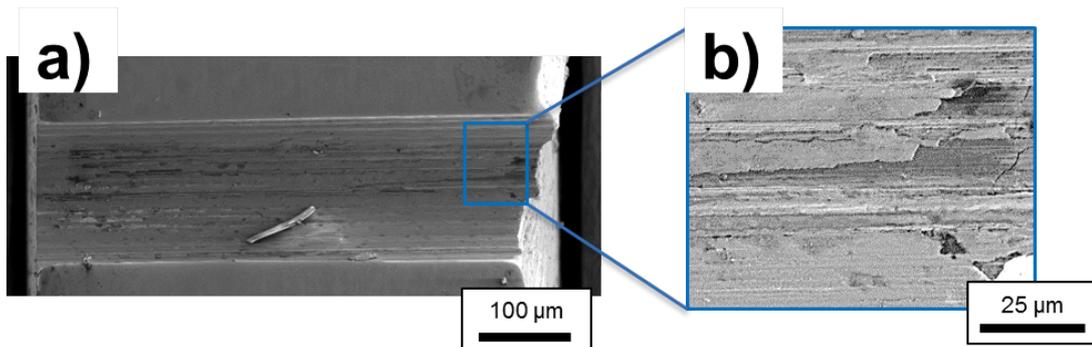


Abbildung 5.18: Querschliff der Matrix einer Pull-out Probe mit  $\text{Er}_2\text{O}_3$  Zwischenschicht nach dem Versuch (L:  $583 \mu\text{m}$ ,  $F_{ab}$ :  $37,7 \text{ N}$ ) (a) REM Übersichtsbild b) REM Detailaufnahme der Zwischenschicht).

freier Faser, welche in Abb. 5.19 c) zu sehen ist (rot gestrichelte Linie), weist diese größere Defekte auf. Es bleibt nach dem Versuch, sowohl an der Faser, als auch an der Matrix ein Teil der Zwischenschicht haften. Die EDX Analyse ergab Erbium und Sauerstoff ohne andere Fremdelemente.

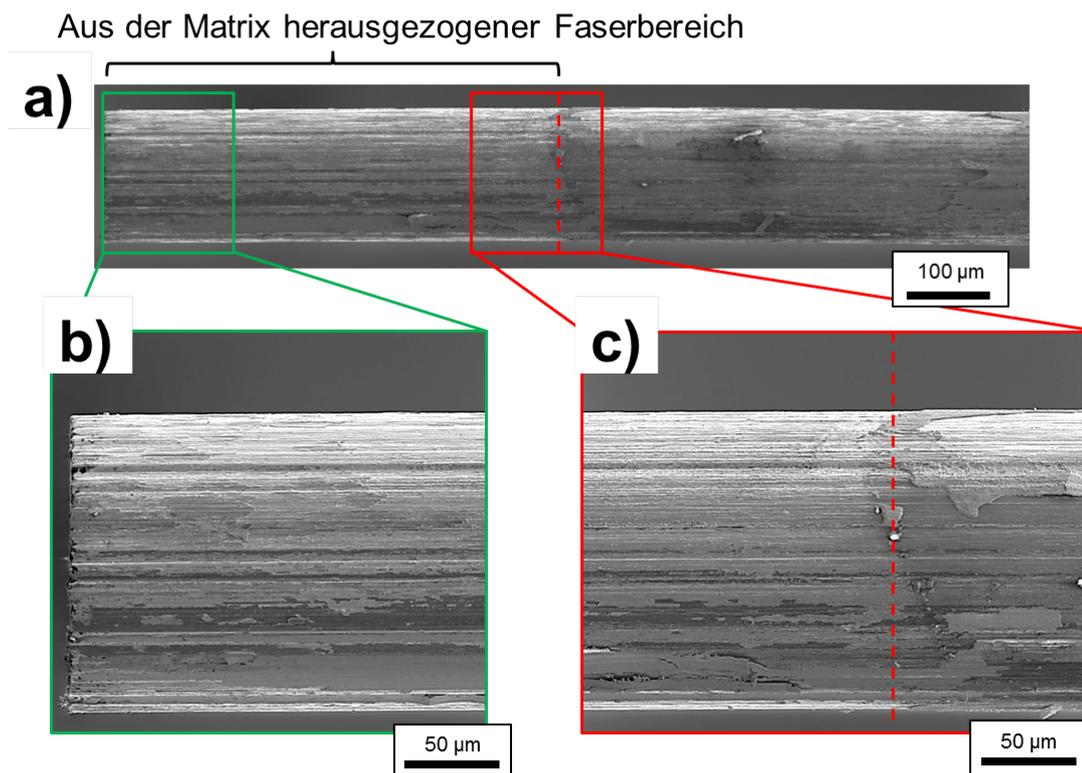


Abbildung 5.19: Herausgezogene Faser einer Pull-out Probe mit  $\text{Er}_2\text{O}_3$  Zwischenschicht nach dem Versuch (L:  $583 \mu\text{m}$ ,  $F_{ab}$ :  $37,7 \text{ N}$ ) (a) REM Übersichtsbild der Faser b), c) REM Detailaufnahme der Faser).

In Abb. 5.20 sind REM Aufnahmen einer halb angeschliffenen Matrix, aus welcher die Faser mit  $\text{Y}_2\text{O}_3$  beschichtete Faser herausgezogen wurde, dargestellt. In Abb. 5.20 b) ist das  $\text{Y}_2\text{O}_3$  erkennbar, welches eine strukturierte Oberfläche aufweist. Diese Struktur findet sich auf der ganzen Probe.

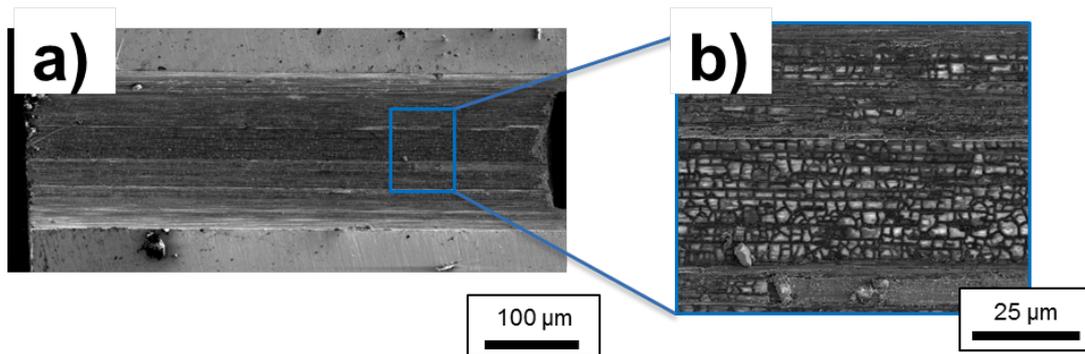


Abbildung 5.20: Querschliff der Matrix einer Pull-out Probe mit  $Y_2O_3$  Zwischenschicht nach dem Versuch (L:  $591 \mu\text{m}$ ,  $F_{ab}$ :  $44,3 \text{ N}$ ) (a) REM Übersichtsbild b) REM Detailaufnahme der Zwischenschicht).

In Abb. 5.21 a), b) und c) ist die herausgezogene Faser abgebildet. Auf dem herausgezogenen Teil der Faser, ist kein  $Y_2O_3$  zu erkennen. Lediglich am freien Faserende, Abb. 5.21 c) rechts der gestrichelten roten Linie, haftet  $Y_2O_3$  an der Faser. Die EDX Analyse der Zwischenschicht ergab Yttrium, Sauerstoff und Fluor, welches sich nur im Zwischenschichtmaterial finden lässt.

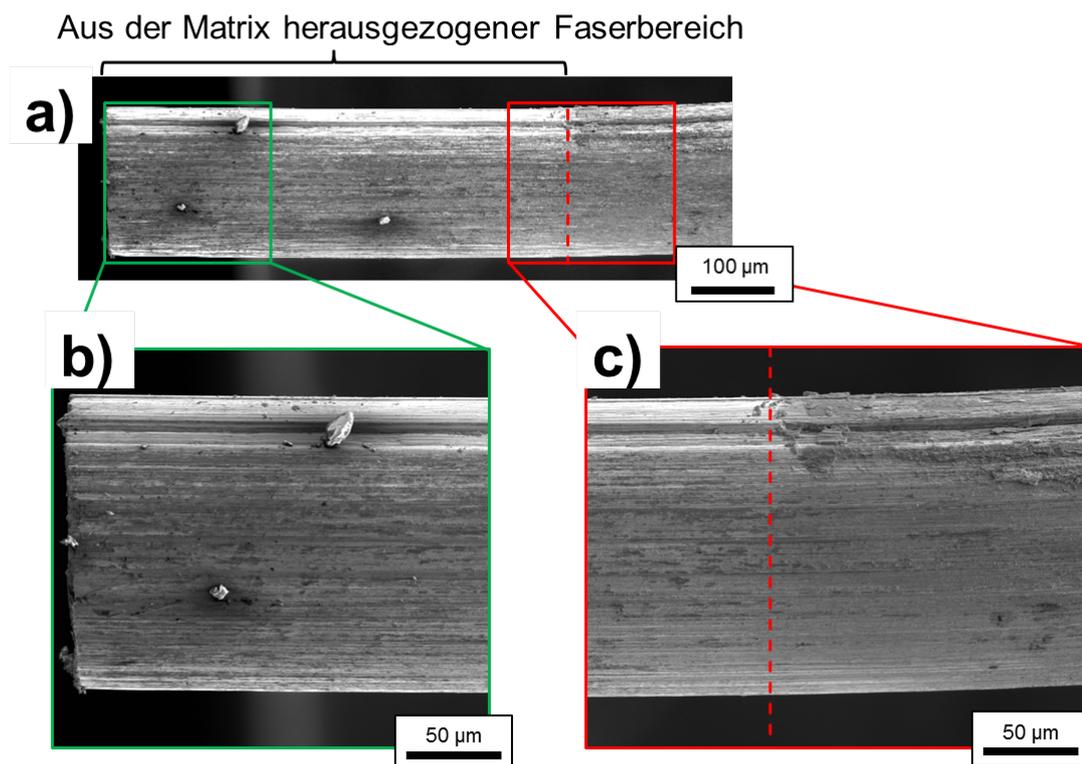


Abbildung 5.21: Herausgezogene Faser einer Pull-out Probe mit  $Y_2O_3$  Zwischenschicht nach dem Versuch (L:  $591 \mu\text{m}$ ,  $F_{ab}$ :  $44,3 \text{ N}$ ) (a) REM Übersichtsbild der Faser b), c) REM Detailaufnahme der Faser).

## 5.2.2 Zwischschichteigenschaften: Verbundwerkstoff

Mithilfe der in Kapitel 4.3.1 durchgeführten Zugversuche an  $W_f/W$  lassen sich die  $\tau_{re}$  für die zwei verschiedenen Zwischenschichten berechnen. Für diese Berechnung werden

zuerst die einzelnen Proben auf der Vorder- und Rückseite mittels eines konfokalen Laser-Scanning-Mikroskopes (Abk.: CLSM) aufgenommen. Im Anschluss wurde überprüft, ob die Risse auf beiden Seiten zu erkennen sind, also die Matrix komplett gebrochen ist. Dies war für alle Proben der Fall. Die Abstände  $l$  der Risse zueinander, welche für die Berechnung der Reibspannung notwendig sind, werden ausgemessen. Die Mittelwerte der Rissabstände sind in Tab. 5.3 dargestellt.

Tabelle 5.3: Auflistung Charakteristika der Zugproben.

Probe	Anzahl Matrixrisse	Rissabstände: $l$	Faservolumen
$W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1	12	$1,29 \pm 0,52$ mm	22 [%]
$W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS4	19	$1,63 \pm 0,28$ mm	21 [%]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS4	12	$4,24 \pm 1,50$ mm	11 [%]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS6	11	$4,88 \pm 0,96$ mm	11 [%]

Der Abstand der Matrixrisse lässt nach Gl. 5.16 die Reibscherspannung ( $\tau_{re}$ ) für die einzelnen Zwischenschichten berechnen. Die Ergebnisse dieser Berechnungen sind:

- $W_f/W_{Er_2O_3}$   $\tau_{re} = (48,7 \pm 1,0)$  MPa
- $W_f/W_{Y_2O_3}$ :  $\tau_{re} = (15,4 \pm 0,7)$  MPa

### 5.3 Zusammenfassung und Diskussion der Zwischenschichteigenschaften

Da die Zwischenschicht zwischen Faser und Matrix das Verhalten des Verbundwerkstoffes signifikant prägt, wurde diese gezielt untersucht. Für die Untersuchung der Zwischenschichteigenschaften wurden Modellsysteme in Push- und Pull-out Tests verwendet. Mit diesen Methoden konnte die Scherspannung beim Ablösen ( $\tau_{ab}$ ), die Reibscherspannung ( $\tau_{re}$ ) und die spezifische Bruchenergie der Zwischenschicht ( $\mathcal{G}_i$ ) ermittelt werden. Darüber hinaus wurde die Reibscherspannung auch mittels Zugversuchen ermittelt.

#### Scherspannung der Zwischenschicht

Die berechneten Scherspannungen  $\tau_{ab}$  und  $\tau_{re}$  der beiden Zwischenschichtmaterialien sind in Tab. 5.4 zusammengefasst. Die Bruchspannung für  $Er_2O_3$  ist sowohl im Push-out, wie auch im Pull-out Test, niedriger als diejenige, die für  $Y_2O_3$  ermittelt wurden. Bei der Reibscherspannung ist zwischen den Modellsystemen kein großer Unterschied zu erkennen. Die Reibscherspannungen, die aus multiplem Matrixversagen der Kompositproben berechnet wurden, zeigen jedoch deutlich niedrigere Werte als jene, die an den Modellsystemen ermittelt wurden.

Bei Du [12] sind Push-out Ergebnisse für eine  $Er_2O_3$  Zwischenschicht ersichtlich. Diese sind für eine Zwischenschichtdicke von  $1 \mu\text{m}$   $\tau_{ab-1000}=399$  MPa und  $\tau_{re-1000}=64$  MPa. Bei einer Dicke von  $0,6 \mu\text{m}$  sind die Werte  $\tau_{ab-600}=363$  MPa und  $\tau_{re-600}$  174 MPa. Die Werte für  $\tau_{ab}$  sind mit den in der vorliegenden Arbeit ermittelten Werten für die Push-out Test zu

Tabelle 5.4: Ergebnisse der einzelnen Zwischenschichtuntersuchungsmethoden.

Methoden	Schicht	$\tau_{ab}$ [MPa]	$\tau_{re}$ [MPa]
Push-out Test	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	352,7 ± 12,0	240,7 ± 13,6
Push-out Test	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	441,2 ± 11,9	222,3 ± 6,9
Pull-out Test	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	125,4 ± 12,2	116,2 ± 8,8
Pull-out Test	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	149,3 ± 9,5	123,3 ± 6,8
Multiples Matrixversagen	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	–	48,7 ± 1,0
Multiples Matrixversagen	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	–	15,4 ± 0,7

vergleichen und variieren nur geringfügig. Bei den Werten für  $\tau_{re}$  zeigen sich große Schwankungen. Diese Schwankungen sind sowohl innerhalb der Arbeit von Du [12] als auch im Vergleich mit den in dieser Arbeit ermittelten Werten zu erkennen (siehe Tab. 5.4).

### Vergleich der Zwischenschichtmaterialien

Die Proben mit einer Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Zwischenschicht, zeigen in Abb. 5.4 eine zweilagige Zwischenschicht. Diese ist auch nach dem Push-out Versuch in Abb. 5.10 und nach dem Pull-out Versuch in Abb. 5.18 und Abb. 5.19 zu sehen. Diese zwei Lagen entstehen während des PVD Prozesses, bei dem die Faser um 180 Grad gedreht wird, um sie vollständig rundum zu beschichten. Diese Prozessunterbrechung erzeugt eine Schwachstelle und die Scherkräfte verursachen das Ablösen zwischen diesen beiden Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Schichten. Sowohl an der Matrix, wie auch an der Faser, lässt sich eine relativ glatte Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Schicht erkennen. Eine Beeinflussung der Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Zwischenschicht durch den W-CVD Prozess konnte nicht gefunden werden.

Bei den Proben mit einer Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Zwischenschicht konnten im Herstellungszustand (siehe Abb. 5.5) W-Stege, von der Matrix über die Zwischenschicht bis zur Faser, gefunden werden. Diese Stege lassen sich auch in den Bruchbildern in Abb. 5.11, Abb. 5.20 und Abb. 5.21 nach den Versuchen erkennen. Ein Zweischichtensystem wie beim Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, konnte nicht identifiziert werden, obwohl auch hier die Fasern in zwei Durchgängen beschichtet wurden. Die Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Zwischenschicht lösen bei Belastung zwischen der Faser und der Zwischenschicht ab. Dabei bleibt eine raue Oberfläche an der Matrix zurück.

Beide Materialien zeigen ein ähnliches Ablöseverhalten. Die Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Schichten scheinen sich jedoch während der W-CVD-Abscheidung leicht zu verändern, sodass Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> als die stabilere Schicht gelten muss. Der Nachteil dieser Schicht liegt allerdings in den ungünstigeren radioaktiven Eigenschaften [134].

### Vergleich der Untersuchungsmethoden

Die Einzelfaser-Modellsysteme lassen sich nur bedingt auf das Verhalten des Komposits [72] und somit auf das Verhalten von  $W_f/W$  [17] anwenden. Zwischen den einzelnen Untersuchungsmethoden lassen sich große Unterschiede der einzelnen Werte erkennen. Dieses Verhalten wurde bereits von Piggott [72] diskutiert. Beim Push-out Test werden die Fasern durch den axialen Druck elastisch und teilweise plastisch gestaucht, was in radialen Druckspannungen auf die Zwischenschicht resultiert. Dies führt dazu, dass die Kräfte für das Ablösen und die Reibung erhöht werden und es somit zu einer Überbewertung der Scherspannungen kommt. Bei Pull-out Tests kann es durch eine elastische Verringerung

des Faserquerschnittes zu einer Zugspannung auf die Zwischenschicht kommen. Somit werden die Scherspannungen in der Zwischenschicht unterbewertet. Dies wird auch bei den hier untersuchten Materialien, aufgrund der niedrigeren Werte, vermutet. Die Reibscherspannungen, die aus dem multiplen Versagen der Matrix beim Komposit ermittelt wurden, sind im Vergleich zu den Modellsystemwerten bei weitem niedriger. Dies kann durch Poren im Material, welche zu Spannungsspitzen und dadurch zu Matrixrissen während des Versuches führen, erklärt werden (siehe Kapitel 7.6.1).

Des Weiteren lassen die großen Unterschiede der einzelnen Untersuchungsmethoden vermuten, dass diese Werte von der elastischen Verquetschung (Push-out) oder elastischen Verjüngung (Pull-out) der Faser beeinflusst sind. Piggott [72] schlägt vor die Untersuchungsmethoden der Zwischenschicht auf das Kompositverhalten zu beziehen und, wenn möglich, Verbundwerkstoffe mit verschiedenen Zwischenschichten herzustellen und diese unter relevanten Belastungen zu testen. Dies erscheint ein sinnvolles Vorgehen zu sein, da Verbundwerkstoffe immer für einen bestimmten Belastungsfall ausgelegt und hergestellt werden sollten. Sollte dies nicht möglich sein, wird der Pull-out Test als zuverlässigere Methode für die Zwischenschichtcharakterisierung angesehen, da hierbei die Zwischenschicht nicht gestaucht, verpresst und aufgeschoben wird wie beim Push-out Test [72].

**Bruchenergie der Zwischenschicht:  $\mathcal{G}_i$**

Für die  $\mathcal{G}_i$  wurden in Kapitel 5.2.1 (siehe Abb. 5.9 und Abb. 5.17) für R/r Verhältnisse von 1,007 bis 9 verschiedene spezifische Bruchenergien berechnet. Die Werte für ausgewählte spezifische Bruchenergien wurden mit Gl. 5.13 berechnet und sind in Tab. 5.5 dargestellt.

Tabelle 5.5: Zusammenfassung der spezifischen Bruchenergien der Zwischenschichten aus Push-out und Pull-out

		R/r					
		1,007	1,3	2,3	4	6	9
		$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_i$
Methode	Schicht	[J/m <sup>2</sup> ]					
Push-out	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,78	33,74	99,40	162,62	210,19	257,75
Push-out	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,21	52,55	154,78	283,24	327,31	401,36
Pull-out	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,09	3,93	11,58	18,94	24,48	30,01
Pull-out	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,13	5,81	17,10	27,99	36,17	44,34

R ist der Abstand vom Fasermittelpunkt, bei dem die Scherspannung in der Matrix auf null gesunken ist, und r ist der Faserradius. Der Wert von R ist für  $W_f/W$  jedoch nicht bekannt. Bei Verbundwerkstoffen wird das Verhältnis für schwache Zwischenschichten mit 2-3 und bei starken Zwischenschichten mit bis zu 9 angegeben [135, 136]. Für  $W_f/W$  werden je nach Untersuchungsmethode unterschiedliche R/r Verhältnisse vermutet. Geht man davon aus, dass die gesamten wirkenden Kräfte von den Auflagern übernommen werden, gibt es ab diesem Punkt keine Spannungen mehr in der Matrix. So wird beim Push-out Test der Lochdurchmesser des Probenhalters von 350  $\mu\text{m}$  als Wert angenommen, bei dem die Scherspannung in der Matrix auf null gesunken ist. Somit kommt es zu einem R/r Verhältnis von 2,3. Bei den Pull-out Tests wird die Schlitzbreite von 200  $\mu\text{m}$  angenommen. Daraus ergibt sich ein R/r Verhältnis von 1,3. Ein weiterer möglicher Ansatz ist die

Annahme, dass sich die Scherspannungen nicht durch die Zwischenschicht auf die spröde Matrix übertragen und sich somit komplett in der Zwischenschicht abbauen. Dies führt zu einem R von 151  $\mu\text{m}$ , der Mitte der Zwischenschicht bei einer Dicke von 1  $\mu\text{m}$ , und somit zu einem R/r Verhältnis von 1,007. Diese These wird von den Versagensmechanismen der Zwischenschicht und im Speziellen von den Bruchbildern (siehe Abb. 5.8, Abb. 5.11, Abb. 5.18, Abb. 5.19, Abb. 5.20 und Abb. 5.21) gestützt.

Die so ermittelten Werte variieren um mehr als zwei Größenordnungen. Um eine genauere Aussage über die spezifische Bruchenergie der Zwischenschicht treffen zu können, müssten die Spannungen, die während des Versuches auftreten, gemessen werden. Eine Möglichkeit wäre die Spannungsveränderungen bei Push-out oder Pull-out Versuchen durch Röntgendiffraktion (engl.: X-ray diffraction, XRD) mit hochenergetischer Synchrotronstrahlung sichtbar zu machen.

**Ablösekriterium:**  $\mathcal{D}$

Für die Berechnung des Verhältnisses  $\mathcal{D}$  (siehe Kapitel 2.2.1, Gl. 2.1) wurden für R/r die Werte 1,007, 1,3, 2,3, 4, 6 und 9 verwendet. Für die spezifische Bruchenergie der Faser wurden die Werte 190000  $\text{J/m}^2$  [87] und 320000  $\text{J/m}^2$  [58] gewählt.

Die Ergebnisse sind in den Tab. 5.6 und Tab. 5.7 dargestellt.

Tabelle 5.6: Berechnung des Verhältnisses von spezifischer Zwischenschicht- zur Faserbruchenergie  $\mathcal{D}$  mit dem r/R Verhältnis von 1,007, 1,3 und 2,3. Spezifischen Faserbruchenergie: 1: 190000 [ $\text{J/m}^2$ ] und 2: 320000 [ $\text{J/m}^2$ ].

		R/r					
		1,007		1,3		2,3	
Methode	Schicht	1	2	1	2	1	2
Push-out	$\text{Er}_2\text{O}_3$	$0,41 \cdot 10^{-5}$	$0,24 \cdot 10^{-5}$	$18 \cdot 10^{-5}$	$11 \cdot 10^{-5}$	$52 \cdot 10^{-5}$	$31 \cdot 10^{-5}$
Push-out	$\text{Y}_2\text{O}_3$	$0,64 \cdot 10^{-5}$	$0,38 \cdot 10^{-5}$	$28 \cdot 10^{-5}$	$16 \cdot 10^{-5}$	$81 \cdot 10^{-5}$	$48 \cdot 10^{-5}$
Pull-out	$\text{Er}_2\text{O}_3$	$0,048 \cdot 10^{-5}$	$0,028 \cdot 10^{-5}$	$2,1 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^{-5}$	$6,1 \cdot 10^{-5}$	$3,6 \cdot 10^{-5}$
Pull-out	$\text{Y}_2\text{O}_3$	$0,071 \cdot 10^{-5}$	$0,042 \cdot 10^{-5}$	$3,1 \cdot 10^{-5}$	$1,8 \cdot 10^{-5}$	$9,0 \cdot 10^{-5}$	$5,3 \cdot 10^{-5}$

Tabelle 5.7: Berechnung des Verhältnisses von spezifischer Zwischenschicht- zur Faserbruchenergie  $\mathcal{D}$  mit dem r/R Verhältnis von 4, 6 und 9. Spezifischen Faserbruchenergie: 1: 190000 [ $\text{J/m}^2$ ] und 2: 320000 [ $\text{J/m}^2$ ].

		R/r					
		4		6		9	
Methode	Schicht	1	2	1	2	1	2
Push-out	$\text{Er}_2\text{O}_3$	$86 \cdot 10^{-5}$	$51 \cdot 10^{-5}$	$110 \cdot 10^{-5}$	$66 \cdot 10^{-5}$	$140 \cdot 10^{-5}$	$81 \cdot 10^{-5}$
Push-out	$\text{Y}_2\text{O}_3$	$130 \cdot 10^{-5}$	$79 \cdot 10^{-5}$	$170 \cdot 10^{-5}$	$100 \cdot 10^{-5}$	$210 \cdot 10^{-5}$	$130 \cdot 10^{-5}$
Pull-out	$\text{Er}_2\text{O}_3$	$9,9 \cdot 10^{-5}$	$5,9 \cdot 10^{-5}$	$13 \cdot 10^{-5}$	$7,6 \cdot 10^{-5}$	$16 \cdot 10^{-5}$	$9,4 \cdot 10^{-5}$
Pull-out	$\text{Y}_2\text{O}_3$	$15 \cdot 10^{-5}$	$8,7 \cdot 10^{-5}$	$19 \cdot 10^{-5}$	$11 \cdot 10^{-5}$	$23 \cdot 10^{-5}$	$14 \cdot 10^{-5}$

Auch diese Werte schwanken um mehrere Größenordnungen, aber alle getesteten Zwischenschichten erfüllen das kritische Verhältnis  $\mathcal{D}_c$ , das kleiner als 0,25 sein muss (Kapitel 2.2.1, Gl. 2.1), um ein Ablösen der Faser zu ermöglichen. Im Vergleich zur spezifischen Bruchenergie der Faser ist die spezifische Bruchenergie der Zwischenschichten sogar extrem niedrig. Selbst unter der Annahme einer starken Zwischenschicht ( $R/r=9$ ) ist das Verhältnis weit vom kritischen Wert entfernt. Ähnliche Beobachtungen wurden auch von Du [12], bei der Untersuchung verschiedenster Materialien mittels Push-out Versuchen an  $W_f/W$  Modellsystemen gemacht. Hierbei verhielten sich alle Materialien ähnlich. Es konnte für jedes Material ein Ablösen beobachtet werden und das Ablösekriterium wurde erfüllt.

Diese Beobachtung legt die Vermutung nahe, dass sich die W-Faser im Herstellungszustand, aufgrund ihrer hohen Zugfestigkeit und Bruchenergie, immer ablösen wird. Da aber bei der Verwendung in einer Komponente in einer Fusionsanlage die Fasern durch hohe Temperaturen und den Neutronenbeschuss potentiell verspröden, ist es notwendig das Verhalten der Zwischenschicht in Kombination mit spröden Fasern zu untersuchen. Die Bruchenergie für spröde Fasern ist sehr viel niedriger als die für Fasern im Herstellungszustand. Es konnte bereits gezeigt werden, dass sich die Bruchenergie von K-dotierten W-Fasern, welche auf  $1000^\circ\text{C}$  geheizt wurden, im Vergleich zu im Herstellungszustand befindlichen Fasern mehr als halbiert [58]. Aus diesem Grund muss die Bruchenergie der Zwischenschicht bei der Verwendung von  $W_f/W$  in einer Komponente sehr gering sein, um ein Ablösen der Faser zu ermöglichen. Es sollte aber nicht außer Acht gelassen werden, dass über die Zwischenschicht auch die Kräfte der Matrix an die Fasern übertragen werden müssen, weshalb diese nicht so schwach wie möglich ausgelegt werden darf. Es kann somit noch keine Empfehlung für die Zwischenschicht in  $W_f/W$  ausgesprochen werden, da das Materialverhalten im versprödeten Zustand weiter untersucht werden muss. Dies sollte an einer Komponente oder zumindest an großen Proben unter relevanten Lastbedingungen erfolgen, um das Material optimal für die Fusion auslegen zu können.



## 6 Weiterentwicklung der Herstellung von $W_f/W$

Im Kapitel 3 wurde der Zustand der  $W_f/W$ -Herstellung bis zur Aufnahme dieser Arbeit im März 2015 zusammenfasst. Das folgenden Kapitel beschreibt die Weiterentwicklung der Herstellung von  $W_f/W$ . Dafür wurde die verbesserte Faservorform aus Kapitel 4.2 verwendet und deren Eignung für die Minimierung der Matrixporosität untersucht. Im Anschluss folgt die Vorstellung eines kontinuierlichen Herstellungsprozesses für  $W_f/W$  mit dem Namen FRED (engl.: For rotary enhanced deposition).

### 6.1 Porositätsstudie an $W_f/W$

Um die Tauglichkeit der W-Gewebe, die in Kapitel 4.2 vorgestellt wurden, für die Verwendung als Faservorform für die Herstellung im lagenweisen Prozess zu überprüfen, stellte man aus jedem Gewebe je eine Platte mit drei Faserlagen her. Für die Herstellung der Platten verwendete man, wie in Kapitel 3.5 beschrieben, den lagenweisen Prozess. Für die Beschichtung wurden die Gewebe jeweils in einen Rahmen eingespannt und auf einem Heiztisch platziert. Argon fungiert dabei als Schutzgas während des Aufheizens, um eine mögliche Oxidation zu verhindern. Mit einem Volumenstrom von 400 sccm wurde dies in die Kammer eingeleitet, während der Druck über ein Ventil vor der Pumpe auf  $1 \cdot 10^4$  Pa geregelt wurde. Dieser Druck fand auch bei der W-Abscheidung Verwendung. Nachdem die gewünschte Abscheidetemperatur (Oberflächentemperatur:  $600^\circ\text{C}$ ) erreicht wurde, ist das Reduktionsgas  $\text{H}_2$  mit 1500 sccm in die Kammer eingeleitet worden und wurde für 15 Minuten gehalten, um während der Abscheidung konstante Bedingungen zu erhalten. Dann wurde der Argonfluss unterbrochen und stattdessen ein Volumenstrom von 400 sccm  $\text{WF}_6$  für die Abscheidung eingestellt. Nachdem die Wolframabscheidung abgeschlossen wurde, ist der Zufluss von  $\text{WF}_6$  unterbrochen worden und ein Argonfluss von 400 sccm wurde eingestellt. Um das nicht vollständig abreagierte  $\text{WF}_6$  oder HF von der Oberfläche des W zu entfernen, wurde vor dem Abkühlen der Fluss für 15 Minuten gehalten und im Anschluss das Reduktionsgas  $\text{H}_2$  abgeschaltet. Danach fand eine kontrollierte Abkühlung des Heiztisch mit Schutzgas auf unter  $200^\circ\text{C}$  statt, bevor die Vakuumkammer geöffnet wurde, um die Oxidation des W zu unterbinden.

Die beheizte quadratische Fläche hat eine Kantenlänge von 45 mm, was zu einer Probengröße von  $2025 \text{ mm}^2$  führt. In Abb. 6.1 ist eine solche  $W_f/W$  Platte, die aus drei Lagen des Gewebes 4 besteht, dargestellt. Nach dem Aufwachsen der CVD Matrix kann man noch die Struktur der Vorform mit Schuss- und Kettfasern erkennen, da sich das CVD-W auf allen Strukturen gleichmäßig abscheidet und diese somit abbildet.

In der Mitte jeder der fünf  $W_f/W$  Platten wurde mittels Drahterosion [137] ein Schnitt senkrecht zu den Kettfasern erstellt. Diese Schnitte wurden metallographisch geschliffen und poliert, um die Mikrostruktur sichtbar zu machen. Querschliffe aller fünf Plattentypen sind in Abb. 6.2 dargestellt und wurden mittels Bildauswertung bezüglich der Porosität ausgewertet. Das Bild wurde in ein Schwarz-Weiß-Bild umgewandelt, die schwarzen Bild-

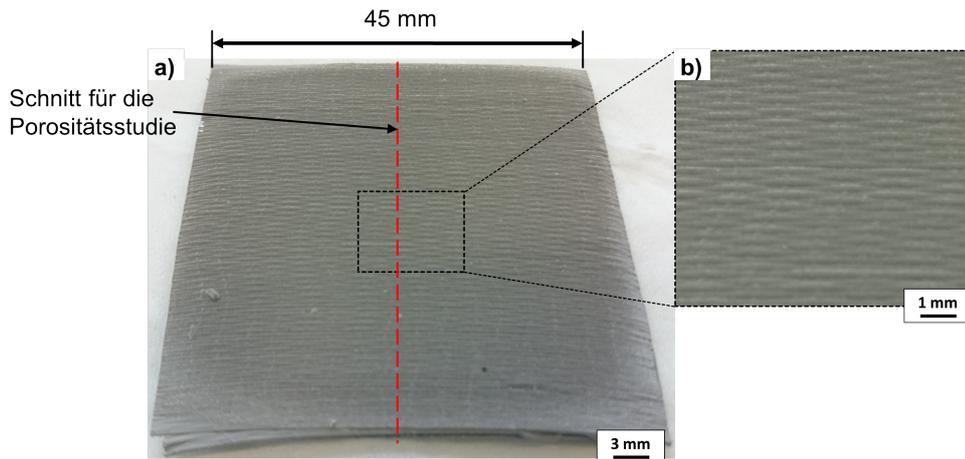


Abbildung 6.1:  $W_f/W$ -Platte aus drei Lagen des Gewebes 4.  
a) Übersichtsbild  
b) Detailaufnahme der Oberflächenstruktur.

bereiche wurden Poren zugeordnet, während die weißen Bildbereiche solidem Wolfram entsprechen. Es fand keine Unterscheidung zwischen Fasern und aufgewachsenen CVD-W statt. Diese Evaluation wurde am ganzen Querschliff mit einer Fläche von circa  $90 \text{ mm}^2$  durchgeführt. Deshalb liegt nur eine Messung über eine relativ große Querschnittfläche pro Gewebe vor. Das aufgewachsene CVD-W wächst sternförmig um die Fasern herum auf. Da die Heizquelle auf der Unterseite der Platten war, zeigt die Wachstumsrichtung von unten nach oben.

Es kann festgestellt werden, dass für Gewebe 1 große Porenketten zwischen den einzelnen Lagen entstanden sind, was zu einer niedrigen Dichte dieses Komposits von 83,8 % führt. Die Porenketten zwischen den Lagen nehmen für Gewebe 2 und 3 ab. Dies führt zu einer niedrigeren Porosität und dadurch zu einem dichteren Komposit. Für Gewebe 2 bedeutet dies eine Dichte von 92,9 % und für Gewebe 3 von 96,5 %. Als annähernd dicht können die Gewebe 4 und 5 mit einer Dichte von 99,4 % und 99,7 % betrachtet werden, obwohl es auch hier vereinzelte kleine Poren zwischen den Lagen gibt.

In Tab. 6.1 sind die gemessenen Kettfaserabstände der W-Gewebe und die ermittelten Dichten des hergestellten dreilagigen  $W_f/W$  Platten dargestellt.

Tabelle 6.1: Die verschiedenen Wolframgewebe mit den jeweiligen Kettfaserabständen (Abb. 4.8) und die Dichte des zugehörigen dreilagigen  $W_f/W$ s (Abb. 6.2). (Untersuchte Fläche: circa  $90 \text{ mm}^2$ )

Gewebe	Kettfaserabstand	gemessene Dichte
1	$90 \pm 12 \text{ } \mu\text{m}$	83,8 %
2	$113 \pm 8 \text{ } \mu\text{m}$	92,9 %
3	$158 \pm 17 \text{ } \mu\text{m}$	96,5 %
4	$204 \pm 19 \text{ } \mu\text{m}$	99,3 %
5	$271 \pm 10 \text{ } \mu\text{m}$	99,7 %

Lagen:

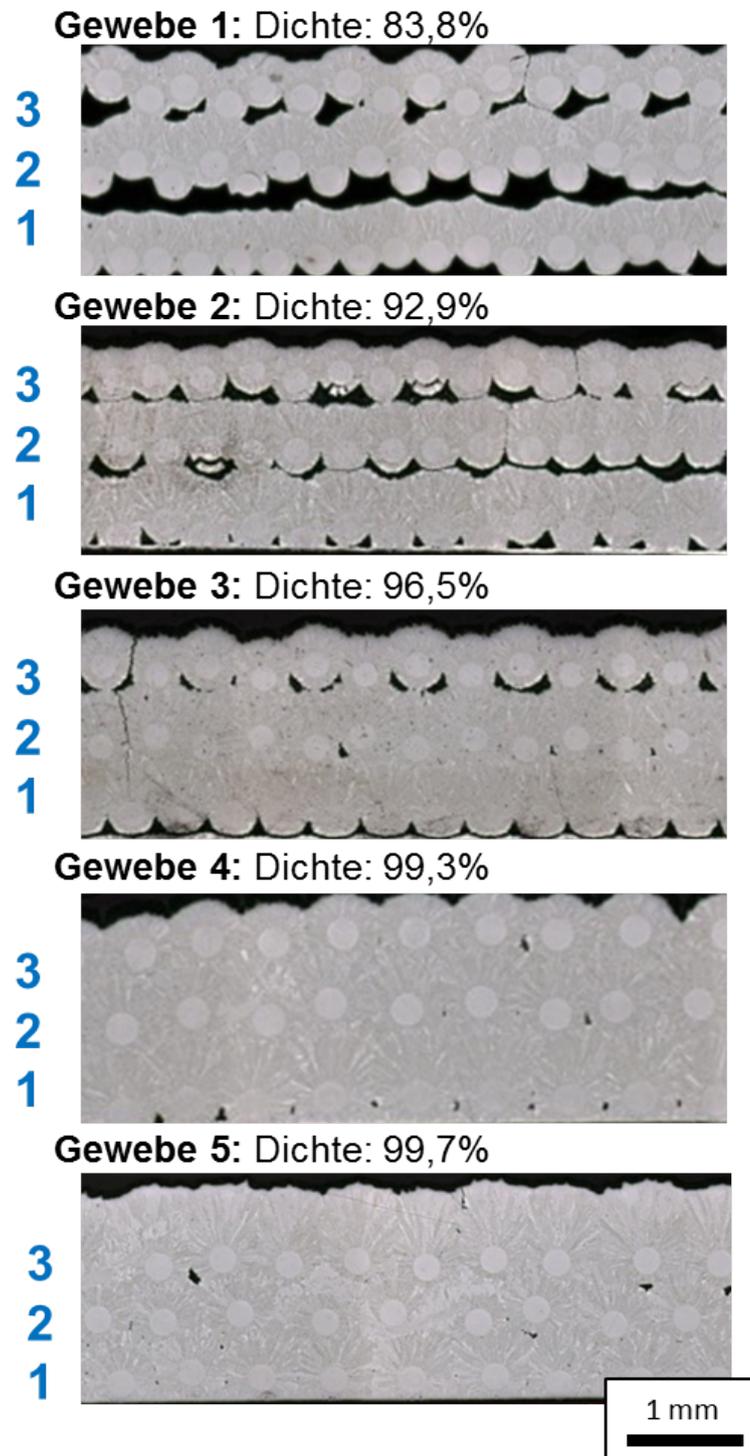


Abbildung 6.2: Optische Mikroskopieaufnahmen von fünf verschiedenen W<sub>f</sub>/W Platten, welche jeweils mit verschiedenen Geweben hergestellt wurden.

## 6.2 Kontinuierlicher $W_f/W$ Herstellungsprozess

Wie in Kapitel 3.5 erklärt, gibt es bei der bisherigen Herstellung von  $W_f/W$  das Problem, dass nach jeder Lage die Reaktionskammer geöffnet werden muss, was zu Verunreinigungen zwischen den Schichten führen kann. Dies begünstigt neues Kornwachstum und der Bildung von Grenzflächen zwischen den Faserlagen. Darüber hinaus ist der Prozess, durch Aufheizen und Abkühlen, enorm zeitaufwändig und durch viele manuelle Schritte (Platzierung der Faserlagen, Entfernung des Rahmens und Reinhaltung der Oberfläche) schlecht reproduzierbar. Um diese Probleme zu lösen, wurde wie in Abb. 6.3 dargestellt, ein Konzept zur kontinuierlichen Herstellung von  $W_f/W$  entwickelt.

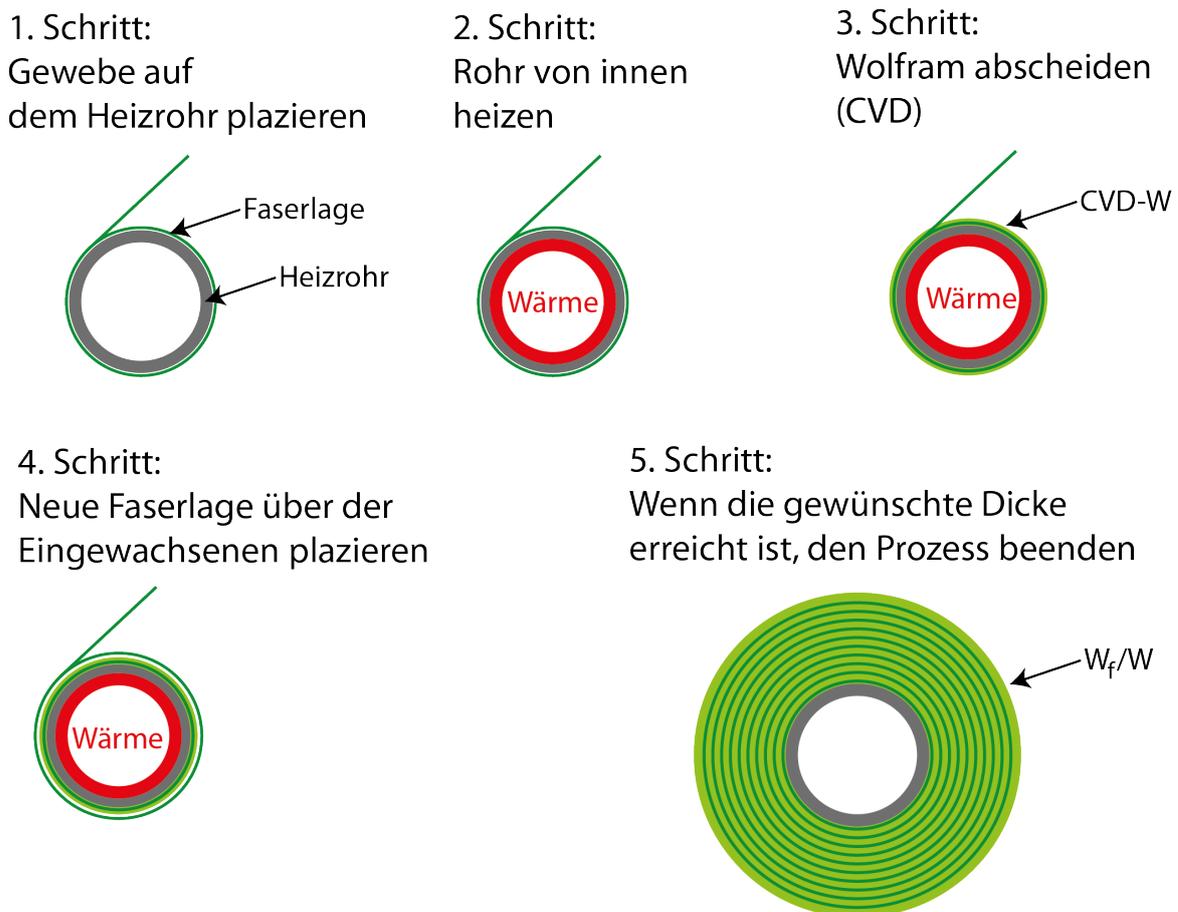


Abbildung 6.3: Konzept zur kontinuierlichen Herstellung von  $W_f/W$ .

Der dargestellte kontinuierliche Prozess basiert auf der lagenweisen Herstellung von  $W_f/W$  (siehe Kapitel 3.5) und findet von Anfang an im Vakuum statt. Zuerst wird eine Lage einer Wolframfaservorform (z.B. Gewebe) auf einem Rohr aufgewickelt. Mit dem Aufheizen ist der zweite Schritt vollzogen. Im Anschluss wird das CVD-W auf der heißen Faserlage abgeschieden. Der vierte Schritt beinhaltet das Aufwickeln einer weiteren Faserlage auf die bereits erzeugte Lage  $W_f/W$ , ohne den Aufbau abzukühlen und zu belüften, und wird wie in Schritt drei beschrieben mit Wolfram beschichtet. Die Schritte drei und vier werden so lange wiederholt, bis die gewünschte Dicke erreicht ist. Aus dem erzeugten  $W_f/W$  kann die benötigte Form für die weitere Verwendung erodiert werden.

Der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Aufbau für die kontinuierliche Herstellung (FRED)

kann in die bereits existierende WILMA implementiert werden. Wie in Abb. 6.4 gezeigt, wurde eine Vakuumkammer mit zwei drehbaren Rohren ausgelegt, konstruiert und gebaut (siehe Anhang). Für die Rohre wurden drehbare Vakuumdurchführungen, welche bis  $250^{\circ}\text{C}$  in korrosiver Umgebung (Flusssäure, H und  $\text{WF}_6$ ) sicher betrieben werden können, entwickelt und getestet. Durch die zwei gegenüberliegenden Drehdurchführungen wurde ein Rohr gesteckt. Auf einem Rohr wird das Gewebe, welches beschichtet werden soll, vorgehalten. Dieses muss von der Wärmestrahlung des beheizten zweiten Rohres abgeschirmt werden, damit dort keine W-Abscheidung stattfindet. Das zweite Rohr, auf dem die Beschichtung stattfindet, ist von innen beheizt. So haben die Heizelemente keinen direkten Kontakt mit den Prozessgasen. Auf diesem Rohr werden zwei Halbschalen aus einer Wolframlegierung (HPM1850, H.C. Stark [138]) aufgeklemmt. Diese Wolframlegierung hat einen vergleichbaren Wärmeausdehnungskoeffizienten wie W. Auf den Halbschalen findet die W-Abscheidung statt. Die Drehung der Rohre erfolgt manuell ohne Motor und Steuerung. Des Weiteren sind auf drei Seiten des beheizten Rohres Gaszuleitungen für die Bereitstellung der Reaktionsgase mit sog. Gasduschen angebracht (siehe Abb. 6.5).

Dieser Aufbau wurde wie in Abb. 6.4 a) dargestellt, unter die Vakuummantel von WILMA platziert. In Abb. 6.4 b) ist der Aufbau mit allen relevanten Bauteilen vor der Beschichtung zu sehen.

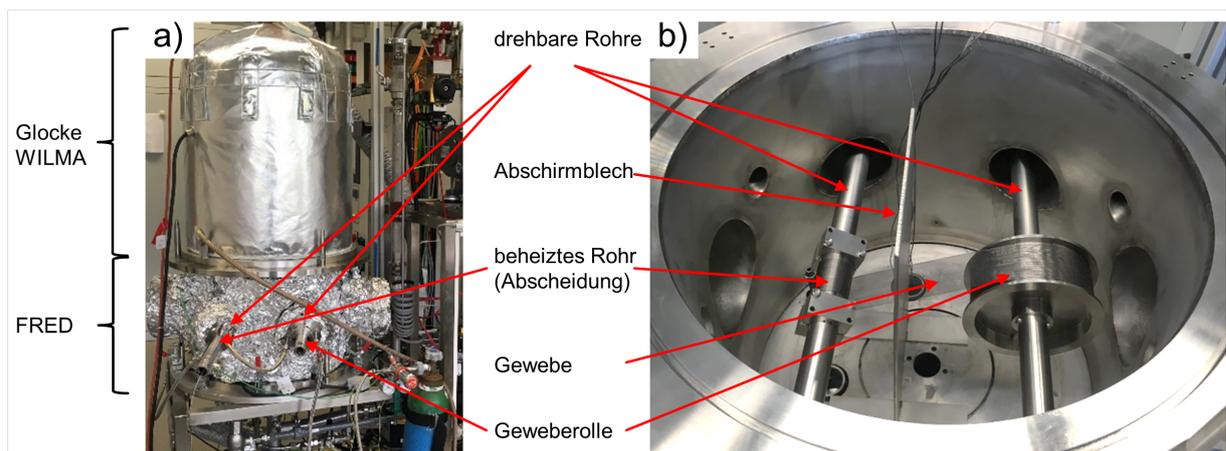


Abbildung 6.4: Aufbau von FRED a) zusammgebaut mit der Glocke von WILMA b) Detailansicht der inneren Beschichtungskammer.

Durch das manuelle Drehen des Heizrohres wurde das Gewebe gespannt und die Geweberolle dreht sich passiv mit. Somit reicht die Reibung des Systems aus, um das Gewebe auf Spannung zu halten. Während der Abscheidung wurde am Heizer im Inneren des Rohres eine Temperatur von  $650^{\circ}\text{C}$  eingestellt. Dies resultiert in einer Oberflächentemperatur im Abscheidbereich von circa  $600^{\circ}\text{C}$  (siehe Anhang). Die Abscheidparameter sind  $1500\text{ sccm H}_2$ ,  $400\text{ sccm WF}_6$  und  $1 \cdot 10^4\text{ Pa}$ . Das Gewebe Nummer 5 (Abb. 4.8) wurde für die Beschichtung verwendet, da es die niedrigste Porosität nach der Beschichtung aufweist (Abb. 6.2). Pro Lage wurde eine Beschichtungszeit von 45 min gewählt. Danach wurde das Heizerrohr um 360 Grad gedreht, um eine weitere Lage des Gewebes auf der beheizten Fläche zu platzieren.

### Ergebnisse der kontinuierlichen Herstellung

In Abb. 6.5 ist der beheizte Teil des Rohres dargestellt. Hier sieht man auch die Gasduschen und das Abschirmblech nach der Beschichtung. Es lässt sich erkennen, dass Wolfram (grau) nur auf dem beheizten Teil des Rohres abgeschieden wurde.

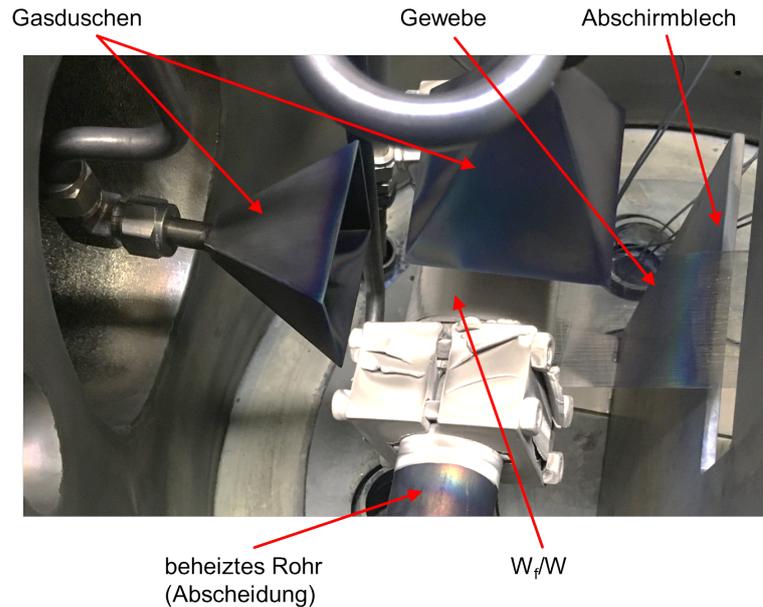


Abbildung 6.5: Beschichteter Aufbau von FRED mit dem beheiztem Rohr und den Gasduschen.

Abb. 6.6 zeigt das mit FRED hergestellte  $W_f/W$ , welches sich noch auf dem Heizrohr befindet. Es wurde nur die obere Seite des Rohres beschichtet.



Abbildung 6.6: In FRED hergestelltes  $W_f/W$  auf dem Heizrohr. Es wurde nur an der Oberseite Wolfram abgeschieden.

Aus dem oberen beschichteten Teil des  $W_f/W$ s wurden Proben für die mikrostrukturelle Untersuchung mittels Drahterodieren herausgeschnitten. Ein Ausschnitt der Mikrostruktur ist in Abb. 6.7 dargestellt. Es ist ersichtlich, dass es in dem Material keine Poren und keine Zwischenschichten gibt. Das Wachstum der Wolframkörner wurde durch das Platzieren der zweiten Lage nicht unterbrochen (1). Es findet lediglich auf den neu aufgelegten  $W$ -Fasern eine Kornneubildung statt (2), nicht aber auf den bereits gewachsenen Körnern. Diese länglichen Körner (1) werden in ihrem Wachstum erst gestoppt, wenn sie vollständig mit der neuen Lage (2) zusammengewachsen sind. Die rote Linie in Abb. 6.7 stellt den Wachstumsstopp der zuerst gewachsenen Körner dar.

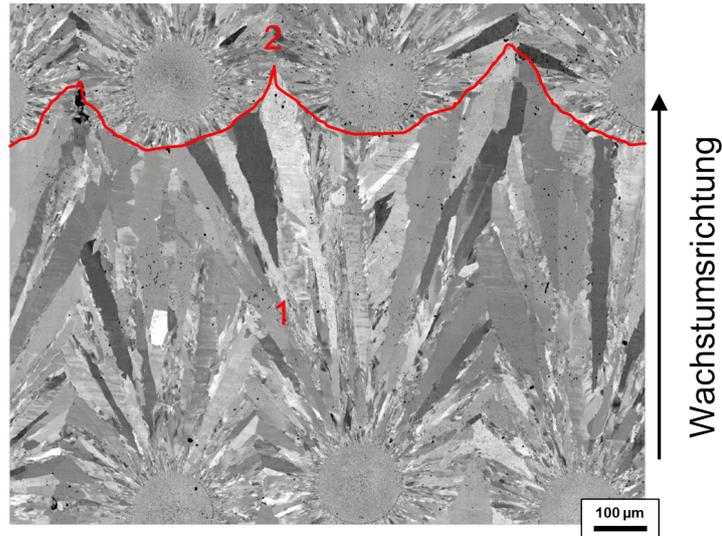


Abbildung 6.7: Kornstruktur des kontinuierlich hergestellten  $W_f/W_s$  mit Unterteilung in Einzellagen (rot).

In Abb. 6.8 ist eine weitere Detailansicht des mit FRED hergestellten  $W_f/W$  dargestellt. Die kolumnare Kornstruktur des  $W$  rund um die Fasern lässt sich gut erkennen. In der Matrix sind keine Poren zwischen den Fasern feststellbar.

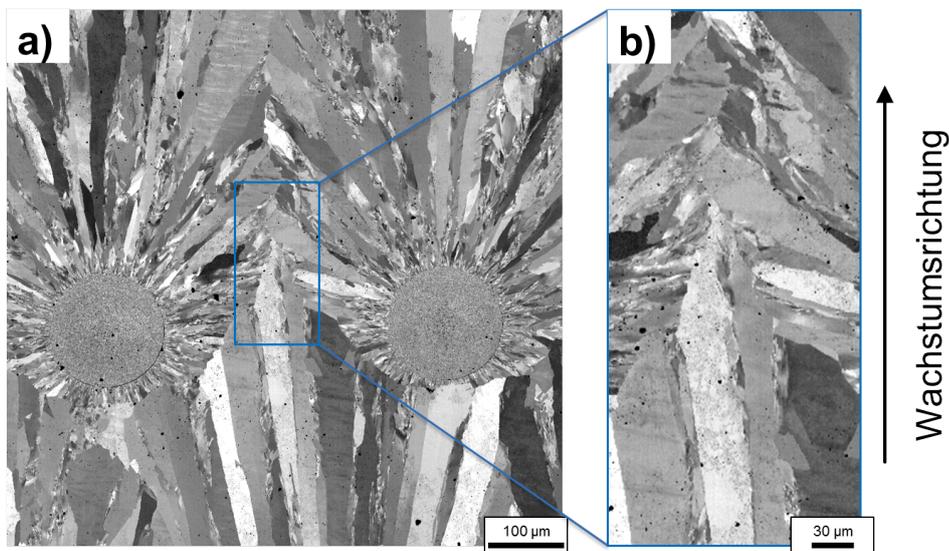


Abbildung 6.8: Kristallwachstum  $W_f/W$  in FRED (a) REM Übersichtsbild, b) REM Detailaufnahme des Faserzwischenbereiches).

Es wurde während der Beschichtung bei diesem ersten Versuch mehr als doppelt so viel Wolfram aufgewachsen wie für die Herstellung eines dichten Materials nötig gewesen wäre. So konnte die Erzeugung einer porenfreien Matrix sichergestellt werden. Da es sich bei FRED um eine parallele Entwicklung handelte, konnte noch keine Proben für die mechanische Charakterisierung produziert werden.

## 6.3 Zusammenfassung und Diskussion der Herstellung von $W_f/W$

### 6.3.1 Porositätsstudie

Mit lagenweisen Beschichtungen von W-Gewebe wurde der Einfluss der Kettfaserabstände auf die Porosität von  $W_f/W$  untersucht. Es wurden jeweils drei Lagen der fünf hergestellten Gewebe beschichtet. In der Matrix kommt es dabei zu Porenketten in den Faserzwischenräumen. Die Dichte der Matrix nimmt mit steigendem Kettfaserabstand zu und ab einem Kettfaserabstand von circa  $200 \mu\text{m}$  kann eine akzeptable Dichte (größer als 99 %) hergestellt werden.

In Tab. 6.2 sind die gemessenen Kettfaserabstände und die resultierende Matrixdichte des dreilagigen  $W_f/W$  dargestellt. Zusätzlich dazu wurde noch der theoretisch erreichbare Faservolumenanteil für jedes Gewebe berechnet.

Tabelle 6.2: Die verschiedenen Wolframgewebe mit den zugehörigen Kettfaserabständen (Abb. 4.8), der Dichte des zugehörigen dreilagigen  $W_f/W$  (Abb. 6.2) und dem erreichbaren Faservolumenanteil.

Gewebe	Kettfaserabstand	Dichte	erreichbarer Faservolumenanteil
	gemessen	gemessen	berechnet
1	$90 \pm 12 \mu\text{m}$	83,8 [%]	30,6 [%]
2	$113 \pm 8 \mu\text{m}$	92,9 [%]	25,5 [%]
3	$158 \pm 17 \mu\text{m}$	96,5 [%]	18,6 [%]
4	$204 \pm 19 \mu\text{m}$	99,3 [%]	14,4 [%]
5	$271 \pm 10 \mu\text{m}$	99,7 [%]	10,1 [%]

Die Erhöhung der Dichte der Matrix lässt sich dadurch erklären, dass das CVD-W auf allen Oberflächen mit gleicher Temperatur gleich schnell wächst und es bei einem zu geringen Kettfaserabstand, durch das aufgewachsene CVD-W zum Blockieren des Gasweges in die Faserzwischenräume kommt. Ab diesem Zeitpunkt wird unterhalb der Fasern kein W mehr abgeschieden und es kommt zu den charakteristischen Porenketten [139]. Daher muss der Abstand zwischen den Fasern so groß sein, dass die auf dem bestehenden Material aufwachsende Schicht das Volumen bis zur Fasermittte gefüllt hat, bevor die auf den Fasern aufwachsenden Schichten zusammenwachsen und den Gaszufluss nach unten blockieren. Für eben auf dem glatten Heiztisch aufliegende Fasern von  $150 \mu\text{m}$  Durchmesser muss der Abstand der Fasern theoretisch ebenfalls  $150 \mu\text{m}$  betragen, damit die wachsenden Schichten auf dem Heiztisch und beide Fasern genau in einem Punkt zusammenkommen und keine Pore verbleibt. In der Praxis liegen die Fasern nicht immer glatt auf, bei Geweben verhindert das auch der Schussdraht. Spätestens bei der zweiten Faserlage ist die Auflagefläche auch durch das vorherige Wachstum nicht mehr eben, sodass ein größeres Volumen unter den Fasern gefüllt werden muss. Die Experimente (siehe Abb. 6.2) haben gezeigt, dass mit einem mittleren Faserabstand von  $204 \mu\text{m}$  eine annähernd porenfreie Matrix er-

zeugt werden kann. Unter einzelnen, näher beieinander liegenden Fasern können immer noch ungefüllte Bereiche verbleiben. Diese geometrische Limitation führt dazu, dass der Faservolumenanteil theoretisch auf 20 % begrenzt ist. Ein größerer Faserabstand würde den Faservolumenanteil noch weiter herabsetzen. In Abb. 6.9 ist das Aufwuchsverhalten von W während des CVD-Prozesses auf Faser mit geringerem und hohem Abstand schematisch dargestellt.

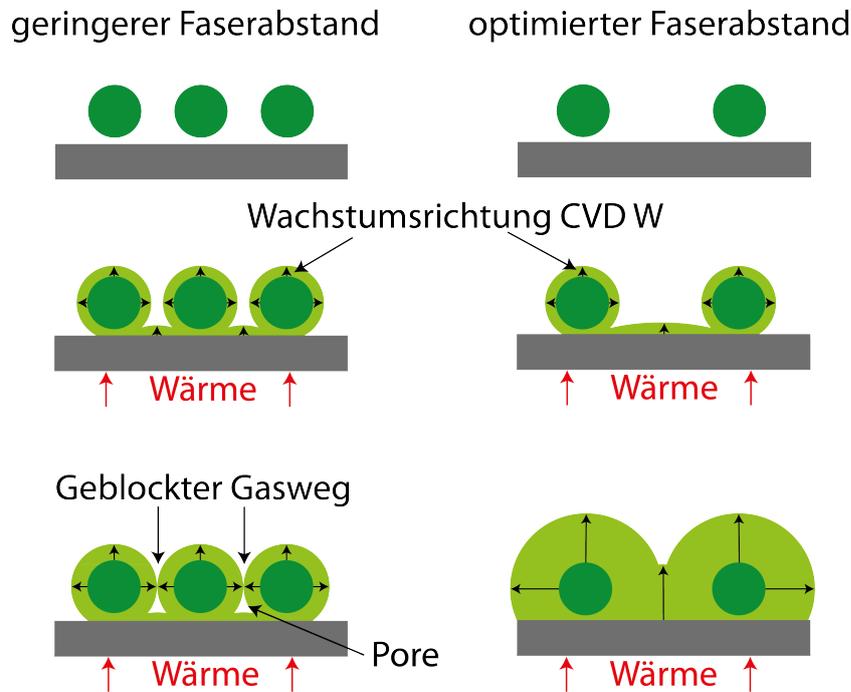


Abbildung 6.9: Schematische Darstellung der lagenweisen Herstellung von  $W_f/W$  mit zu geringem und optimiertem Faserabstand. Die Beschreibung ist mit der Wachstumsbeschreibung aus Kapitel 3.5 identisch.

Der Kettfaserabstand von Gewebe 4 eignet sich unter den momentanen Voraussetzungen, um eine dichte Matrix zu produzieren. Außerdem stellt Gewebe 4 den besten Kompromiss zwischen Dichte und erreichbarem Faservolumenanteil dar, weshalb es in der vorliegenden Arbeit als Vorform für den Großteil der hergestellten  $W_f/W$  Proben verwendet wurde. Der Faservolumenanteil, der zum Ermitteln des Abstands hergestellten  $W_f/W$ -Platten, bleibt wesentlich unter dem theoretischen Wert, weil nach dem Füllen des Volumens unter der Faser noch eine gewisse Zeit weiter beschichtet wurde, bevor die nächste Lage aufgelegt worden ist. Für eine optimierte Herstellung müsste der Beschichtungsprozess rechtzeitig gestoppt werden. Außerdem könnte eine dünnere Schussfaser verwendet werden, um die Aufbauhöhe des Gewebes zu verringern und dadurch  $W_f/W$  mit einem höheren Faservolumenanteil zu erzeugen.

### 6.3.2 Kontinuierliche Herstellung

Während des ersten Beschichtungsexperimentes mit FRED (siehe Kapitel 6) wurde nur auf einer Seite des beheizten Rohres W abgeschieden (siehe Abb. 6.6). Da es sich bei  $WF_6$  um ein schweres Gas handelt, ist dieses bei der Abscheidung nur aus der oberen Gasdusche „gefallen“. Es lässt sich kein Hinweis finden, dass sich in den Versorgungsrohren der

seitlichen und der unteren Gasduschen eine Strömung ausgebildet hat.

Zur Lösung dieses Problems kommen zwei Ansätze in Betracht. Zum einen wäre es möglich durch eine Veränderung der Rohrquerschnitte eine Strömung in der unteren und seitlichen Gasdusche zu erzwingen. Zum anderen könnte man die Reaktionsgase nur durch eine Zuleitung auf die heiße Oberfläche leiten und das Beschichtungsrohr kontinuierlich drehen. Bei der kontinuierlichen Rotation würde jeder Bereich des heißen Gewebes durch den  $WF_6$  Strom bewegt. Für diese Lösung müsste die Anlage um einen Motor für eine kontinuierliche Rohrrotation erweitert und die Rotationsgeschwindigkeit passend zur Wachstumsrate angepasst werden.

Die Ergebnisse der lagenweisen  $W_f/W$ -Herstellung zeigen, dass auf allen unbeschichteten Oberflächen neue Kristallite kolumnar, also senkrecht zur Oberfläche, anwachsen; beginnend mit vielen kleinen Körnern, die sich zum Wachstum von wenigen großen Körnern zusammenschließen (siehe Abb. 3.9). Man erkennt gut eine Unterbrechung des Kornwachstums im Matrixgefüge. Diese erneute Nukleation von W-Körnern auf der belüfteten unteren Lage konnte durch den kontinuierlichen Prozess in FRED unterbunden werden. Trotz Rotation des Rohres um  $360^\circ$  wachsen die Körner der unteren Lage einfach weiter, bis sie den Faserzwischenraum ausfüllen und mit den seitlich von den Faseroberflächen heranwachsenden Kristalliten zusammenwachsen (siehe Abb. 6.7 und Abb. 6.8). Schematisch ist der Unterschied noch einmal in Abb. 6.10 illustriert.

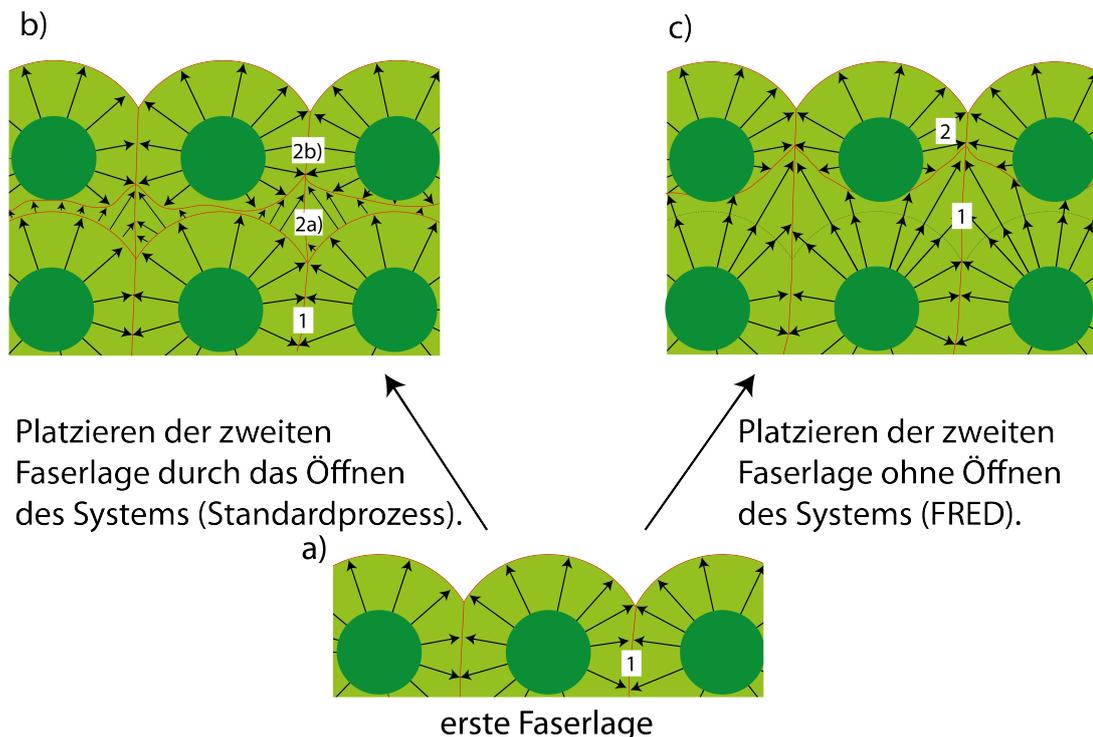


Abbildung 6.10: Unterschied des Kristallwachstums bei lagenweiser Abscheidung mit und ohne Belüftung.

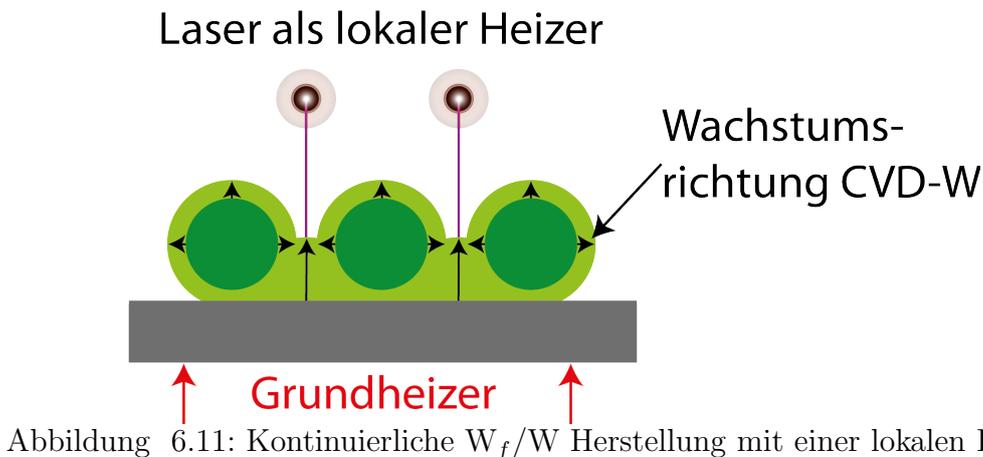
Auch Poren sind nicht erkennbar. Dies lässt sich durch die Verwendung von Gewebe 5 mit hohem Kettfaserabstand ( $271 \pm 10 \mu\text{m}$ ) erklären.

Das durchgehend gewachsene Gefüge könnte einen positiven Effekt auf die mechanischen Eigenschaften der Matrix haben. Andererseits sind aber durch das kontinuierliche Wachstum deutlich größere W-Körnern entstanden. Das mechanische Verhalten dieser grobkörnigen Matrix muss noch untersucht werden. Es besteht die Möglichkeit, dass die großen

W-Körner schlechtere mechanische Eigenschaften aufweisen, weil ein feines W-Gefüge im Allgemeinen bessere mechanische Eigenschaften besitzt als grobkörniges oder rekristallisiertes W (siehe Kapitel 2.1.1).

## 6.4 Entwicklungsempfehlung für die Herstellung

Wie bereits in Kapitel 6.3 erläutert, ist der Faservolumenanteil von  $W_f/W$  auf circa 14 % limitiert, wenn mit dem derzeitigen Verfahren die Matrix porenfrei wachsen soll. Um den Faservolumenanteil zu steigern, kann das lokale Heizen der Faserzwischenräume mittels eines Lasers eine mögliche Lösung sein. Dies könnte wie in Abb. 6.11 dargestellt realisiert werden. Durch das lokale Heizen der Faserzwischenräume würde W dort schneller aufwachsen, da das Aufwachsen des CVD-W temperaturabhängig ist. An den restlichen Faseroberflächen wächst das W nur getrieben durch die Grundheizung langsamer auf. Somit werden die engeren Faserzwischenräume gefüllt, bevor das Zusammenwachsen der Matrix die Gaszufuhr blockiert. Das Vakuumgefäß von FRED wurde so entworfen, dass es genügend Durchführungen für zusätzliche Heizmethoden, z.B. für den Laser und etwaige Diagnostik enthält. Mit so einem Aufbau wäre es dann möglich  $W_f/W$  mit höherem Faservolumenanteil in einer kontinuierlichen Herstellung zu realisieren.





## 7 Mechanische Charakterisierung von $W_f/W$

Das folgende Kapitel beschäftigt sich mit der mechanischen Charakterisierung von  $W_f/W$ . Eingesetzt werden zerstörende mechanische Tests, überwiegend bei Raumtemperatur. Der Fokus liegt darauf, einen Zusammenhang zwischen den Eigenschaften des Verbundwerkstoffes mit den Eigenschaften der einzelnen Bestandteile herzustellen. Im letzten Teil des Kapitels wird speziell auf die Charakterisierung der Zwischenschicht eingegangen.

### 7.1 Verwendete $W_f/W$ Proben für die mechanische Charakterisierung

$W_f/W$  aus drei unterschiedlichen Platten wurden in mechanischen Versuchen getestet. Diese drei Platten sind mit dem lagenweisen Prozess aus Kapitel 3.5 hergestellt worden. Die durchgeführten Versuche und die Details zu den Platten sind in Tab. 7.1 dargestellt.

Tabelle 7.1: Auflistung der mechanischen Versuche mit verwendetem  $W_f/W$ .

Versuch	W-Faser	Zwischen- schicht 1 $\mu\text{m}$	Platte	Faser- lagen	Matrix- dichte [%]	Faser- volumen [%]	Name
Zugversuch	rein	$\text{Er}_2\text{O}_3$	1	10	91,9-92,6	21-22	$W_f/W_{\text{Er}_2\text{O}_3}$
	K-dotiert	$\text{Y}_2\text{O}_3$	2	9	98,7-99,2	11-12	$W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$
Biegeversuch	rein	$\text{Er}_2\text{O}_3$	1	10	91,2-92,5	21-22	$W_f/W_{\text{Er}_2\text{O}_3}$
	K-dotiert	$\text{Y}_2\text{O}_3$	2	9	94,1-99,8	11-12	$W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$
Kerbschlag- biegeversuch	K-dotiert	$\text{Y}_2\text{O}_3$	3	6	99,4-99,8	11-12	$W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$
Pull-out	K-dotiert	$\text{Er}_2\text{O}_3$	–	–	100	–	$W_f/W_{\text{Er}_2\text{O}_3}$
	K-dotiert	$\text{Y}_2\text{O}_3$	–	–	100	–	$W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$
Push-out	K-dotiert	$\text{Er}_2\text{O}_3$	–	–	100	–	$W_f/W_{\text{Er}_2\text{O}_3}$
	K-dotiert	$\text{Y}_2\text{O}_3$	–	–	100	–	$W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$

Verwendet werden sowohl reine wie auch mit 60-75 ppm K-dotierte W-Fasern mit einem Durchmesser von 150  $\mu\text{m}$ . Für die Abscheidung des  $\text{Er}_2\text{O}_3$  wurde eine PVD-Anlage vom Typ Denton Discovery mit 450 W RF-Leistung, 30 sccm Argon und 8 sccm Sauerstoff verwendet, um eine 1  $\mu\text{m}$  dicke Schicht herzustellen. Bei der Herstellung der 1  $\mu\text{m}$  dicken Schicht aus  $\text{Y}_2\text{O}_3$  wurde eine PVD-Anlage vom Typ Leybold Univex mit 300 W RF-Leistung, 115 sccm Argon und 2,5 sccm Sauerstoff verwendet. Für die CVD-W Abschei-

ung wurden Temperaturen zwischen 580-620°C mit den Abscheideparametern von 1500 sccm H<sub>2</sub>, 400 sccm WF<sub>6</sub> und 1 · 10<sup>4</sup> Pa gewählt. Da der Anteil der Zwischenschicht bei beiden Verbundwerkstoffen nur einen Volumenanteil von ≈0,5 % beträgt, kann man die Zwischenschicht für die Berechnung der Verbundwerkstoffparameter wie etwa E-Modul und Poissonzahl vernachlässigen und die Werte von reinem W annehmen, da Matrix und Faser aus W bestehen.

## 7.2 Zugversuche an $W_f/W$

Die Grundlagen des Zugversuches sind in Kapitel 4.3.1 vorgestellt.

### Proben und Versuchsdurchführung

Die Probengeometrien, die für die Zugversuche an  $W_f/W$  verwendet werden, sind in Abb. 7.1 dargestellt. Hierbei wurden jeweils zwei Proben für die Zugversuche hergestellt.

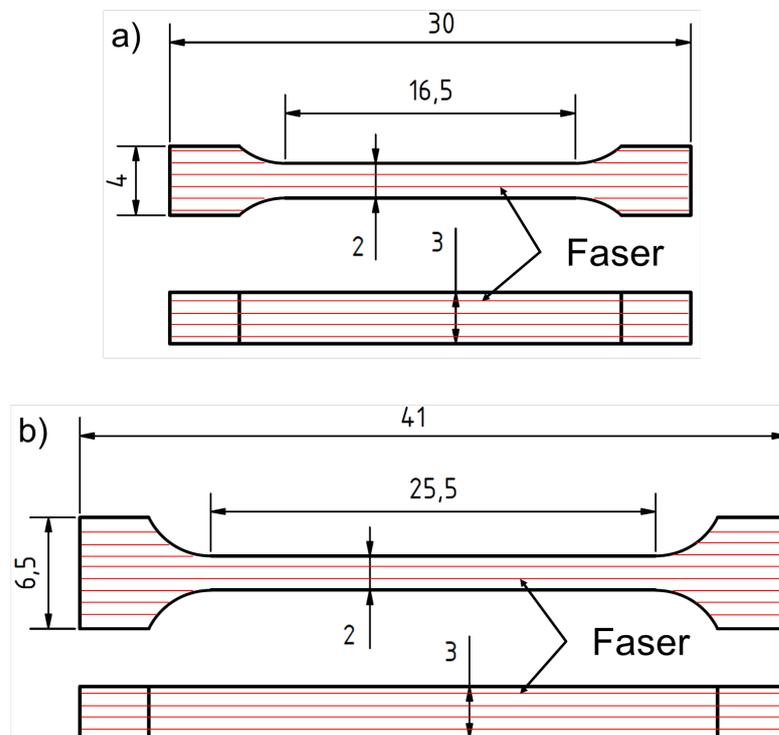


Abbildung 7.1: Abmessungen der für die Zugversuche verwendeten Proben. Die Ausrichtung der Faserverstärkung ist durch die roten Linien gekennzeichnet. a) Proben mit einer Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Zwischenschicht b) Proben mit einer Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Zwischenschicht.

Für die Einspannung in die Universalprüfmaschine (UPM) (TIRAtest 2820, Nr. R050/01, TIRA GmbH), fand ein eigens für  $W_f/W$  entwickelter Probenhalter (Zeichnung im Anhang Abb. A.5), welcher in Abb. 7.2 zu sehen ist Anwendung. Die Probe wurde in den Halter eingelegt und über die verrundeten Laschen wurde die Kraft vom Halter auf die Probe übertragen. Um sicherzustellen, dass nur ein uniaxialer Spannungszustand auf die Zugprobe wirkt, sind die Halter mit Ketten in der UPM befestigt. Über die Ketten können keine Momente übertragen werden.

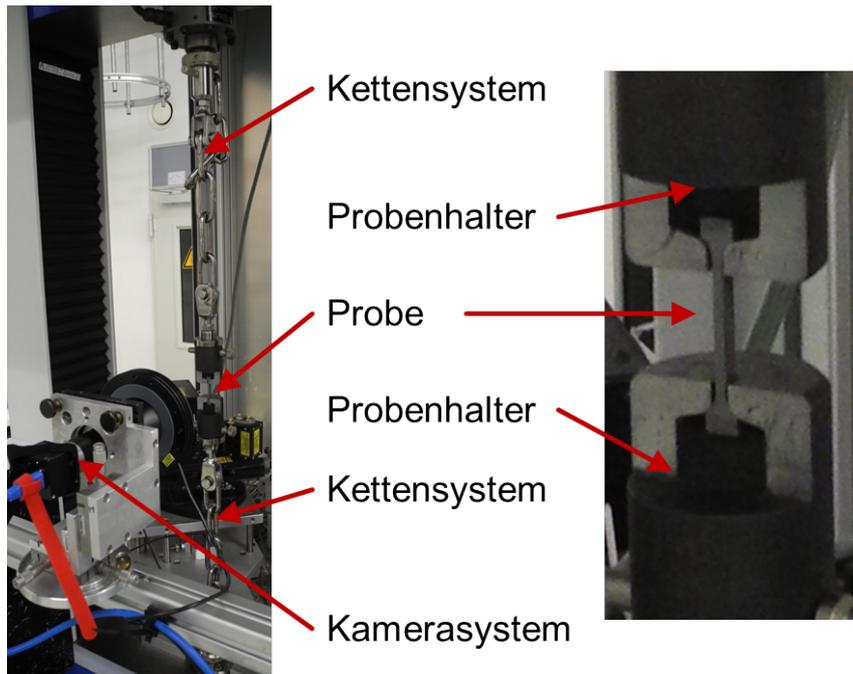


Abbildung 7.2: Versuchsaufbau für die Zugversuche an  $W_f/W$  mit Kettenaufbau.

Die Aufzeichnung der Kraft während des Zugversuches geschieht mittels einer 20 kN Kraftmessdose. Die Zugversuche werden weggesteuert mit einer Geschwindigkeit von  $10 \mu\text{m/s}$  bei Raumtemperatur durchgeführt. Das nichtlineare Verhalten der Kurve, das durch Setzeffekte hervorgerufen wird, wurde vernachlässigt und die Kurve erst im linear-elastischen Bereich betrachtet. Im linear-elastischen Bereich der Kurve, bis zum ersten Matrixriss, muss die Steigung der Kurve mit der Steigung einer W-Zugkurve (E-Modul) übereinstimmen. Die Kurve wurde in diesem Bereich auf den E-Modul von W angepasst und die gesamte Kurve mit dem gleichen Faktor korrigiert. Da es sich bei W aber um ein sehr steifes Material im Vergleich zur Steifigkeit des Messsystems (UPM und Kettensystem) handelt, kann mit dieser Methode die wahre Dehnung des Materials nur sehr ungenau ermittelt werden. Die Berechnung der Probendehnung aus dem Maschinenweg ist durch die Dehnung des Kettensystems und die Verformung der gesamten Zugmaschine daher stark fehlerbehaftet und kann nicht verwendet werden. Für die Spannungsberechnung wurde die individuelle Querschnittsfläche jeder Probe verwendet.

### Spannungs-Dehnungs-Kurven von $W_f/W$

Alle gemessenen Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zugversuche sind in Abb. 7.3 dargestellt. Die Messwerte für den unteren Bereich der Kurven fehlen, da hier Setzeffekte das Verhalten der Kurven verfälschen und diese somit nicht berücksichtigt werden. Dieser Anfangsbereich der Kurve ist mit einer gestrichelten Linie dargestellt. Alle Kurven zeigen ein vergleichbares Verhalten, welches im Folgenden beschrieben wird. Der lineare Anstieg der Kurven ist gefolgt von einem ersten Lastabfall, welcher bei jedem Material bei einer individuellen Spannung auftritt. Die Werte für die einzelnen Zugkurven sind in Tab. 7.2 zusammengefasst. Bei weiterer Belastung der Proben treten in den Kurven weitere Lastabfälle auf. Jeder Lastabfall während des Zugversuches war von einem Knackgeräusch begleitet. Zusätzlich wurden die Versuche an  $W_f/W_{Y_2O_3}$  mit einem Kamerasystem aufgezeichnet, mithilfe dessen man die Lastabfälle dem Entstehen eines neuen Risses auf der Oberfläche zuordnen kann. Die Spannung steigt mit zunehmender Dehnung auch nach der Rissentstehung weiter an, was eine steigende Tragfähigkeit bei gleichzeitigem Auftreten von Rissen

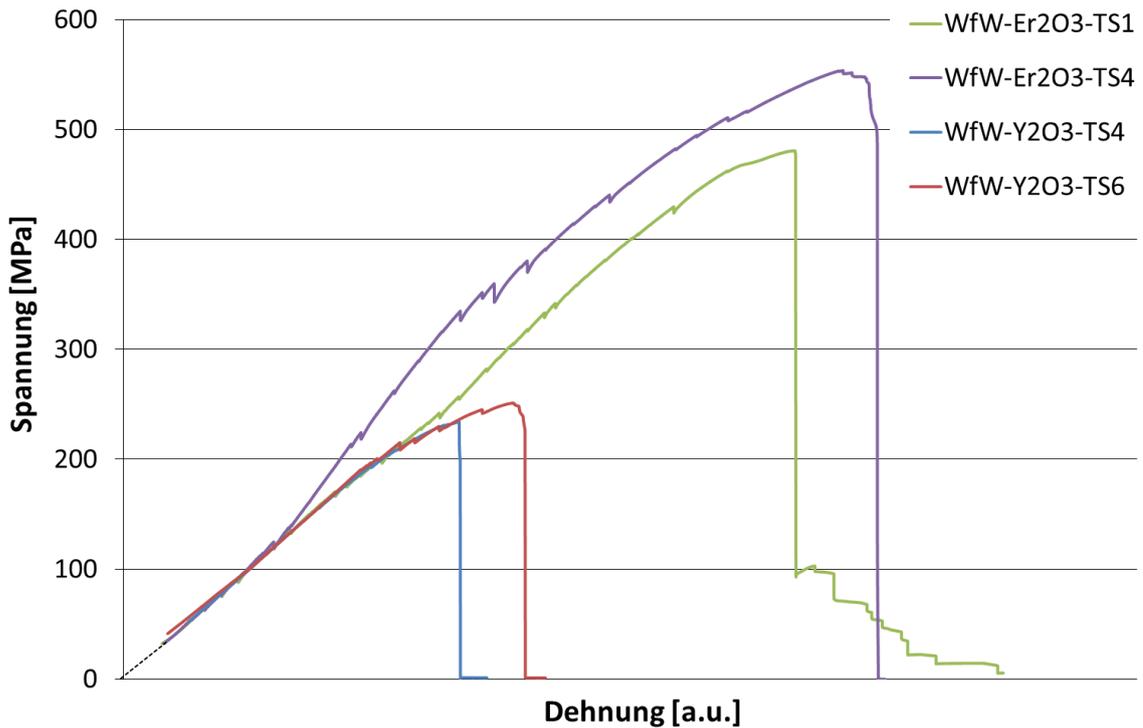


Abbildung 7.3: Korrigierte Spannungs-Dehnungs-Kurven von  $W_f/W$ . Die Setzeffekte sind durch eine gestrichelte Linie ersetzt.

bestätigt, wie es auch die Theorie vorhersagt (siehe Kapitel 2.2.2). Nachdem die maximale Spannung (engl.: ultimate tensile strength (UTS)) erreicht ist, findet für  $W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS4 und  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS4 ein sofortiger und für  $W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1 und  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS6 ein leicht verzögerter massiver Lastabfall statt. Es wurde eine große Rissöffnung sichtbar. Lediglich  $W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1 kann nach diesem Vorfall noch etwas Last aufnehmen, während die restlichen Zugproben komplett gebrochen sind. Die maximalen Spannungen sind ebenfalls Tab. 7.2 zu entnehmen. Der Fehler für die Kraftmessung liegt hierbei bei 0,15 %.

Tabelle 7.2: Auflistung der Charakteristika der Spannungs-Dehnungs-Kurven der geprüften  $W_f/W$  Proben.

	Spannung [MPa]	Lastabfälle	Spannung [MPa]
	1. Lastabfall	Anzahl	maximal
$W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1	80	19	481
$W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS4	125	12	554
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS4	156	4	234
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS6	190	8	251

### Bruchfläche $W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1

Die Bruchfläche der Zugprobe  $W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1 ist in Abb. 7.4 dargestellt. Da sich alle Proben sehr ähnlich verhalten, wird diese Probe im Detail beschrieben, auf die übrigen wird nur in Tab. 7.3 eingegangen. In Abb. 7.4 a) ist die Faserlage, die während des Herstellungsprozesses als erstes eingewachsen wurde, auf der linken Seite dargestellt. Diese erste Lage ist mit eins bezeichnet und die Probe besteht aus insgesamt zehn Faserlagen. Sie

enthält 77 W-Fasern, was einem Faservolumenanteil von 22 % entspricht. Die Bruchfläche dieser Probe besteht aus vier Stufen, die in Abb. 7.4 a) und in der Seitenansicht einer Probenseite in Abb. 7.5 zu erkennen sind. Die erste Stufe hat sechs Faserlagen und nimmt die größte Fläche ein. Jeweils aus einer Faserlage besteht die zweite und dritte Stufe. Außerdem beinhaltet die vierte Stufe die restlichen zwei der insgesamt zehn Faserlagen. Der Stufenversatz von Stufe eins zu Stufe zwei beträgt 1,23 mm, von Stufe zwei zu drei 0,81 mm und von Stufe drei zu vier 5,14 mm. In der ersten Stufe befinden sich nur wenige Poren, welche über die ganze Fläche verteilt sind. Es lässt sich aber erkennen, dass sich diese Poren hauptsächlich zwischen den Lagen der Abscheidung befinden. An der Fläche der ersten Stufe wurde eine Porosität von 2,2 % (Dichte: 97,8 %) berechnet.

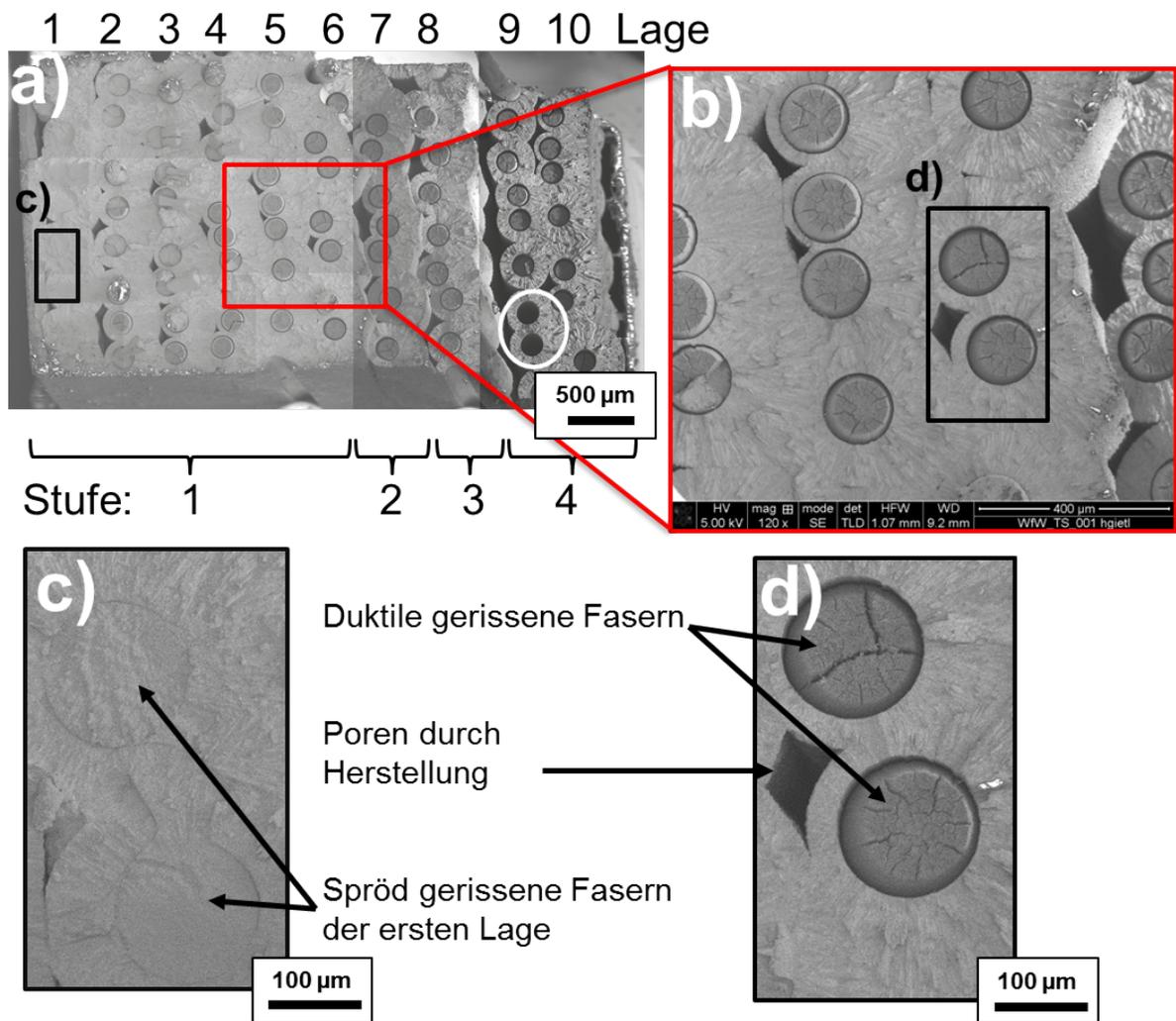


Abbildung 7.4: REM Aufnahmen der Bruchfläche der Probe  $W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1. Die Stellen, an denen die einzelnen Bilder aufgenommen wurden, sind in Abb. 7.5 dargestellt.

Größere Porenketten sind zwischen Stufe drei und vier zu erkennen, was zu einer Delamination dieser Lagen während des Zugversuches führt.

Circa 80 % der Fasern der Probe  $W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1 zeigen ein duktiler Bruchverhalten (Abb. 7.4 d)), die restlichen versagen spröde (Abb. 7.4 c)). Die duktilen Fasern zeigen das typische Bruchbild von W-Fasern (siehe Kapitel 3.2) [28, 30]. Die spröden Fasern, weisen

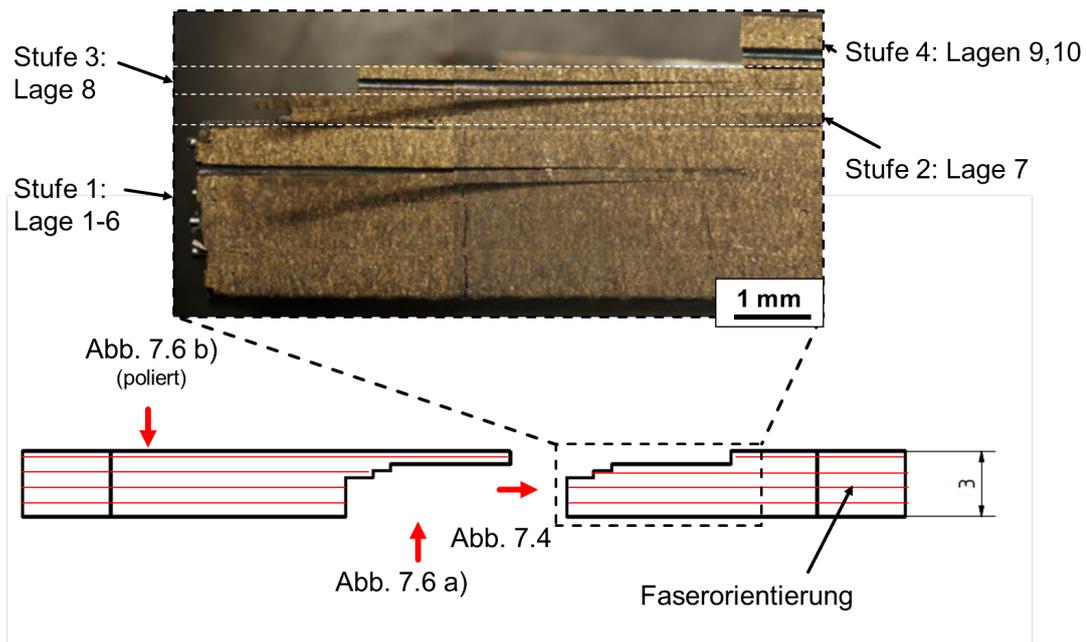


Abbildung 7.5: Seitenansicht der gebrochenen Zugprobe  $W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1. Die Stellen, an denen die einzelnen Bilder aufgenommen wurden, sind schematisch dargestellt, um die Zuordnung der Aufnahmen zu erleichtern. Die roten Linien zeigen die Ausrichtung der Faserlagen.

eine Mischform aus transkristallinen Bruch und Korngrenzenversagen auf. Die meisten dieser spröden Fasern befinden sich in der ersten eingewachsenen Faserlage (siehe Abb. 7.4 a) und c)). Die Zwischenschicht der spröden Fasern zeigt keine Ablösung, sondern sie ist noch intakt. Wohingegen sie sich bei den duktilen Fasern ablöst.

Bruchbilder der anderen Probenhälfte sind in Abb. 7.6 dargestellt. In Abb. 7.6 a) sind neben den bereits erwähnten Stufen auch noch zwei Matrixrisse mit roten Pfeilen gekennzeichnet. Es können für diese Probe insgesamt 19 Matrixrisse nach dem Zugversuch identifiziert werden. Die weißen Pfeile in Abb. 7.6 a) deuten auf zwei Fasern, bei denen ein massives Herausziehen der Fasern festgestellt werden kann. Die Gegenseite dieser herausgezogenen Fasern ist in Abb. 7.4 a) gezeigt und ist mit einem weißen Kreis markiert. Die Probe wurde anschließend so geschliffen und poliert, dass die Fasern der 10. Lage zur Hälfte angeschliffen wurden. In Abb. 7.6 b) ist die Detailansicht der polierten Fasern dargestellt. Eine leichte Winkelverschiebung bei der Präparation führt zu einer dicken Variation der dargestellten Faser (siehe Abb. 7.6 c)). Die Probe weist über den gesamten dargestellten Bereich sechs Matrixrisse auf, welche mit grünen Pfeilen markiert sind. Diese Risse haben unterschiedliche Öffnungen und der größte dargestellte Riss weist eine Öffnung von  $45 \mu\text{m}$  auf (Abb. 7.6 e)). Die Faser ist nur an der Bruchfläche der Probe duktil verformt (siehe Abb. 7.6 f)) und zeigt sonst keine Verformung. Eine Detailansicht der Rissregion findet sich in Abb. 7.6 d), an welcher man die Matrix, die Zwischenschicht und die Faser erkennt. Das  $Er_2O_3$  hat sich an der Faser abgelöst und die Haftung zur Matrix ist noch intakt.

Da alle Zugproben ein vergleichbares Bruchbild zeigen, sind die Unterschiede in Tab. 7.3 zusammengefasst. Mithilfe der Faseranzahl konnte der Faservolumenanteil jeder Probe bestimmt werden.

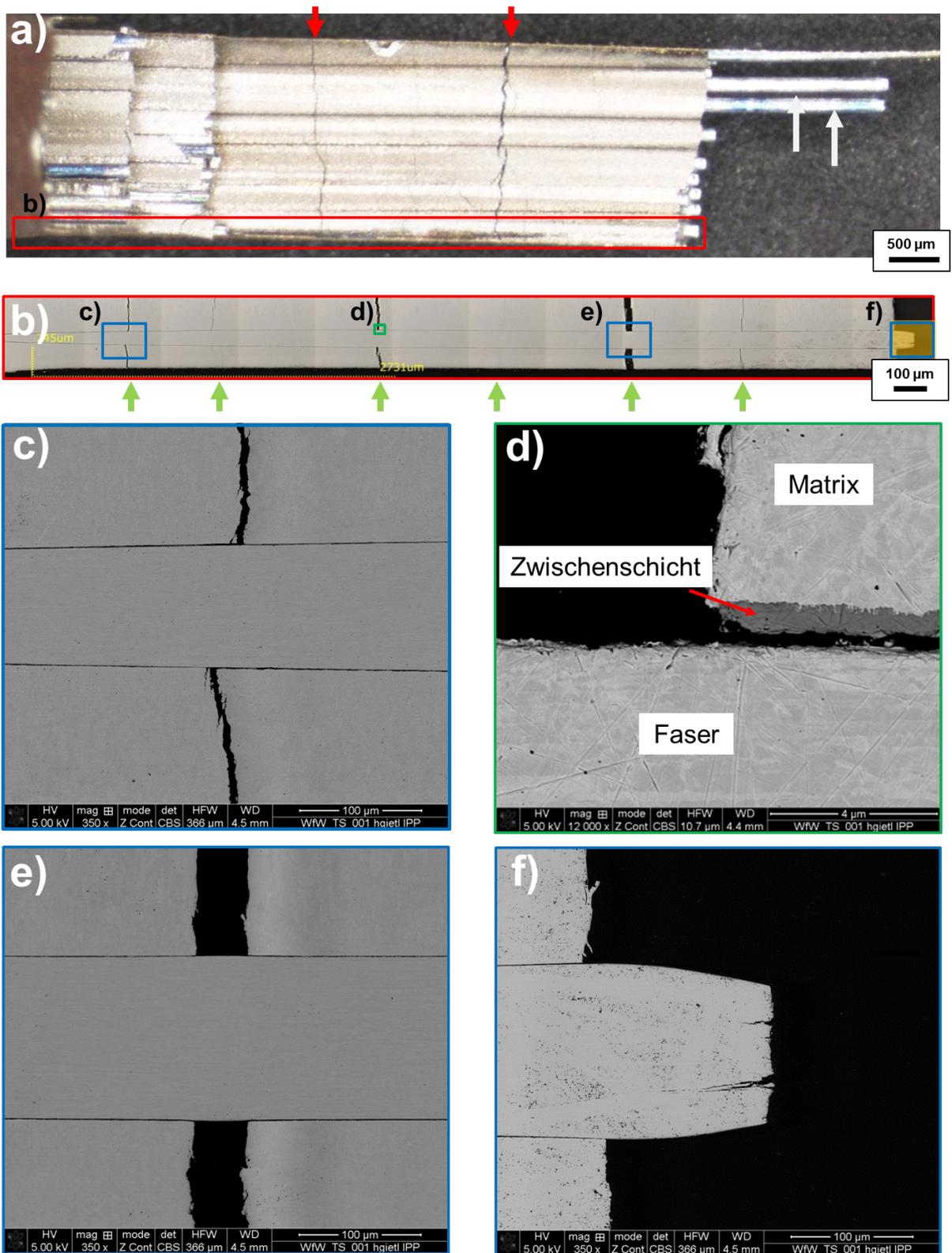


Abbildung 7.6: Detailansicht der Probe  $W_f/W_{Er_2O_3-TS1}$

- a) Lichtmikroskopaufnahme,
- b) Konfokale-Laser-Scanning-Mikroskopaufnahme der äußersten Faser auf der polierten Seite der Probe (siehe Abb. 7.5),
- c), d), e), und f) REM-Aufnahmen (Ort in Abb. 7.5).

Tabelle 7.3: Zusammenfassung der Charakteristika der Bruchflächen der Zugproben.

	gesamt	Fasern		Stufen	Matrixrisse	Faser-	
		duktil	spröde	Anzahl	Anzahl	volumen	Dichte
$W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1	77	61	16	2	12	22 [%]	92,6 [%]
$W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS4	80	70	10	4	19	21 [%]	91,9 [%]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS4	45	45	-	1	12	11 [%]	98,7 [%]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS6	47	46	1	2	11	11 [%]	99,1 [%]

## 7.3 Zyklische Zugversuche

### 7.3.1 Grundlagen des zyklische Zugversuches

Neben der einmaligen Belastung bis zum Bruch eines Materials kommt es im realen Einsatz in der Regel zu periodisch wechselnden Belastungen. Bei der Verwendung von W oder  $W_f/W$  in einer Komponente kommt es durch die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten von W und CuCrZr (siehe Kapitel 1) zu periodische Spannungen beim Aufheizen und Abkühlen [140, 141, 142]. Daher ist es von großer Wichtigkeit für die Verwendung in einem Fusionsreaktor, die zyklische Belastung der verwendeten Werkstoffe zu untersuchen.

Bei einer zyklischen Belastung führen Spannungen unterhalb der maximalen Festigkeit zu Ermüdungsbrüchen. Dies lässt sich durch Spannungsspitzen innerhalb eines Materials erklären. Diese Spannungsspitzen sind lokal begrenzt und lassen sich durch einen fehlerhaften Gitteraufbau, wie etwa Korngrenzen sowie feste Ausscheidungen und Versetzungen, welche die Gleitebenen behindern, erklären. Dadurch werden örtliche plastische Verformungen im Mikrobereich erzeugt, was zu einer Veränderung des Materialverhaltens führen kann. Aus diesem Grund kann ein Material auch versagen, obwohl es nicht über die maximale Festigkeit belastet wurde. Einen solchen Bruch eines Materials bezeichnet man als Ermüdungsbruch. [99]

In Abb. 7.7 ist ein Spannungsverlauf bei einer zyklischen Zugbeanspruchung im Schwellbereich dargestellt. Dies bedeutet, dass bei einem Lastspiel kein Nulldurchgang erfolgt und die Belastung immer im Zugbereich ist. Bei einer solchen Belastung schwingt die Spannung mit dem Spannungsaus Schlag  $\sigma_a$  um die Mittelspannung  $\sigma_m$ . Hierbei wird die Maximalspannung als  $\sigma_o$  und die Minimalspannung als  $\sigma_u$  angegeben.

### 7.3.2 Zyklische Zugversuche an $W_f/W$

#### Proben und Versuchsdurchführung

Es wurden für die zyklischen Zugversuche zwei  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben mit der Probengeometrie aus Abb. 7.1 b) verwendet. Für die Versuche kam der Kettenaufbau, wie er in Abb. 7.2 dargestellt ist, zum Einsatz. Die Maximalspannung  $\sigma_o$  wurde aus dem Mittelwert der Festigkeit der beiden  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben bestimmt. Es wurden 242,5 MPa als 100 % definiert. Im ersten Versuch wurde die Probe mit 10.000 Lastzyklen auf 60 % der mittleren

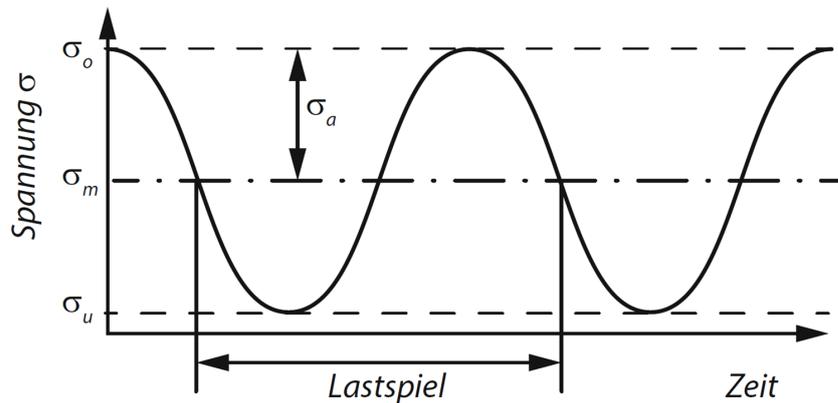


Abbildung 7.7: Spannungsverlauf bei einer zyklischen Zugbeanspruchung im Schwellbereich aus [99].

Maximallast belastet. Die Belastung wurde in den folgenden Versuchen jeweils um 10 % (je 10.000 Lastzyklen) bis zum Versagen der Proben gesteigert. Die vorgegebene Last wurde jeweils nur in der ersten Belastung erreicht. Danach hat die automatische Steuerung der Maschine eine sinusförmige Belastung - mit einem Hertz - erzeugt, welche um 2-3 % niedriger war als die vorgegebene Last. Der Fehler für die Kraftmessung liegt hierbei bei 0,15 %.

### Ergebnisse

Die repräsentativen Spannungs-Dehnungs-Kurven der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS5 für die Belastungen 60 %, 70 %, 80 %, 90 % und 100 % sind in Abb. 7.8 dargestellt.

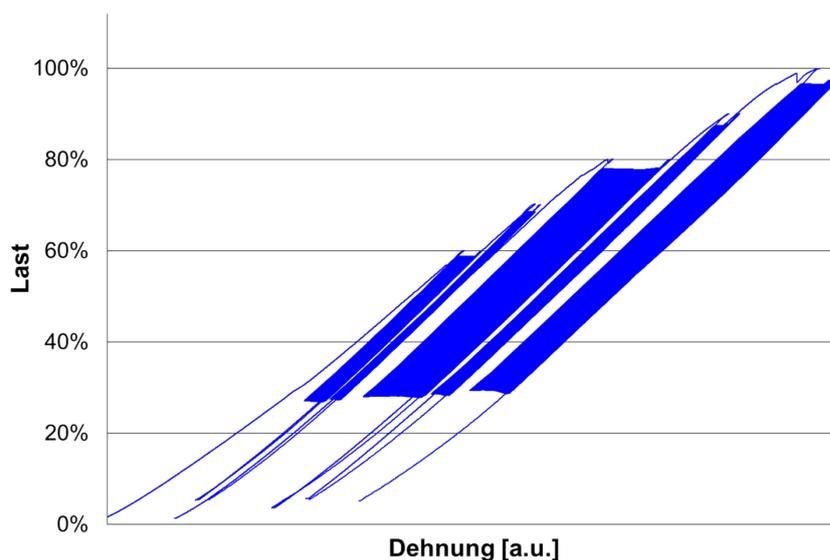


Abbildung 7.8: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS5 mit der Belastung auf 60 %, 70 %, 80 %, 90 % und 100 % mit jeweils 10.000 Lastspielen.

Es werden hier nur diese Kurven gezeigt, da sich die Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS1 vergleichbar dazu verhielt. Während der jeweils ersten Belastungen der Probe auf ein höheres Lastniveau traten Lastabfälle auf. Diese wurden von einem Knackgeräusch begleitet. Während den Lastzyklen waren keine Lastabfälle der Spannungs-Dehnungs-Kurven zu erkennen. In Abb. 7.9 sind die 115 Lastzyklen der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS5 in Überlast dargestellt. Es

lässt sich die größer werdende Hysterese erkennen, welche in der Zerstörung der Probe bei einer Maximalspannung von 246 MPa (circa 107 %) endet. Für die Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS1 war es nicht möglich Lastzyklen mit Belastungen über 100 % durchzuführen. Die Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS1 versagte bei der Belastung auf 110 % mit der maximale Zugspannung von 252 MPa ( $\approx 109$  %).

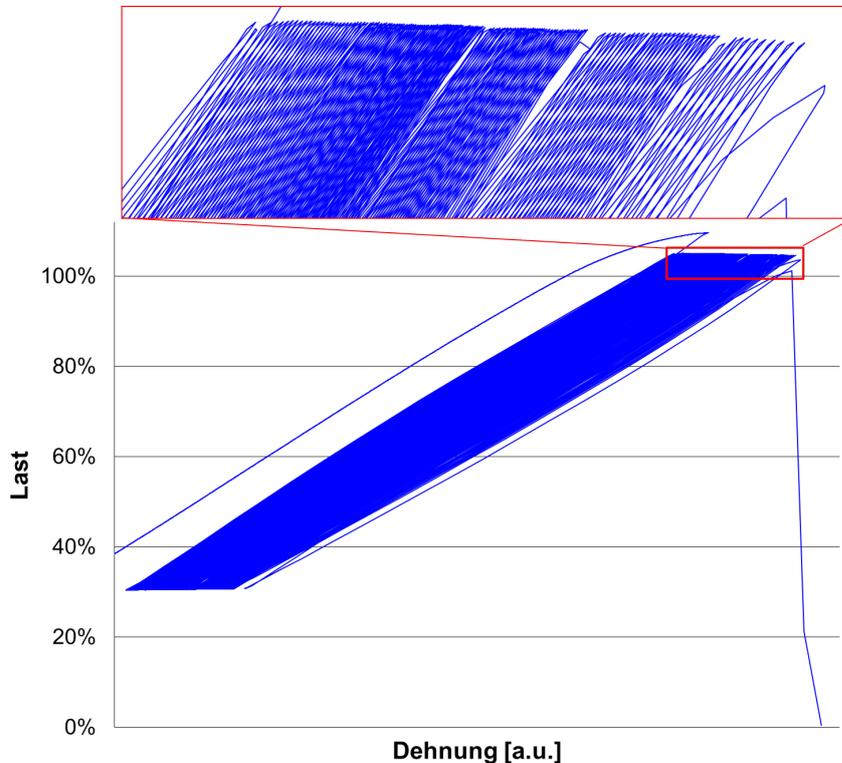


Abbildung 7.9: Spannungs-Dehnungs-Kurven für die Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS5 mit der Belastung auf 110 % und einer zyklischen Belastung von 107 % mit 115 Lastspielen bevor sie versagte.

#### **Bruchfläche $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS5**

Die Bruchfläche der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS5 weist keine Stufen auf und beinhaltet insgesamt 50 Fasern (11 % Faservolumenanteil). Sie hat eine Porosität von 0,8 % (Dichte: 99,2 %) und es sind nur sehr wenige kleine Poren erkennbar. Alle Fasern versagen duktil. Die Anzahl der Matrixrisse beträgt 16 und die Zwischenschicht löst sich von der Faser ab.

#### **Bruchfläche $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS1**

Die Bruchfläche der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS1 zeigt keine Stufen und somit nur eine Bruchfläche auf. Sie weist 53 W-Fasern auf, was einem Faservolumenanteil von 11 % entspricht. Die Porosität dieser Probe beträgt 1,2 % (Dichte: 98,8 %). Zudem finden sich nur vereinzelte kleine Poren zwischen den Fasern. Wiederum verhalten sich alle W-Fasern duktil. Über ihre ganze Länge hat die Probe 14 Matrixrisse. Die Zwischenschicht löst sich von der Faser ab, das heißt die Zwischenschicht ist noch intakt und an die Matrix gebunden.

Eine Übersicht und Zusammenfassung der Ergebnisse ist in Tab. 7.4 dargestellt.

Tabelle 7.4: Zyklische Zugbelastung von  $W_f/W$  Proben.

	Maximalspannung ( $\sigma_o$ )	Lastzyklen	Versagen
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS5	60 %, 70 %, 80 %, 90 %, 100 %	je 10000	246 MPa; 107% nach 115 Lastzyklen
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS1	60 %, 70 %, 80 %, 90 %, 100 %	je 10000	252 MPa; beim Belasten auf 110 %

## 7.4 Ermittlung der Bruchzähigkeit

### 7.4.1 Grundlagen der Bruchmechanik

Unter Bruch- oder Risszähigkeit eines Werkstoffes versteht man den Widerstand eines Materials gegen Risswachstum [98]. Der Spannungsintensitätsfaktor beschreibt wiederum das Maß der Intensität des Spannungsfeldes in der Nähe der Risspitze. Bei dem kritischen Spannungsintensitätsfaktor  $K_{Ic}$  tritt der Bruch des Materials ein [143, 98]. Es ist grundsätzlich die linear-elastische und elastisch-plastische (nichtlineare) Bruchmechanik zu unterscheiden. Wegen des nichtlinearen Zusammenhangs zwischen Risswachstum und plastischer Zone hinter der Risspitze findet bei Faserverbundwerkstoffen, wie in der Literatur [144, 145, 146] ausführlich dargestellt, die nichtlineare Bruchmechanik Anwendung. Eine weitere Aufteilung stellt die Belastungsform dar. Drei Hauptbelastungsfälle wurden hierfür anhand der Belastungsrichtung definiert. Die Belastungsrichtung ist immer auf den Rissverlauf bezogen. Modus I beschreibt die Belastung senkrecht zum Riss (Zugspannung oder Normalspannung), Modus II parallel zum Riss (Schubspannung) und Modus III quer zum Riss (Schubspannung quer zum Riss) [143, 98, 147]. Eine schematische Abbildung der Belastungsrichtungen ist in Abb. 7.10 dargestellt.

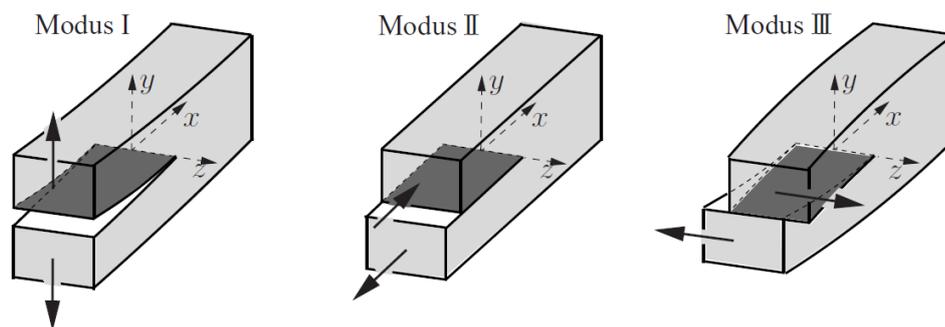


Abbildung 7.10: Rissöffnungsarten aus [147]: Modus I beschreibt die Belastung senkrecht zum Riss (Zugspannung oder Normalspannung), Modus II parallel zum Riss (Schubspannung) und Modus III quer zum Riss (Schubspannung quer zum Riss).

## 7.4.2 Grundlagen des Dreipunktbiegeversuches

Bei einem Dreipunktbiegeversuch wird eine längliche Probe auf zwei Auflager in einer Universalprüfmaschine (UPM) positioniert. Im Anschluss wird die Probe mittig mit einer Kraft, welche von der Finne aufgebracht wird, belastet. Während des Versuches stellt sich auf der Unterseite der Probe eine Zugspannung, auf der Oberseite der Probe eine Druckspannung ein. Am Übergang zwischen Druck- zu Zugspannung befindet sich die neutrale Faser, in der keine Spannungen wirken. In Abb. 7.11 ist der schematische Aufbau eines Dreipunktbiegeversuchs mit dem zugehörigen Momentenverlauf dargestellt.

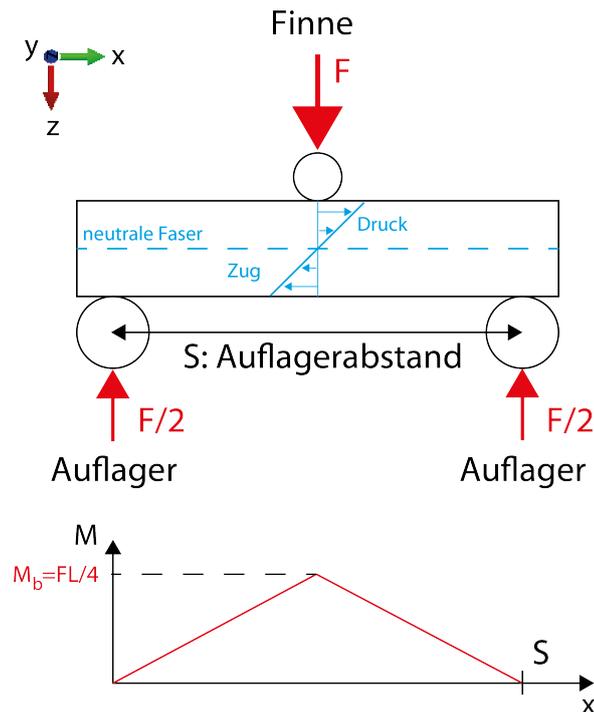


Abbildung 7.11: Schematische Darstellung eines Dreipunktbiegeversuchs mit dem zugehörigen Momentenverlauf. Es sind die neutrale Faser und die Spannungsverläufe dargestellt.

Mit der klassischen Balkentheorie [148] können die Spannungen  $\sigma_b$ , die in der Probe wirken, wie folgt berechnet werden.

$$\sigma_b = \sigma(x, z) [MPa] = \frac{M_b(x)}{I_y} \cdot z [MPa] \quad (7.1)$$

Mit dem Biegemoment an der Stelle  $x$ :  $M_b(x)$ , dem Flächenträgheitsmoment um  $y$ :  $I_y$  und dem Abstand von der neutralen Faser  $z$ . Die Stelle, die sich am weitesten von der neutralen Faser entfernt befindet, hat somit das maximale Biegemoment und damit die maximale Spannung. Für weitere Informationen zur klassischen Balkentheorie wird auf die umfangreiche Literatur zu diesem Thema verwiesen (z.B. [148, 149]).

Bei  $W_f/W$  findet während der Dreipunktbiegeversuche eine Rissöffnung im Modus I (Matrix, Faser) und im Modus II + III (Zwischenschicht) statt. Bei den folgenden Berechnungen wird nur der Modus I berücksichtigt, da dieser Modus das Materialverhalten bei den Dreipunktbiegeversuchen dominiert. Im Folgenden wird dargestellt, wie der kritische Spannungsintensitätsfaktor  $K_{Ic}$  mittels Dreipunktbiegeversuchen ermittelt werden kann.

### 7.4.3 Grundlagen der ASTM E399

Wenn sich ein Material linear-elastisch verhält bevor es versagt, dann ist der kritische Spannungsintensitätsfaktor der Modus I Belastung  $K_{Ic}$  der Bruchzähigkeitswert für dieses Material. Für die Berechnung des  $K_{Ic}$  wurde als erste Standard/Norm die ASTM E399 [88] im Jahr 1970 veröffentlicht. Neben diesem Standard wurden weitere  $K_{Ic}$  Testmethoden wie etwa der Britische Standard 5447 [150] veröffentlicht, welche aber auf der ASTM E399 basieren. Der  $K_{Ic}$  Wert wird hierbei als Bruchzähigkeit bei ebener Formänderung (engl.: plane strain fracture toughness) bezeichnet [88]. In Abb. 7.12 ist eine Biegeprobe vom Typ SE (B) mit Toleranzen aus der ASTM E399 dargestellt.

Es hat sich herausgestellt, dass es bei dieser Testmethode eine Größenlimitation gibt, bei dem ab einer bestimmten Probengröße ein Plateau für den  $K_{Ic}$  Wert existiert. Um diese Limitation der Testmethode auszuschließen, wurde ein Größenkriterium in die Norm aufgenommen. Es muss dafür gesorgt werden, dass der dominierende Belastungszustand an der Rissspitze ein ebener Belastungszustand (Modus I) ist. Des Weiteren muss für eine valide Wertebestimmung eine linear-elastische Belastung der Probe vorliegen. Dies führt zu dem in Gl. 7.2 dargestellten Größenkriterium.

$$B \text{ und } a \geq 2,5 \left( \frac{K_{Ic}}{\sigma_{YS}} \right)^2 [m] \quad (7.2)$$

Hierbei bedeutet  $B$  die Probenbreite,  $a$  die Anriss- oder Startrisslänge,  $K_{Ic}$  der kritische Spannungsintensitätsfaktor und  $\sigma_{YS}$  die Streckgrenze des Materials.

Darüber hinaus muss laut Norm das Verhältnis von Anriss- oder Startrisslänge  $a$  und der Probenhöhe  $W$  in dem in Gl. 7.3 dargestellten Bereich liegen.

$$0,45 \leq \frac{a}{W} \leq 0,55 \quad (7.3)$$

Die Probengröße ist darüber hinaus relevant für den zu wählenden Auflagerabstand  $S$  (siehe Abb. 7.11). Dieser muss wie in Gl. 7.4 nach ASTM E399 ein vierfaches der Probenhöhe sein.

$$S = 4 \cdot W [m] \quad (7.4)$$

Beim Biegeversuch wird eine Kraft-Weg-Kurve aufgezeichnet, aus welcher man die für die weiteren Berechnungen kritische Kraft  $P_Q$ , bei der die Probe versagt, ablesen kann. Mit der experimentell ermittelten Kraft  $P_Q$  kann, wie in Gl. 7.5 dargestellt, eine vorläufige Bruchzähigkeit  $K_Q$  bestimmt werden.

$$K_Q = \frac{P_Q \cdot S}{B \cdot W^{3/2}} \cdot f(a/W) [MPa m^{1/2}] \quad (7.5)$$

Wobei  $S$  der Auflagerabstand und  $f(a/W)$  eine dimensionslose Funktion nach ASTM E399 [88] darstellt. Die provisorische Bruchzähigkeit  $K_Q$  kann mit  $K_{Ic}$  gleichgesetzt werden, wenn alle Vorgaben aus der ASTM E399 (Gl. 7.2, Gl. 7.3 und Gl. 7.4) erfüllt sind.

## 7.4.4 Ermittlung der Bruchzähigkeit mittels ASTM E399

### Proben, Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung

Für die Biegeversuche zur Ermittlung der Bruchzähigkeit ( $K_Q$ ) an  $W_f/W$  wurde die in Abb. 7.12 dargestellte Probengeometrie verwendet.

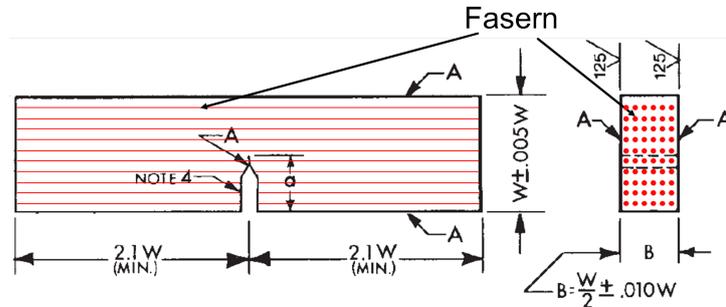


Abbildung 7.12: Biegeprobe für die  $K_Q$  Ermittlung nach ASTM E399 [88] mit der Faseroberfläche (rot).

Die Größenvorgaben aus der Norm, welche in Abb. 7.12 dargestellt sind, konnten für die verwendeten  $W_f/W$  Proben nicht erfüllt werden. Die Details zu dem verwendeten  $W_f/W$  sind in Abb. 7.1 dargestellt. Die genauen Abmessungen der Proben sind in Tab. 7.5 aufgelistet. As-fab (engl.: as-fabricated) bezeichnet die Proben im Herstellungszustand und emb (engl.: embrittled) die versprödeten Proben.

Tabelle 7.5: Verwendete Probengrößen für die drei Punkt Biegeversuche nach ASTM E399. Die Länge der Proben war jeweils 10 mm.

Probe	Zustand	B [mm]	W [mm]	$a_{\text{initial}}$ [mm]	$a_{\text{initial}}/W$
$W_f/W_{Er_2O_3-4II}$	as-fab	2,30	3,40	1,72	0,51
$W_f/W_{Er_2O_3-6I}$	as-fab	2,28	3,53	1,72	0,49
$W_f/W_{Er_2O_3-2I}$	emb	1,94	3,40	1,32	0,39
$W_f/W_{Er_2O_3-4I}$	emb	2,15	3,43	1,30	0,38
$W_f/W_{Er_2O_3-8I}$	emb	2,18	2,97	1,21	0,40
$W_f/W_{Y_2O_3-4I}$	as-fab	2,04	3,39	1,32	0,38
$W_f/W_{Y_2O_3-6I}$	as-fab	2,61	3,38	1,24	0,36
$W_f/W_{Y_2O_3-8II}$	as-fab	2,01	3,38	1,24	0,37
$W_f/W_{Y_2O_3-2I}$	emb	1,63	3,39	1,37	0,40
$W_f/W_{Y_2O_3-4II}$	emb	2,02	3,39	1,66	0,49
$W_f/W_{Y_2O_3-8I}$	emb	1,32	3,38	1,66	0,49

Um eine Versprödung von  $W_f/W$  zu erreichen, werden die Proben aufgeheizt. Dieses Verfahren zielt auf das Verpröden der Fasern ab, da die Matrix schon im Herstellungszustand spröde ist. Hierbei führt das massive Wachsen der Körner während des Heizens zum Verschwinden der elongierten Kornstruktur der Fasern (siehe Kapitel 3.2) [58]. Dies

hat ein sprödes Materialverhalten zur Folge. Es wurde für  $W_f/W_{Er_2O_3}$  eine Temperatur von 1800°C [58] gewählt, da in diesem Werkstoff reine W-Fasern verwendet wurden. Für die Versprödung von  $W_f/W_{Y_2O_3}$  müssen die K-dotierten W-Fasern auf 2200°C [52] geheizt werden. Diese Temperaturen werden jeweils für 30 min gehalten, um eine vollständige Versprödung der Fasern zu gewährleisten. Die Matrix, die bereits ein extrem sprödes Verhalten bei RT aufweist, zeigt auch nach dem Heizen ein sprödes Verhalten.

Um die Beobachtung des Rissfortschritts zu ermöglichen, wurde eine Seite der Probe auf Hochglanz poliert. Für die Untersuchung der Bruchmechanik muss ein definierter Vorriss eingebracht werden. Dieser Startriss soll laut ASTM E399 [88] ein scharfer Riss sein, der einen natürlichen Riss simuliert. Die Norm empfiehlt einen Ermüdungsriss, welcher sich theoretisch durch Anschwingen der Probe erzeugen lässt. Dies ist aber aufgrund der kleinen Probengeometrie, der limitierten Anzahl an Proben, der inhärenten Sprödigkeit von W und dem unbekanntem Verhalten von  $W_f/W$  nicht möglich. Daher wurde auf ein anderes Verfahren der Risseinbringung zurückgegriffen [34]. Bei dieser Methode wird eine Kerbe im Kerbgrund zum Anriss verfeinert. Im Detail wurden folgenden Schritte durchgeführt:

1. **Diamantdrahtsäge:** Mithilfe einer Diamantdrahtsäge mit einem Drahtdurchmesser von 0,3 mm wird die Probe bis zu einer Tiefe von etwa 50 % angesägt.
2. **Rasierklinge/W-Drahtsäge:** Der Kerbgrund der  $W_f/W_{Er_2O_3}$  Proben wurde am Erich-Schmid-Institut in Leoben, Österreich mit Rasierklingen poliert [151]. Die  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben wurden mit Hilfe einer Drahtsäge, mit einem W Draht mit einem Drahtdurchmesser von 25  $\mu\text{m}$ , poliert. In beiden Fällen wurde eine Poliersuspension aufgebracht. Dies soll mögliche Unebenheiten und dadurch Spannungserhöhungen verhindern. Somit entsteht ein Kerbgrund mit einer Breite von 25  $\mu\text{m}$  und einem Kerbgrundradius von 12  $\mu\text{m}$  (siehe Abb. 7.13).
3. **Fokussierter Ionenstrahl:** Mit Hilfe eines fokussierten Ionenstrahls (engl.: Focused Ion Beam (FIB)) wurde der finale „Anriss“ in Anlehnung an [34] in die Proben eingebracht. Dieser wird dort eingefügt, wo der Riss starten soll, und dient der Rissinitiierung durch die dort herrschende Spannungsüberhöhung. Die FIB-Schädigung besteht aus drei verschiedenen Schnitten. Als erstes werden zwei Kerben mit einer Tiefe von circa 20  $\mu\text{m}$ , einer Länge von 50  $\mu\text{m}$  und einer Breite von 5  $\mu\text{m}$ , zwischen denen sich ein 5-7  $\mu\text{m}$  langer Steg befindet, mit dem FIB geschnitten. Im Anschluss wird in den Steg ein 1  $\mu\text{m}$  breiter Schnitt mit circa 15  $\mu\text{m}$  Tiefe gesetzt.

Der so hergestellte Kerbgrund ist in Abb. 7.13 dargestellt. In der ASTM E399 [88] wird ein maximaler Kerbradius von 80  $\mu\text{m}$  gefordert, was mit dieser Methode erfüllt wurde.

Für die Biegeversuche wurde die UPM (TIRAtest 2820, Nr. R050/01, TIRA GmbH), die mit konstanter Verschiebung von 0,5  $\mu\text{m/s}$  und einer 5 kN Kraftmessdose betrieben wurde, verwendet. Während der Biegeversuche wurden Kraft-Weg-Kurven für die weitere Auswertung aufgezeichnet. Die Aufzeichnung der Daten wurde für die  $W_f/W_{Y_2O_3}$  weiterentwickelt. Zusätzlich zu den Messpunkten der UPM kam ein Kamerasystem mit telezentrischem Objektiv (OPTO ENGINEERING TC110-048/C 0,344-fache Vergrößerung) und einer Schwarz-Weiß-Kamera (Toshiba - Typ DU657M (2560x2560 Pixel, Pixelgröße: 5,0  $\mu\text{m}^2$ )) zum Einsatz. Das Kamerasystem hat eine Messgenauigkeit von 2,46  $\mu\text{m}$ . Dies ermöglicht die Dokumentation des Risswachstums auf der Oberfläche und die kontaktlose Messung der Durchbiegung der Probe. Da dies aber nicht für alle Versuche zur Verfügung

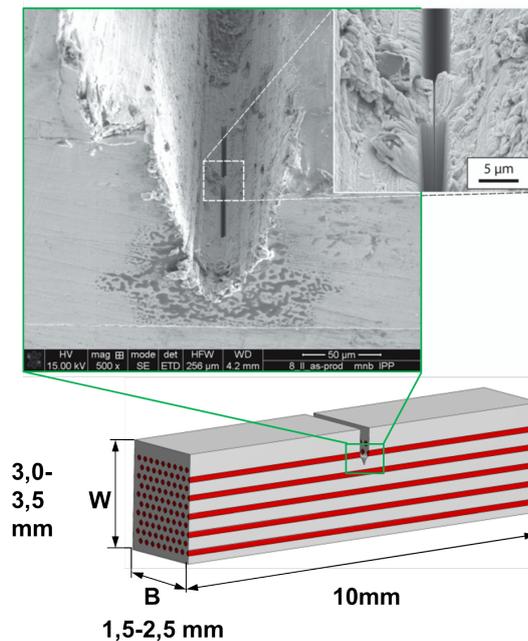


Abbildung 7.13: Schematische Darstellung mit SEM Aufnahmen des Kerbgrundes der Biegeproben, die für die Versuche in Anlehnung an die ASTM E399 verwendet wurden [151]. Der Kerbgrund wurde mittels Diamantdrahtsäge beziehungsweise Rasierklinge vorbereitet. Der eigentliche Anriss wurde mittels fokussiertem Ionenstrahl eingebracht.

stand, wurde der Weg der UPM als Verschiebung (Durchbiegung) der Proben verwendet. Der Fehler für die Kraftmessung liegt hierbei bei 0,15 %.

### Ergebnisse - Herstellungszustand (as-fab)

In Abb. 7.14 ist eine repräsentative Kraft-Verschiebungs-Kurve des Dreipunktbiegeversuches im Herstellungszustand von  $W_f/W_{Y_2O_3}$  dargestellt. In dieser Abbildung sind auch Bilder der Kamera an verschiedenen ausgewählten Punkten (a)  $0 \mu\text{m}/0 \text{ N}$ , b)  $18 \mu\text{m}/139 \text{ N}$ , c)  $26 \mu\text{m}/220 \text{ N}$ , d)  $39 \mu\text{m}/346 \text{ N}$ , e)  $63 \mu\text{m}/448 \text{ N}$ , f)  $99 \mu\text{m}/540 \text{ N}$ , g)  $195 \mu\text{m}/603 \text{ N}$ , h)  $369 \mu\text{m}/388 \text{ N}$  und i)  $457 \mu\text{m}/217 \text{ N}$ ) abgebildet. Der rote Pfeil in den Darstellungen markiert die Spitze des Risses. Nach dem Setzen des Systems findet ein linearer Anstieg der Kraft statt. Bei einer Last von 220 N (Verschiebung  $25,5 \mu\text{m}$ ) findet sich in der Kurve ein erster kleiner Lastabfall, welcher die Steigung der Kurve nicht verändert. Anhand der Abb. 7.14 c) lässt sich erkennen, dass bei diesem ersten Lastabfall bereits ein Riss im Material vorhanden ist. Die Kurve steigt weiter annähernd linear bis zu einem großen Lastabfall um 25 N bei einer Last von 470 N (Verschiebung  $62,4 \mu\text{m}$ ). Während dieser Belastung ist ein stabiles Risswachstum zu beobachten. In Abb. 7.14 d) lässt sich die Rissablenkung an den Fasern erkennen. Danach flacht die Kurve immer weiter ab, bis die Maximalkraft von 603 N erreicht ist. Dem Maximum folgt ein Lastabfall auf 573 N, welcher mit einem lauten Knackgeräusch korreliert. Danach steigt die Kraft wieder leicht auf 582 N an. Danach zeigt sich ein Lastabfall auf 543 N. Dieses Verhalten lässt sich mehrmals beobachten, bevor der Biegeversuch bei einer Last von 114 N (Verschiebung  $532 \mu\text{m}$ ) beendet wurde, da keine weiteren Ereignisse zu erwarten waren. Bei diesen Lastabfällen lässt sich in den Bildern z.B. zwischen Abb. 7.14 h) und Abb. 7.14 i) erkennen, dass die Fasern den Riss überbrücken und sich anschließend duktil verformen. Während des Versuches konnte beobachtet werden, dass die Fasern bei dem Lastabfall reißen. Die restlichen

$W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben wie auch die  $W_f/W_{Er_2O_3}$  Proben zeigen ein vergleichbares Verhalten, weshalb auf diese Kurven nicht speziell eingegangen wird (siehe Kurven im Anhang in Kapitel A.3). Die Werte der Maximallast ( $P_{max}$ ) sind in Tab. 7.6 zusammengefasst.

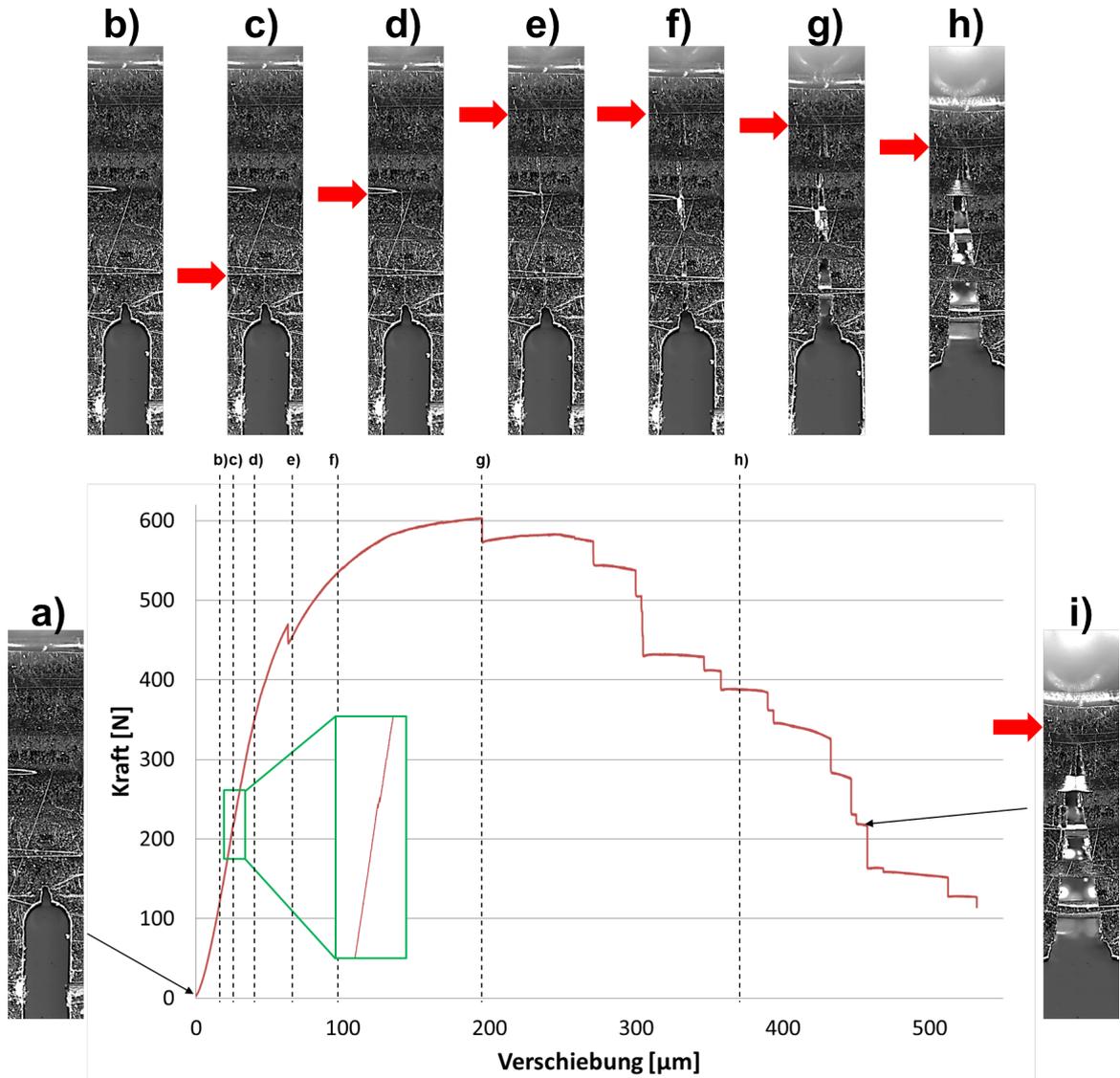


Abbildung 7.14: Kraft-Verschiebungs-Kurve der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -4I a)  $0 \mu\text{m}/0 \text{ N}$ , b)  $18 \mu\text{m}/139 \text{ N}$ , c)  $26 \mu\text{m}/220 \text{ N}$ , d)  $39 \mu\text{m}/346 \text{ N}$ , e)  $63 \mu\text{m}/448 \text{ N}$ , f)  $99 \mu\text{m}/540 \text{ N}$ , g)  $195 \mu\text{m}/603 \text{ N}$ , h)  $369 \mu\text{m}/388 \text{ N}$  und i)  $457 \mu\text{m}/217 \text{ N}$ . Der rote Pfeil in den Darstellungen markiert die Spitze des Risses.

### Ergebnisse - Versprödet (emb)

Abb. 7.15 zeigt eine repräsentative Kraft-Verschiebungskurve der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -2I, die durch Heizen bei  $2200^\circ\text{C}$  versprödet wurde. Neben der Biegekurve sind noch Bilder der Kamera an verschiedenen ausgewählten Punkten a)  $0 \mu\text{m}/0 \text{ N}$ , b)  $20 \mu\text{m}/133 \text{ N}$ , c)  $21,6 \mu\text{m}/146 \text{ N}$ , d)  $22 \mu\text{m}/139 \text{ N}$ , e)  $23,8 \mu\text{m}/107 \text{ N}$ , f)  $25 \mu\text{m}/41 \text{ N}$ , g)  $30 \mu\text{m}/40 \text{ N}$ , h)  $40 \mu\text{m}/31 \text{ N}$  und i)  $54 \mu\text{m}/26 \text{ N}$  dargestellt. Der rote Pfeil in den Darstellungen markiert die Spitze des Risses. Nach einem nichtlinearen Beginn der Kurve (Setzen des Systems) steigt die Kraft linear an. Bei einer Kraft von  $122 \text{ N}$  (Verschiebung  $18,9 \mu\text{m}$ ) zeigt die Kurve einen kleinen Lastabfall, der die Steigung der Kurve aber nicht beeinträchtigt. Bei diesem

Lastabfall ist an der Oberfläche der Probe noch kein Riss zu erkennen. Ein Lastabfall um 10 N findet bei einer Last von 146 N (Verschiebung 21,6  $\mu\text{m}$ , Abb. 7.15 c)) statt, was von einem weiteren linearen Anstieg der Last gefolgt wurde. Auch bei diesem Lastabfall ist in der Oberfläche der Matrix noch kein Riss zu erkennen. Nach dem Lastabfall steigt die Last auf den Maximalwert von 154 N (Verschiebung 23,7  $\mu\text{m}$ ), bevor ein großer Lastabfall auf 107 N folgt. Im Anschluss steigt die Last nochmals leicht um 5 N, um anschließend auf 42 N (Verschiebung 24,8  $\mu\text{m}$ ) zu fallen. Ab diesem Zeitpunkt ist die Rissöffnung auf der Oberfläche der Probe zu erkennen (Abb. 7.15 f)). Nun sinkt die Kraft langsam ab, bevor es nochmal einen Lastabfall auf 35 N (Verschiebung 33,4  $\mu\text{m}$ ) gibt. Im Anschluss fällt die Last immer weiter bis der Versuch bei 25 N (Verschiebung 54,7  $\mu\text{m}$ ) beendet wurde, da keine weiteren Ereignisse zu erwarten waren. Bei allen  $W_f/W_{Y_2O_3}$  wie auch bei den  $W_f/W_{Er_2O_3}$  Proben kann ein vergleichbares Verhalten beobachtet werden, weshalb auf diese Kurven nicht speziell eingegangen wird (siehe Kurven im Anhang). Die Werte der Maximallast ( $P_{max}$ ) sind in Tab. 7.6 zusammengefasst.

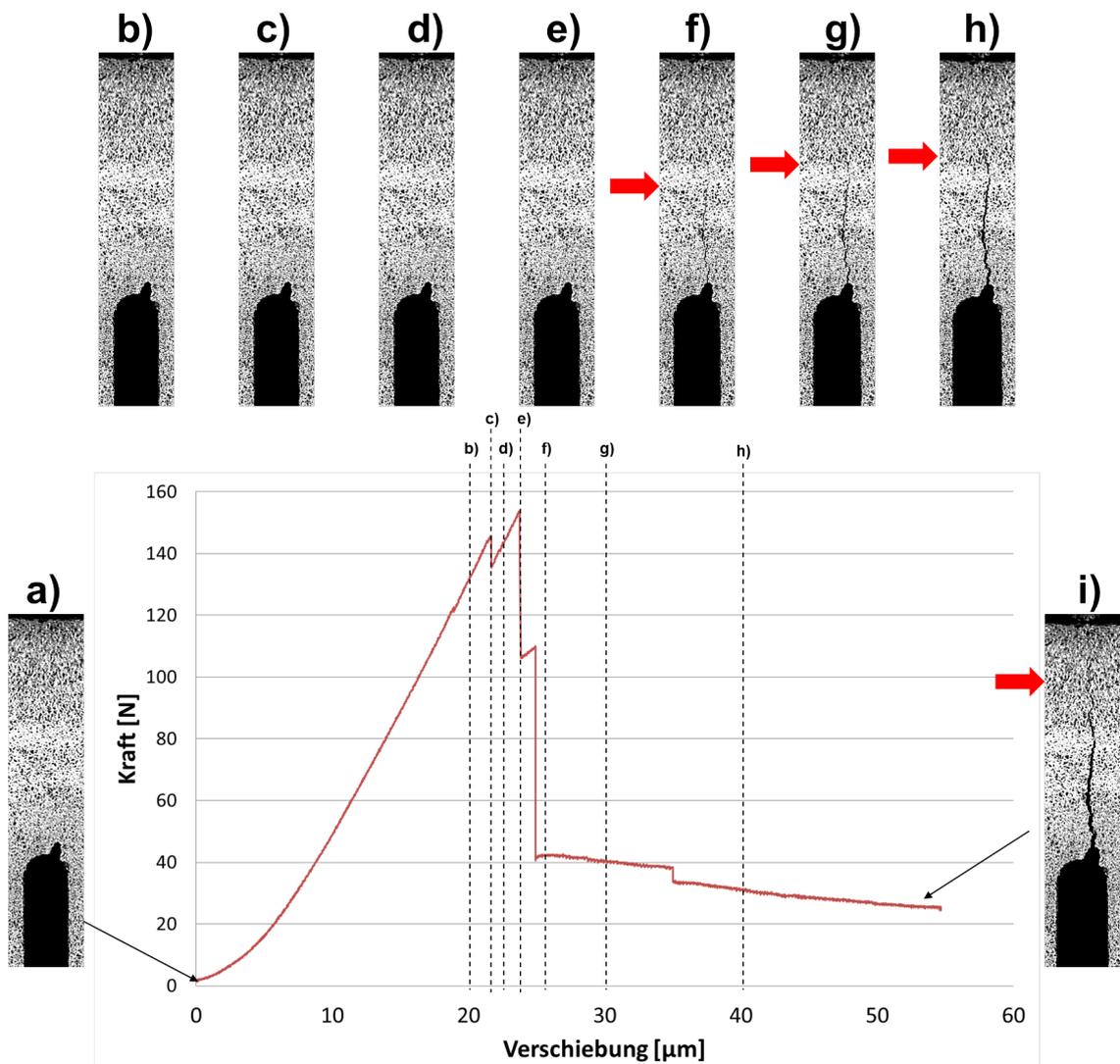


Abbildung 7.15: Kraft-Verschiebungs-Kurve der geheizten Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -2I a) 0  $\mu\text{m}$ /0 N, b) 20  $\mu\text{m}$ /133 N, c) 21,6  $\mu\text{m}$ /146 N, d) 22  $\mu\text{m}$ /139 N, e) 23,8  $\mu\text{m}$ /107 N, f) 25  $\mu\text{m}$ /41 N, g) 30  $\mu\text{m}$ /40 N, h) 40  $\mu\text{m}$ /31 N und i) 54  $\mu\text{m}$ /26 N. Der rote Pfeil in den Darstellungen markiert die Spitze des Risses.

### Auswertung $K_Q$

Für die Ermittlung der Bruchzähigkeit in Anlehnung an die ASTM E399 [88] werden zunächst Lastwerte und Risslängen für die Berechnung der Bruchzähigkeit definiert. Bei den Proben im Herstellungszustand wurde für alle  $W_f/W_{Er_2O_3}$  der Maximalwert der Kraft für die Berechnung verwendet, da nur für diesen Wert die Risslänge zweifelsfrei bestimmt werden konnte. Bei der Ermittlung der Risslänge wurde der Riss, der sich bei der Maximalkraft gebildet hat, auf der Vorder- und Rückseite ausgemessen und der Mittelwert daraus gebildet. Für die  $W_f/W_{Er_2O_3}$  Proben stand kein Kamerasystem zur Verfügung, um den Rissfortschritt in-situ zu überprüfen [151]. Durch die Verwendung des Kamerasystems konnte bei den  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben unterschiedliche Risslängen an der Oberfläche und die dazugehörigen Kräfte für die Berechnung verwendet werden. Bei diesen Proben wurde in der vorliegenden Arbeit ein Streckgrenzenvergleichswert (SV) bei dem ersten großen Lastabfall mit der Last  $P_Q$  definiert. Diese Bezeichnung wird in Anlehnung an die Streckgrenze, welche bei Werkstoffen ermittelt werden kann, verwendet (siehe Kapitel 4.3.1). Bei den versprödeten Proben wurde für jede Probe die Maximallast zur Berechnung der Bruchzähigkeit verwendet, da auch hier der Riss während des Versuches nicht beobachtet werden konnte. Eine anschauliche Darstellung der verwendeten Kräfte ist in Abb. 7.16 gezeigt.

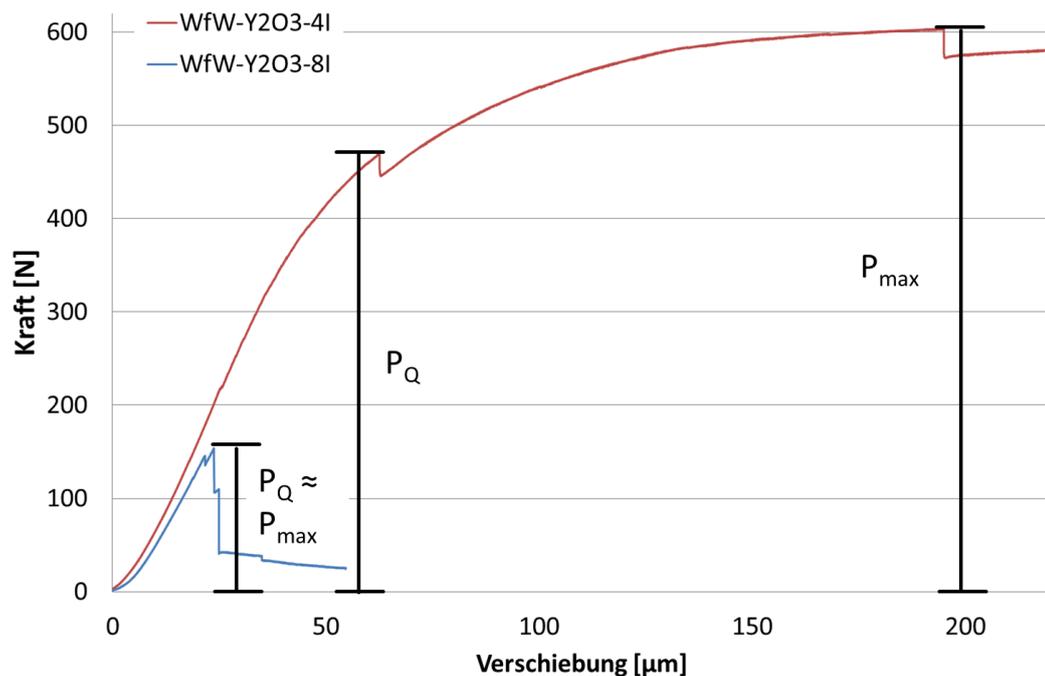


Abbildung 7.16: Kraft-Verschiebungs-Kurven für die Darstellung der verwendeten Kraftwerte zur Bruchzähigkeitberechnung in Anlehnung an ASTM E399 [88]

Die Rissbezeichnungen, wie sie für die Auswertung verwendet werden, sind in Abb. 7.17 ersichtlich. In Abb. 7.17 a) ist der initiale Riss  $a_{initial}$ , welcher die Tiefe der vor dem Versuch eingebrachten Kerbe repräsentiert, abgebildet. Für eine weitere Berechnung der Bruchzähigkeit wird der wachsende Riss, welcher sich während des Versuchs ausbildet und auf der Oberfläche sichtbar ist, verwendet (siehe Abb. 7.17 b)). Es wurde der Riss während des Versuches mit dem Kamerasystem oder nach dem Versuch ausgemessen und mit den zugehörigen Kräften der Kraft-Verschiebungs-Kurve korreliert.

Die Werte für die Tiefe der Kerben  $a_{initial}$  sind in Tab. 7.5 dargestellt, während die Länge

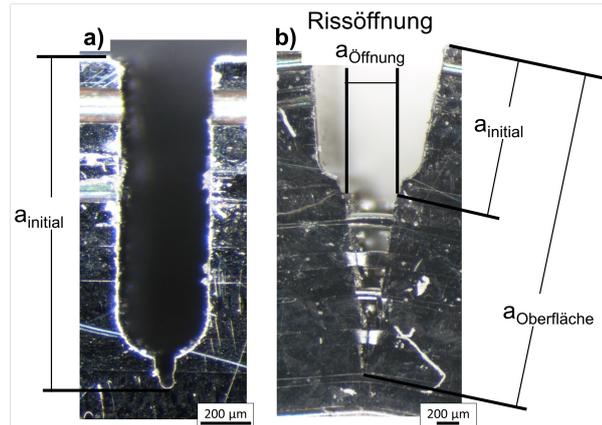


Abbildung 7.17: Darstellung der Risslängen, welche für die Bruchzähigkeitsberechnung in Anlehnung an ASTM E399 [88] verwendet wurden.

der Risse, welche auf der Oberfläche sichtbar sind ( $a_{\text{Oberfläche}}$ ), in Tab. 7.6 angegeben werden. Es lässt sich für jede zugehörige Risslänge und der Kraft eine vorläufige Bruchzähigkeit  $K_Q$  bestimmen. Für die  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben wurde zusätzlich dazu noch die Rissöffnung  $a_{\text{Öffnung}}$  bestimmt. Bei diesen Proben wurde ein Streckgrenzenvergleichswert (SV) bei dem ersten großen Lastabfall der Kurve definiert und der Wert  $P_Q$  bestimmt, um  $K_{Q_{SV}}$  zu berechnen.

Tabelle 7.6: Bruchzähigkeitswerte für die Proben im Herstellungszustand und nach dem Heizen. Für die Berechnungen wurden verschiedene gemessene Risslängen verwendet.

Probe	$a_{\text{Oberfläche}}$ [mm]	$a_{\text{Öffnung}}$ [mm]	$P_{\text{max}}$ [N]	$K_{Q_{\text{initial}}}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]	$K_{Q_{\text{Oberfläche}}}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]	$K_{Q_{SV}} (P_Q)$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]
$W_f/W_{Er_2O_3}$						
4II-as-fab	2,80	-	883	39,6	190	-
6I-as-fab	2,92	-	585	24,5	130	-
2I-emb	1,63	-	155	6,1	8,0	-
4I-emb	1,95	-	294	10,2	18,3	-
8I-emb	1,92	-	198	9,1	20,5	-
$W_f/W_{Y_2O_3}$						
4I-as-fab	2,91	0,393	603	23,0	215	144 (452 N)
6I-as-fab	2,92	0,128	538	15,2	162	133 (460 N)
8II-as-fab	2,94	0,103	611	22,3	241	167 (516 N)
2I-emb	2,06	0,047	154	7,6	14,8	-
4II-emb	2,24	0,012	155	8,0	15,0	-
8I-emb	2,25	0,011	89	7,1	13,6	-

Neben den dargestellten  $K_Q$  Werten kann für die drei  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -as-fab Proben zusätzlich eine sogenannte R-Kurve (Risswiderstandskurve, engl.: resistance curve) für die Veränderung der Bruchzähigkeit bei veränderter Last und Rissöffnung berechnet werden. Die R-Kurven sind in Abb. 7.18 dargestellt. Für die Berechnung der einzelnen Punkte wurden für jede Last die zugehörige Länge des Risses auf der Oberfläche ermittelt. Die Kurven zeigen einen konvexen Verlauf. Bei steigendem Risswachstum wird die berechnete Bruchzähigkeit immer größer.

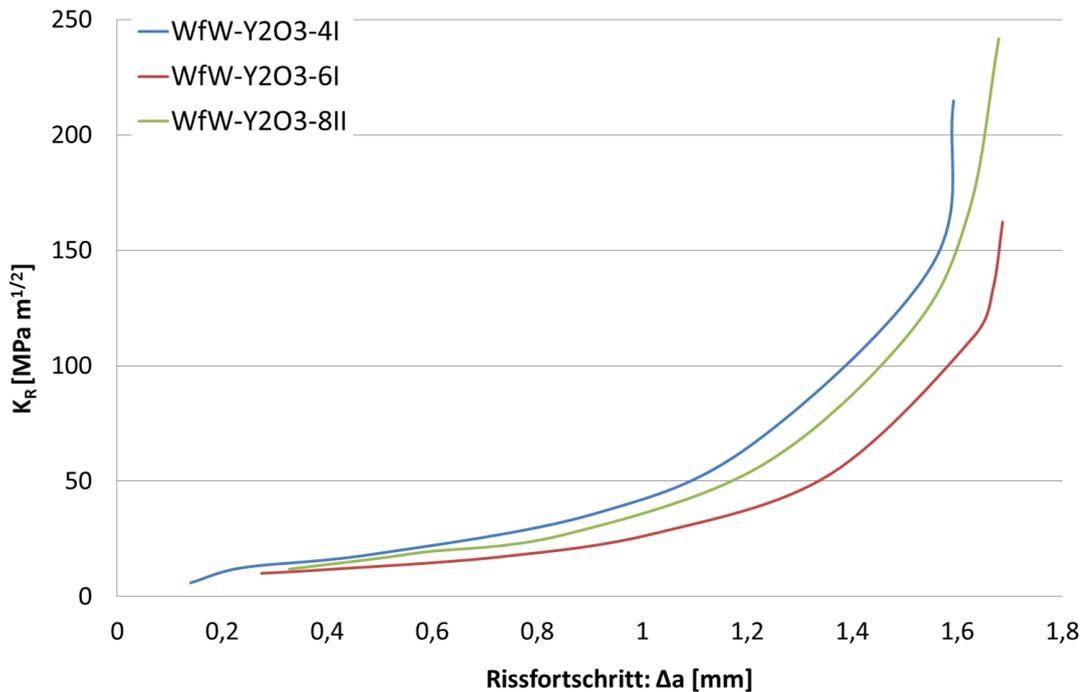


Abbildung 7.18: R-Kurve für drei Proben aus  $W_f/W_{Y_2O_3}$ .

### Bruchflächenbeurteilung - as-fab

Abb. 7.19 veranschaulicht die Bruchfläche der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -4I. Die beiden unteren Faserlagen wurden nicht während des Versuches, sondern durch das nachträgliche Öffnen der Probe gebrochen. Die im Versuch gebrochenen Fasern lassen sich nicht von den nachträglich gebrochenen Fasern unterscheiden. In der Matrix können verschiedene Wachstumsschichten im Bruchbild identifiziert werden (siehe Abb. 7.19 b)). Die Körner sind in der Nähe der Fasern sehr klein und werden in Wachstumsrichtung, also von der Faser weg, immer größer. Zwischen den Schichten sind aber keine Poren zu erkennen. Diese Probe weist in der Matrix ein sprödes Bruchverhalten mit hauptsächlich interkristallinen Brüchen auf. In der Nähe der Faser ist gehäuft ein transkristallines Versagen der kleiner werdenden Körner zu beobachten (siehe Abb. 7.19 e)). Alle 26 Fasern zeigen duktiles Bruchverhalten (exemplarisch zu sehen in Abb. 7.19 c)) [28]. In Abb. 7.19 e) ist ein Schnitt durch die Zwischenschicht aus  $Y_2O_3$  dargestellt, die sich während des Biegeversuches von der Faser löst. Hier ist zu erkennen, dass die Zwischenschicht keine Beschädigung aufweist und an der Matrix haftet. Offensichtlich löst sie sich von der sich einschnürenden Faser.

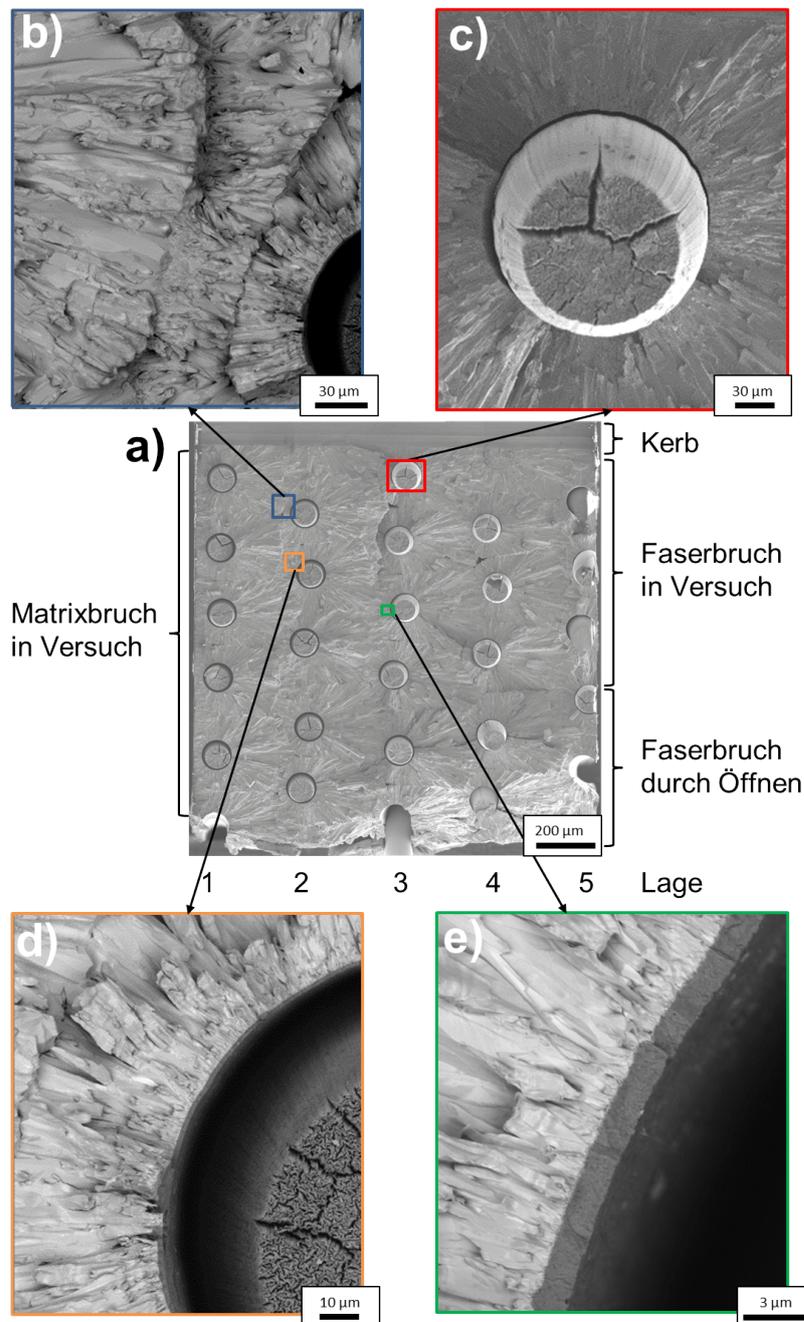


Abbildung 7.19: REM Aufnahmen der Bruchfläche der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -4I (as-fab). Der Kerb befindet sich an der Oberseite der Bilder. a) ganze Probe b) spröder Matrixbruch c) duktiler Faserbruch d) Matrix-Faser Zwischenschicht und e) Matrix-Faser-Ablösung (Detail)

### Bruchflächenbeurteilung - emb

Die Bruchfläche der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -2I ist in Abb. 7.20 dargestellt. Bei dieser Probe wurde die letzte Faserlage während des Öffnens gebrochen. In dieser Probe lässt sich die Wachstumsrichtung der Matrix kaum noch erkennen. Die Körner der Matrix haben sich durch das Heizen verändert und die kleinen Körner in der Nähe der Fasern sind zu großen Körnern zusammengewachsen. Es gibt große Bereiche, die transkristallines Versagen aufweisen (siehe Abb. 7.20 b)). Dort, wo sich interkristallines Versagen zeigt (siehe Abb. 7.20 c), d)), lassen sich Porenketten an den Korngrenzen erkennen. Alle Fasern zeigen nach

dem Heizen ein typisches sprödes Bruchverhalten (siehe Abb. 7.20 d)). Es lassen sich auch einzelne Bereiche erkennen, in denen ein Kornwachstum zwischen Faserkörnern und Matrixkörnern stattgefunden hat (siehe Abb. 7.20 e)). In Abb. 7.20 e) ist auch zu sehen, dass die Zwischenschicht nicht mehr die Dicke von  $1\ \mu\text{m}$  hat, sondern sich die Dicke auf circa  $0,2\ \mu\text{m}$  verringerte. Abb. 7.20 d) zeigt die Stellen, an denen die Zwischenschicht noch intakt ist. Dies lässt sich daran erkennen, dass eine klare Trennung zwischen Faser und Matrix vorliegt.

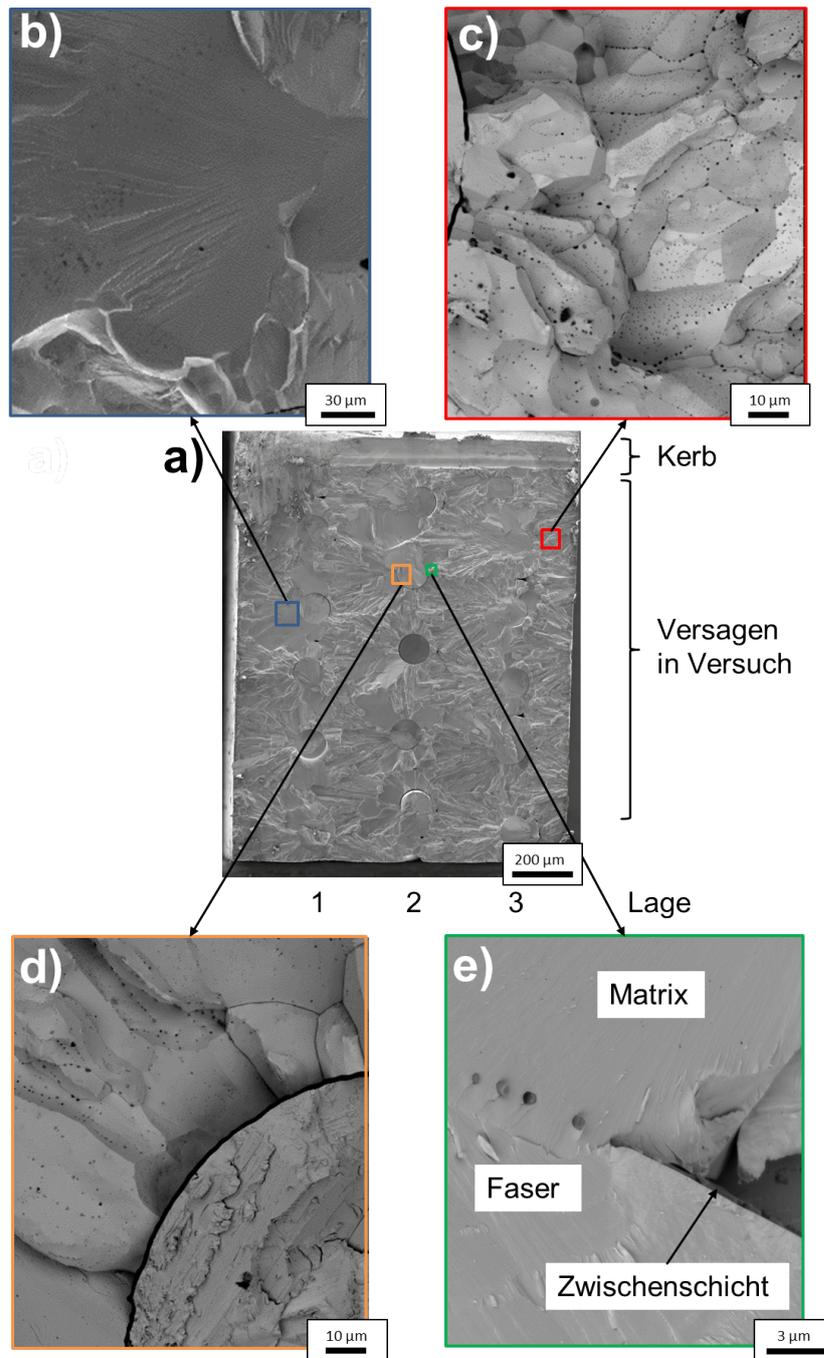


Abbildung 7.20: REM Aufnahmen der Bruchfläche der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3-2I}$  (emb). Der Kerb befindet sich an der Oberseite der Bilder. a) ganze Probe b) spröder Matrixbruch c) Matrixbruch mit Poren d) Matrix-Faser Zwischenschicht und e) Matrix-Faser-Übergang (Detail)

## 7.4.5 Grundlagen der ASTM E1820 (J-Integral)

Das J-Integral ist ein wegunabhängiges Linienintegral über jeden beliebigen Weg innerhalb einer Probe, in dem die Risspitze eingeschlossen ist. Es wurde bereits 1968 von Rice [152] eingeführt. Eine Abbildung für ein homogenes Material ist in Abb. 7.23 dargestellt. In einem homogenen Material kann mithilfe des J-Integrals eine Aussage über den Spannungszustand vor der Risspitze getroffen werden. Ausführliche Beschreibungen zu diesem Thema werden von Gross [147], Anderson [143] und Schwalbe [153] präsentiert. Die Wegunabhängigkeit und die Anwendbarkeit auf inelastisches Materialverhalten sind die Vorteile dieser Methode.

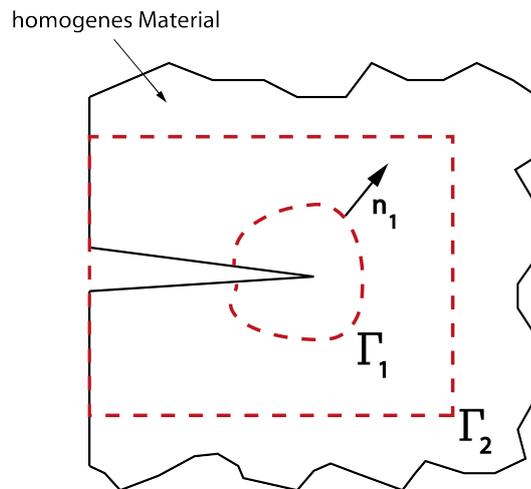


Abbildung 7.21: Darstellung des J-Integrals in einem homogenen Material nach [152].

Durch Rice [152] wurde das J-Integral innerhalb eines zweidimensionalen Verformungsfeldes ohne Volumenkräfte in einem homogenen Material wie folgt definiert.

$$J = \int_{\Gamma} \left( W dy - T_i \frac{\partial u}{\partial x} ds \right) \quad (7.6)$$

Hierbei ist die Belastungsenergie  $W$ :

$$W = \int_0^{\epsilon} \sigma_{ij} d\epsilon_{ij} \quad (7.7)$$

Der nach außen gerichtete Belastungsvektor  $T_i$ :

$$T_i = \sigma_{ij} n_j \quad (7.8)$$

Der Körper kann sich linear- oder nichtlinear-elastisch verhalten. Mithilfe des J-Integrals kann auch ein Spannungsintensitätsfaktor ( $K$ -Faktor) berechnet und damit eine Aussage über den Widerstand gegen Risswachstum getroffen werden. Die Korrelation des J-Integrals mit dem Spannungsintensitätsfaktor ist nur im Bereich kleiner plastischer Verformung zulässig. Deshalb muss die plastische Zone im Verhältnis zur Probengröße klein

sein. Das J-Integral kann für eine Kombination der drei Belastungsmodi (Abb. 7.10) im ebenen Spannungszustand wie folgt dargestellt werden:

$$J = \frac{(1 - \nu^2)}{E} (K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{(1 + \nu)}{E} K_{III}^2 [kJ/m^2] \quad (7.9)$$

Wenn ein ebener Verformungszustand (Modus I) vorliegt, reduziert sich die Formel zu:

$$J = \frac{(1 - \nu^2)}{E} K_I^2 [kJ/m^2] \quad (7.10)$$

Die Wegunabhängigkeit ist allerdings nur für homogene Materialien mit unbelasteten Rissflanken gültig [147]. Dies ist nach der Entstehung eines Risses in Verbundwerkstoffen nicht mehr der Fall, da der Riss durch die Fasern, wie in Abb. 3.1 gezeigt, überbrückt wird. Die Rissflanken sind nicht mehr spannungsfrei. Es lässt sich unter Einbeziehung der aufgenommenen Energie ein globales J-Integral für Verbundwerkstoffe berechnen [154, 155]. Da die vom Verbundwerkstoff aufgenommene Energie nicht nur vor, sondern hauptsächlich hinter der Rissspitze (Abb. 3.1) aufgenommen wird, stellt dieses globale J-Integral das gesamte Materialverhalten und nicht nur den Bereich um die Rissspitze dar. Eine Darstellung des J-Integrals in einem Faserverbundwerkstoff nach Marshall et al. [154] ist in Abb. 7.22 dargestellt.

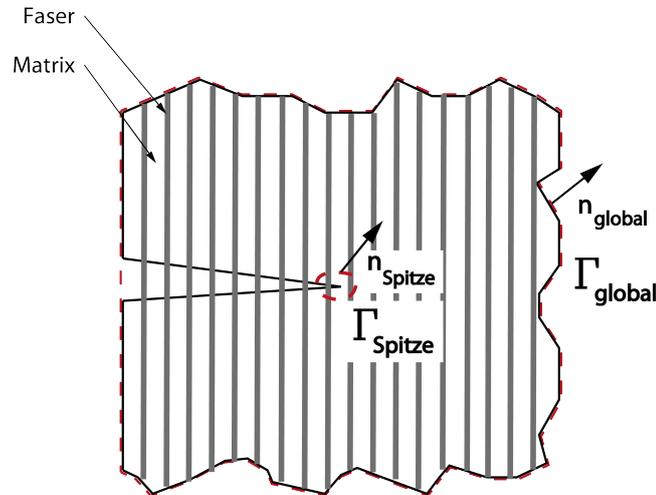


Abbildung 7.22: Darstellung des J-Integrals in einem Faserverbundwerkstoff nach [154].

Die hierfür relevante Norm für die Einzelproben J-Integral Evaluation ist die ASTM E1820 [156]. Nach dieser lässt sich das J-Integral in einen elastischen  $J_{el}$  und plastischen Teil  $J_{pl}$  wie folgt berechnen:

$$J_{(i)} = J_{el(i)} + J_{pl(i)} [kJ/m^2] \quad (7.11)$$

$$J_{el(i)} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} (K_{(i)})^2 [kJ/m^2] \quad (7.12)$$

$$J_{pl(i)} = [J_{pl(i-1)} + (\frac{\eta_{pl(i-1)}}{b_{(i-1)}})(\frac{A_{pl(i)} - A_{pl(i-1)}}{B})] \times [1 - \gamma_{pl(i-1)}(\frac{a_{(i)} - a_{(i-1)}}{b_{(i-1)}})] [kJ/m^2] \quad (7.13)$$

Hierbei ist  $K$  der Stressintensitätsfaktor, welcher über die Auflagerabstände berechnet wird.  $\eta_{pl}$  und  $\gamma_{pl}$  sind Funktionen der Risslänge im Verhältnis zur Ausgangsprobenhöhe.  $A$  ist die Fläche unter der Kraft-Weg (plastische Verschiebung) Kurve.  $B$  ist die Probenbreite.  $a$  ist die Risslänge und  $b$  ist der Weg der Belastung.  $E$  ist der Elastizitätsmodul und  $\nu$  ist die Querkontraktionszahl des Materials. Der Index  $i$  ist die Zyklusnummer bei steigender Lastaufbringung (Abb. 7.23).

Bei der Einzelprobenmethode wird eine Probe während der Belastung zyklisch entlastet, um so Werte für verschiedene Risslängen zu ermitteln. Dies ist eine verbreitete Methode, um eine J-R-Kurve zu erhalten [143]. Ein typischer Belastungs- und Entlastungszyklus  $i$  ist in Abb. 7.23 vergrößert dargestellt. Da der Riss bei jeder Belastung weiter wächst, kann auf diese Risslänge für die Berechnung Bezug genommen werden und mit dieser Methode an einer Probe die gesamte J-R-Kurve ermittelt werden. Deshalb eignet sich diese Methode gerade für eine Untersuchung, bei der eine geringe Anzahl an Proben zur Verfügung steht.

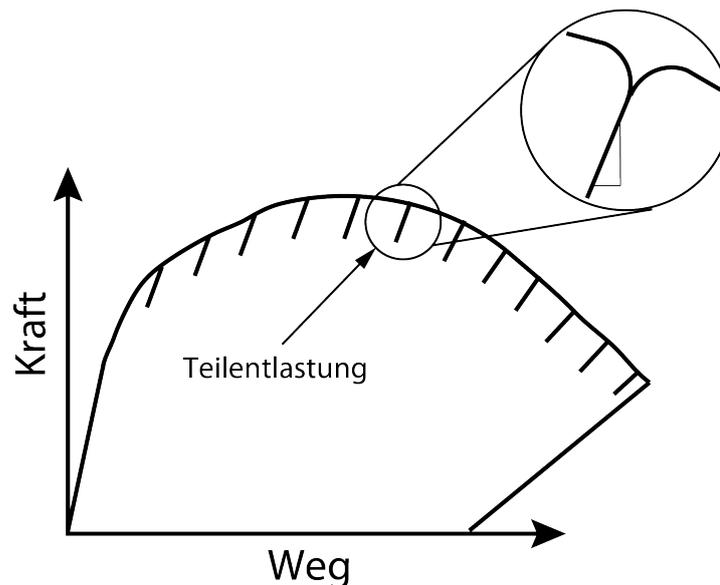


Abbildung 7.23: Schematische Kraft-Weg-Kurve für die Ermittlung einer J-R-Kurve mittels der Einzelprobenmethode

Bei der Berechnung muss das Größenkriterium:

$$B = 10 \frac{J_Q}{\sigma_y} [m] \quad (7.14)$$

mit vorläufige J-Integral Wert  $J_Q$  und der Streckgrenze  $\sigma_y$  des Werkstoffes erfüllt werden, um laut Norm gültige Wert J-Integral Werte ( $J_{Ic}$ ) zu erhalten. Mit Hilfe der gültigen  $J_{Ic}$  Werte kann auch die Bruchzähigkeit eines Materials berechnet werden, indem man Gl. 7.10 umformt zu:

$$K_{Ic} = \sqrt{\frac{J_{Ic} E}{(1 - \nu^2)}} [MPa m^{1/2}] \quad (7.15)$$

## 7.4.6 Ermittlung des J-Integrals mittels ASTM E1820

### Proben, Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung

Die Abmessungen der Proben, wie sie für die Biegeversuche und für die Ermittlung der J-R-Kurve verwendet wurden, sind in Abb. 7.24 ersichtlich. Dabei wurde auch die Faserorientierung schematisch eingezeichnet.

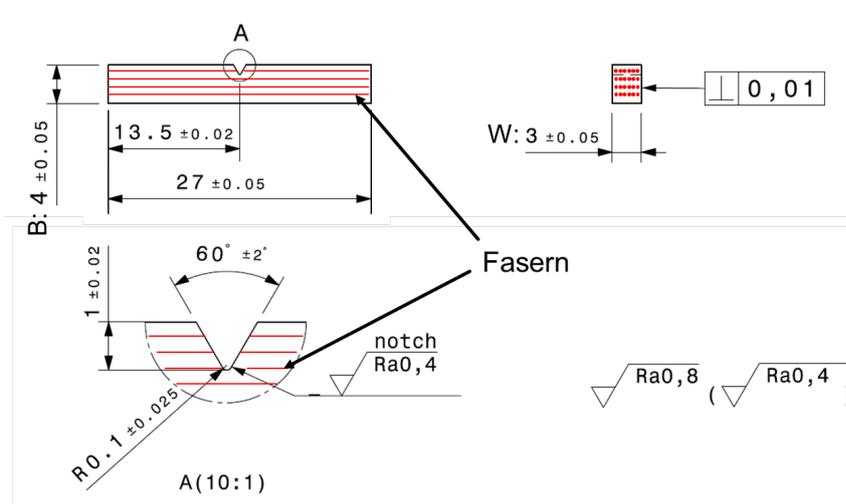


Abbildung 7.24: Biegeproben, wie sie zur Bestimmung der J-Integrals verwendet wurden, gefertigt nach der Geometrie der sogenannten KLST Proben [157]. Die Faserorientierung ist schematisch dargestellt.

In Tab. 7.7 sind die Abmessungen der Proben, die getestet wurden, zusammen mit der Tiefe des Startkerbs ( $a_{initial}$ ) aufgetragen. Die Abmessungen variieren leicht, da jede Probe einzeln geschliffen und poliert wurde.

Tabelle 7.7: Probengeometrien für die Biegeproben aus  $W_f/W$  die für die Ermittlung des J-Integrals verwendet wurden. Der Auflagerabstand bei den Versuchen betrug 25 mm.

Probe	B [mm]	W [mm]	$a_{initial}$ [mm]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J1	2.96	3.97	1.21
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2	3.03	4.00	0.99
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J3	3.00	3.93	0.97
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J4	2.99	4.02	1.24
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J5	2.92	3.95	1.11

Es wurden nur Proben mit einer  $Y_2O_3$  Zwischenschicht verwendet, die aus einem Gewebe (Gewebe 4, siehe Kapitel 4.2, Abb. 4.8) mittels des lagenweisen CVD Prozesses hergestellt wurden. Die Proben sind durch Drahterosion auf die groben Außenkonturen geschnitten und im Anschluss auf das Endmaß geschliffen worden. Die Herstellung der Kerbe erfolgte analog zur Kerbe für die Ermittlung des  $K_Q$ -Wertes (siehe Kapitel 7.4.4). Es wurde auf einen Schnitt mittels FIB verzichtet, da sich bei Vorversuchen an diesen größeren Proben gezeigt hat, dass der Schnitt für die Rissinitiierung nicht notwendig ist. Die Proben wurden im Herstellungszustand bei RT getestet. Für die Versuche wurde eine Biegehalterung

mit dem Auflagerabstand von 25 mm verwendet.

Für die Biegeversuche kam ebenfalls die UPM vom Typ TIRAtest 2820, Nr. R050/01, TIRA GmbH, mit einer 5 kN Kraftmessdose, zum Einsatz. Der Fehler für die Kraftmessung liegt hierbei bei 0,15 %. Der Test fand mit einer konstanten Verschiebung von  $0,5 \mu\text{m/s}$  statt. Für die Verschiebung wurde für den Belastungszyklus ein Weg von  $8 \mu\text{m}$  und für die zyklische Entlastung ein Weg von  $3 \mu\text{m}$  gewählt [158]. Die Aufzeichnung der Proben erfolgte mit einem optischem Kamerasystem aus einem telezentrischen Objektiv (OPTO ENGINEERING TC4M004/C 4-fache Vergrößerung) und einer Schwarz-Weiß Kamera (Toshiba - Typ DU657M (2560x2560 Pixel, Pixelgröße:  $5,0 \mu\text{m}^2$ )), um den Rissfortschritt an der Oberfläche zu dokumentieren. Das Kamerasystem hat eine Messgenauigkeit von  $29,6 \mu\text{m}$ .

### Auswertung

Die Kraft-Verschiebungs-Kurve zweier Proben ist in Abb. 7.25 dargestellt. Die Proben werden zyklisch be- und entlastet. Für jede Probe startet der Riss und damit der Beginn des stabilen Risswachstums nach einer anderen Belastung, erkennbar an einem geringen Lastabfall, welcher nicht in der Kurve zu erkennen ist. Während der Belastung tritt bei den meisten Proben eine Nichtlinearität, welche durch ein instabiles Risswachstum gekennzeichnet ist, bei der Belastung auf. Die Proben wurden während des Versuches annähernd bis zur vollständigen Zerstörung der Matrix belastet.

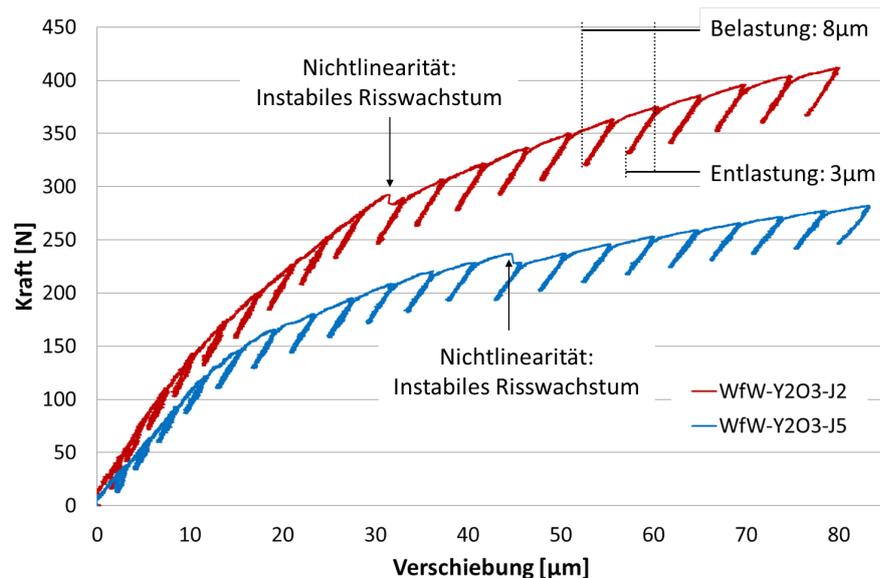


Abbildung 7.25: Kraft-Verschiebungs-Kurve für die Ermittlung der J-R-Kurve für Proben aus  $W_f/W_{Y_2O_3}$ .

Den Biegeversuchen folgte die Markierung des geöffneten Risses durch Einfügen eines Kunststoffharzes. Danach wurden die Proben in flüssigem Stickstoff gekühlt und mit einer einseitigen schlagartigen Krafteinleitung, einem Hammerschlag, vollständig auseinandergebrochen. Bei dem Öffnen sind hauptsächlich die Fasern gebrochen. So konnte der Riss, der während des Versuches entstanden ist, identifiziert werden. In Abb. 7.26 sind die Risslängen der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2 an Rück- (siehe Abb. 7.26 a)) und Vorderseite (siehe Abb. 7.26 c) dargestellt. In Abb. 7.26 b) ist die Risslänge nach dem Versuch gemessen. Zur Bestimmung der Risslänge wurde der Abstand der Risspitze zum Kerb an neun Stellen über die Fläche der Probe gemessen. Für die Berechnung des maximalen J-Integral Wertes  $J_{Q-max}$  fanden die mittleren Risslängen der Proben Verwendung.

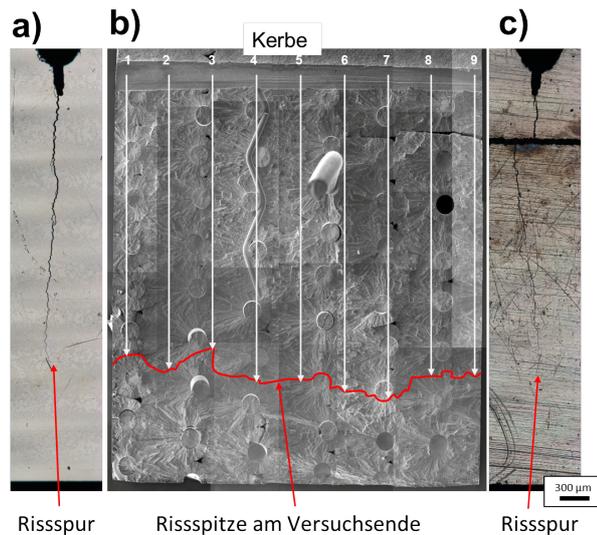


Abbildung 7.26: Risslängenmessung ( $a_{final}$ ) an der a) Vorderseite, b) Bruchfläche und c) Rückseite der Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2. Der Kerb befindet sich im oberen Bereich der Probe.

### Ergebnisse

Die ermittelten J-R-Kurven sind in Abb. 7.27 dargestellt. Es lässt sich erkennen, dass die Kurven ein konvexes Verhalten zeigen. Bei fortschreitendem Riss zeigt sich eine Erhöhung des J-Integral Wertes, also der Bruchzähigkeit. Die Veränderung des Risses zum initialen Kerb wird mit  $\Delta a$  beschrieben. Die Knicke in den Kurven korrelieren mit keinem speziellen Ereignis und folgen den Messungenauigkeiten resultierend aus der Risslängenmessung mit dem Kamerasystem und der Kraftmessung.

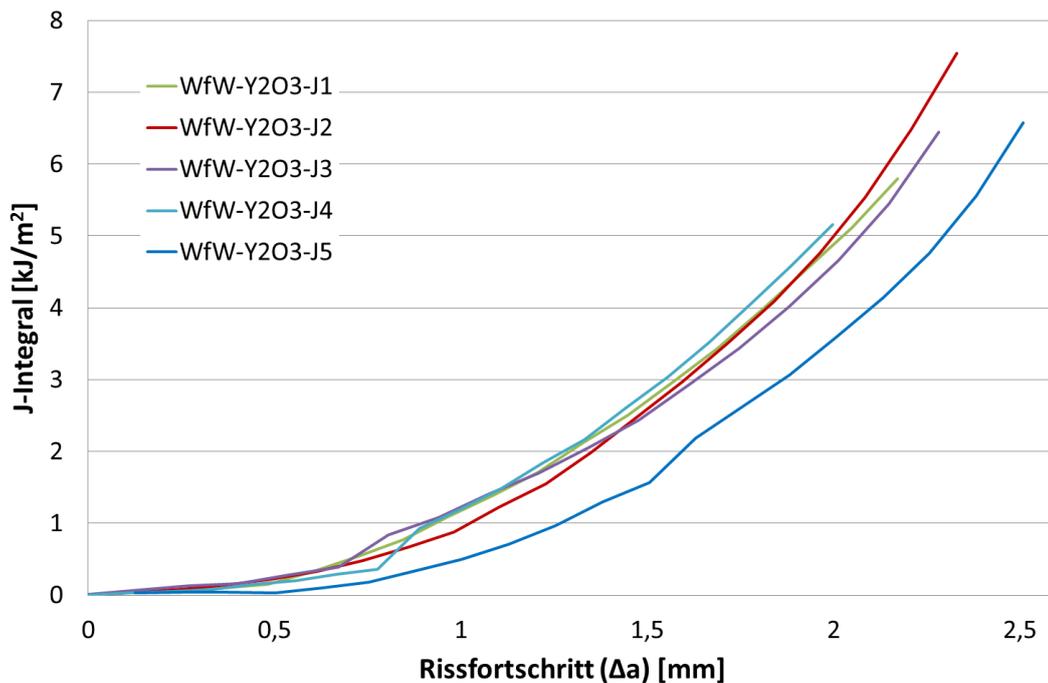


Abbildung 7.27: J-R-Kurven der Proben aus  $W_f/W_{Y_2O_3}$

In Tab. 7.8 sind finale Risslängen  $a_{final}$ , Zyklusnummern des Rissstarts  $i_{Rissstart}$  und ermittelte J-Integrale  $J_{Q-initial}$  und  $J_{Q-max}$  zusammengefasst. Die Risse, die an der Oberfläche beobachtet werden, sind meist schon ab dem ersten Zyklus sichtbar. Für die Berechnung des  $J_{Q-initial}$  wurde die an der Oberfläche sichtbare Anfangsrisslänge verwendet.

Tabelle 7.8: Risslängen, Rissstart und J-Integrale, welche für die J-Integral Berechnung verwendet wurden.

Probe	$a_{final}$ [mm]	$a_{\text{Öffnung}}$ [mm]	$i_{Rissstart}$ [-]	$J_{Q-initial}$ [kJ/m <sup>2</sup> ]	$J_{Q-max}$ [kJ/m <sup>2</sup> ]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J1	3,26	0,022	3	0,04	5,8
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2	3,20	0,029	2	0,04	7,5
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J3	3,12	0,021	4	0,07	6,4
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J4	3,13	0,023	3	0,03	5,2
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J5	3,50	0,026	1	0,03	6,6

### Bruchflächenbeurteilung

In Abb. 7.28 sind die geöffneten Bruchflächen der Biegeproben  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2 (Abb. 7.28 a)) und  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -J5 (Abb. 7.28 b)) dargestellt.

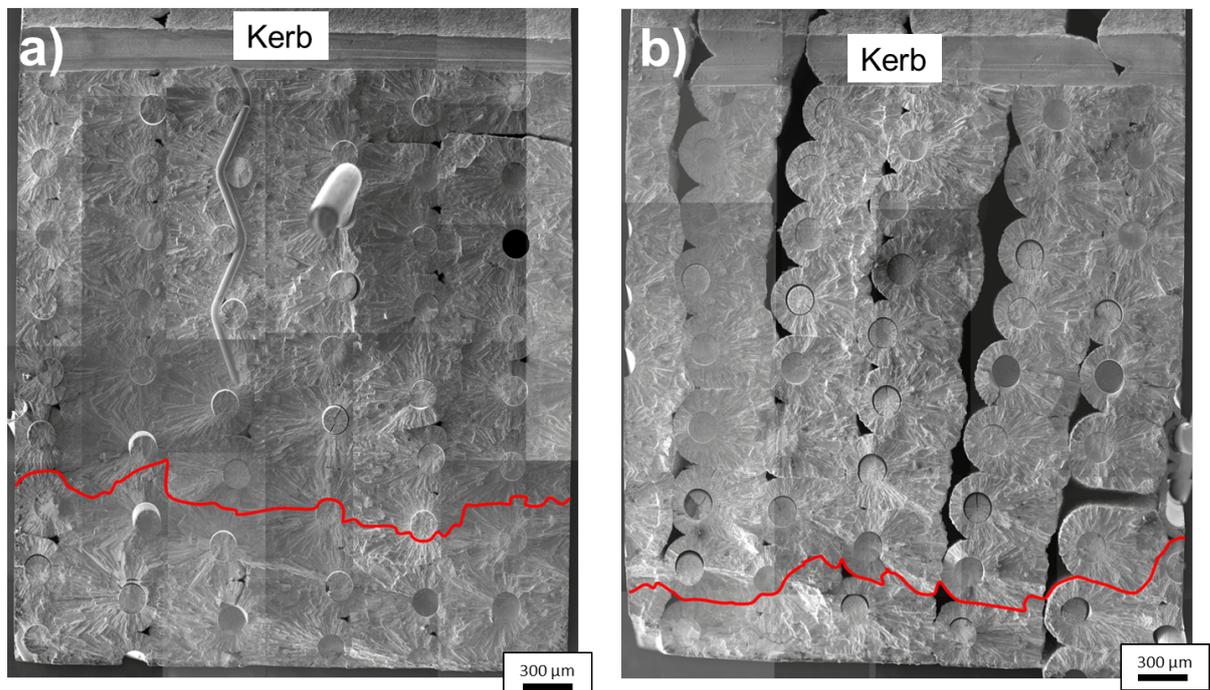


Abbildung 7.28: Bruchflächen der Proben  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2 (a))  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -J5 (b)). Der Kerb befindet sich im oberen Bereich der Proben. Die rote Linie markiert die Risspitze am Ende des Versuches.

Der Kerb ist im oberen Bereich der Aufnahmen zu sehen. Die rote Linie markiert den Verlauf der Risspitze. Während der Biegeversuche wurde keine Faser zerstört, da die Rissöffnung ( $a_{\text{Öffnung}}$ ) noch kleiner als die maximalen Längung beim duktilen Versagen der Faser (0,051 mm [57]) war. Die Fasern wurden daher erst beim Öffnen der Probe gebrochen

und zeigen alle, bedingt durch das Herunterkühlen, sprödes Versagen. Das Bruchverhalten der Matrix bis zur roten Linie ist in allen Fällen ein Sprödbbruch mit trans- und interkristallinem Versagen, wobei der interkristalline Bruch dominiert. Die Probe  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2 hat eine dichte Matrix (99,8 % Dicht), in der keine großen Poren zu erkennen sind. Es sind in der Probe einzelne kleine Poren vorhanden. Eine weniger Dichte Matrix (94,1 % Dicht) weist die  $W_f/W_{Y_2O_3}$ -J5 Probe auf und die großen Poren sind in „Porenketten“ miteinander verbunden. Die einzelnen Lagen sind bei der Matrixherstellung nicht hinreichend zusammengewachsen.

## 7.5 Kerbschlagbiegeversuch

### 7.5.1 Grundlagen des Kerbschlagbiegeversuches

Der Kerbschlagbiegeversuch wurde um 1900 von S. B. Russel und G. Charpy entwickelt und ist in mehreren Normen (DIN EN ISO 148-1:2017-05 [159], DIN EN ISO 14556:2006-10 [160] und ASTM E23 [161]) als standardisierte Testmethode beschrieben. Dieser Versuch ist eine Methode, die Bruchenergie, die als Maß der Duktilität eines Materials gilt, zu bestimmen [99]. Zur Ermittlung der DBTT können die Kerbschlagarbeit  $E_{KV}$  und die Bruchflächen analysiert werden. Bei einem duktilen Material kommt es durch die plastische Verformung (Spannungsumverteilung, Kaltverfestigung etc.) des Materials zu einer erhöhten Energieaufnahme. Da ein sprödes Material kein solches Verhalten zeigt, wird deutlich weniger Energie während des Versuches verbraucht. Der Anstieg von einer niedrigen  $E_{KV}$  zu einer hohen  $E_{KV}$  findet in einem steilen Übergang an der Übergangstemperatur  $T_{\ddot{u}}$  statt. Eine Kerbschlagarbeit-Temperatur-Kurve ist in Abb. 7.29 dargestellt. Das geänderte Bruchverhalten lässt sich auch an den Bruchflächen der einzelnen Proben erkennen. Bei einem Sprödbbruch ist die charakteristische Bruchfläche durch das trans- und interkristalline Versagen glatt und die Probe ist nicht deformiert. Durch die plastische Verformung ist bei duktilem Versagen die Probe deformiert.

Für die Durchführung des Kerbschlagbiegeversuches gibt es zwei prinzipielle Aufbauten. Bei der ersten Bauweise kommt ein Pendelschlagwerk zum Einsatz, bei welchem die Probe in dem tiefsten Punkt der Pendelbahn (Kreisbahn) eingelegt wird, während das Pendel in die Ausgangslage mit der Fallhöhe ( $h$ ) platziert wird [99]. In der Ausgangslage hat das Pendel somit die potentielle Energie  $E_{pot}$  (Lageenergie), welche durch  $h$  bestimmt wird. Durch das Lösen des Pendels wird im tiefsten Punkt der Kreisbahn  $E_{pot}$  annähernd komplett in kinetische Energie ( $E_{kin}$ ) (abzüglich der Reibungsenergie) umgewandelt und der Pendelkopf (Hammerscheibe) der Masse  $m$  trifft auf die Probe, die so zerschlagen wird. Durch das Brechen der Probe wird Schlagarbeit benötigt, welche vom Pendel aufgebracht wird und diesem für das Weiterschwingen nicht mehr zur Verfügung steht. Daher erreicht das Pendel beim Weiterschwingen nur noch eine niedrigere Endlage ( $h_1$ ) und die für das Zerschlagen notwendige Energie kann aus der Differenz der potentiellen Energien (Kerbschlagarbeit  $E_{KV}$ ) wie folgt berechnet werden [99].

$$E_{KV} = \Delta E_{pot} = m * g * (h - h_1) [J] \quad (7.16)$$

Bei der zweiten Bauweise kommt ein Fallwerk zum Einsatz, bei dem eine Finne mit einem

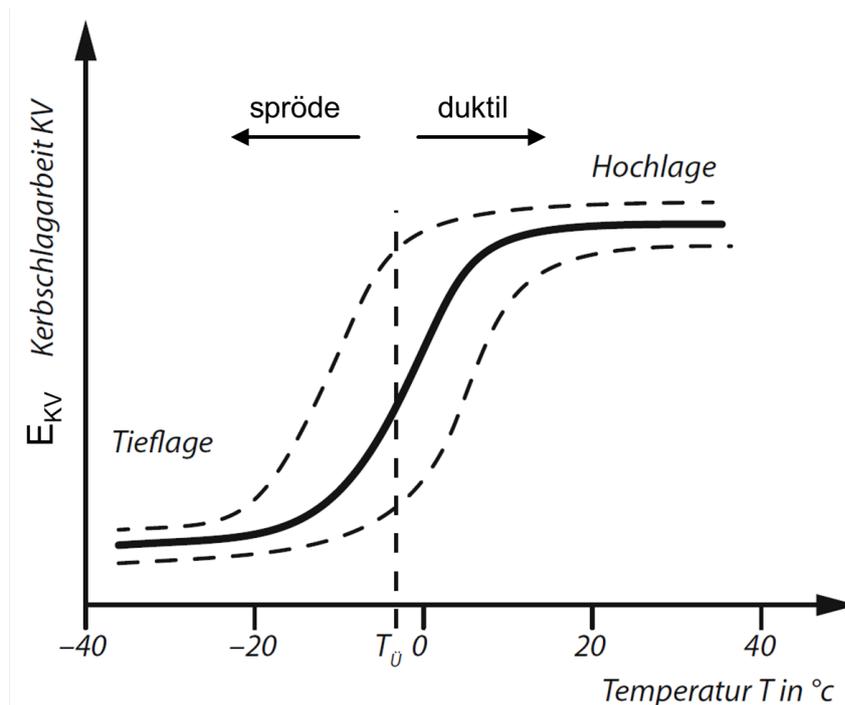


Abbildung 7.29: Kerbschlagarbeit-Temperatur-Kurve für einen kubisch-raumzentrierten Werkstoff nach [99].

Dehnmessstreifen ausgestattet ist. Bei diesem Aufbau ist die Probe unterhalb der Finne in einem Halter positioniert und die Finne ist in einer erhöhten Position darüber arretiert. Nachdem die Fixierung der Finne gelöst ist, fällt diese gerade nach unten und zerstört die Probe. Im Anschluss wird die Finne mit Hilfe von Federn auf eine erhöhte Position geschleudert und arretiert. Mit einer Software kann die Formänderung des Dehnmessstreifens ausgewertet und die dissipierte Energie bestimmt werden.

## 7.5.2 Kerbschlagbiegeversuche an $W_f/W$

### Proben und Versuchsdurchführung

Die Abmessungen der Proben wurden für die Vergleichbarkeit analog zu vorangegangenen Experimenten an  $W$  und  $W$ -Laminaten [162, 163, 164] gewählt. Die KLST Probengeometrie (siehe Abb. 7.24) ist  $3 \times 4 \times 27$  mm mit einer Kerbtiefe von 1 mm und einem Auflagerabstand von 22 mm. Die Endgeometrie der Proben wurde mittels Drahterosion erstellt und es fand keine Nacharbeitung der Proben durch Schleifen oder Polieren statt. Die Kerbschlagbiegeversuche wurden nach den Normen DIN EN ISO 148-1:2017-05 [159] und DIN EN ISO 14556:2006-10 [160] am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) nach den Vorgaben von Rieth et al. [162, 163, 164] mit zwei unterschiedlichen Anlagen durchgeführt. Für die Kerbschlagbiegeversuche unterhalb der Raumtemperatur wurde ein Pendelschlagwerk unter Normaldruck bei RT verwendet. Die Kühlung der Probe erfolgt in flüssigem Stickstoff auf die gewünschte Temperatur ( $-150^{\circ}C$ ,  $-100^{\circ}C$  und  $-50^{\circ}C$ ). Anschließend wurde die Probe automatisch in der Probenhalterung platziert und der Kerbschlagbiegeversuch bei Raumtemperatur durchgeführt, wodurch die Probe nur wenige Sekunden der RT ausgesetzt ist.

Für die Tests bei erhöhten Temperaturen (RT,  $600^{\circ}C$ ,  $900^{\circ}C$  und  $1000^{\circ}C$ ) verwendet man

den Versuchsaufbau mit Fallwerk. Der gesamte Versuch mit Heizen, Kerbschlagbiegeversuch und Abkühlen findet unter Vakuum im Bereich von 0,01 Pa statt [164]. Mehr Details über Versuch und Aufbau finden sich bei Rieth et al. [162, 163].

Bei 1000°C wurde eine Probe mit dem Halten der Temperatur für eine Stunde und eine bei Erreichen der Temperatur getestet, während für die übrigen Temperaturen je eine Probe zur Verfügung stand.

### Ergebnisse

Die ermittelte Kerbschlagbiegearbeit ist in Abb. 7.30 über der Temperatur dokumentiert. Die Werte unterhalb von 0,5 J spiegeln das Rauschen der Messwerte wieder und können nicht als wahre Kerbschlagbiegearbeit gewertet werden. Erst bei einer Temperatur von 1000°C zeigt sich ein signifikanter Anstieg in der Kerbschlagbiegearbeit.

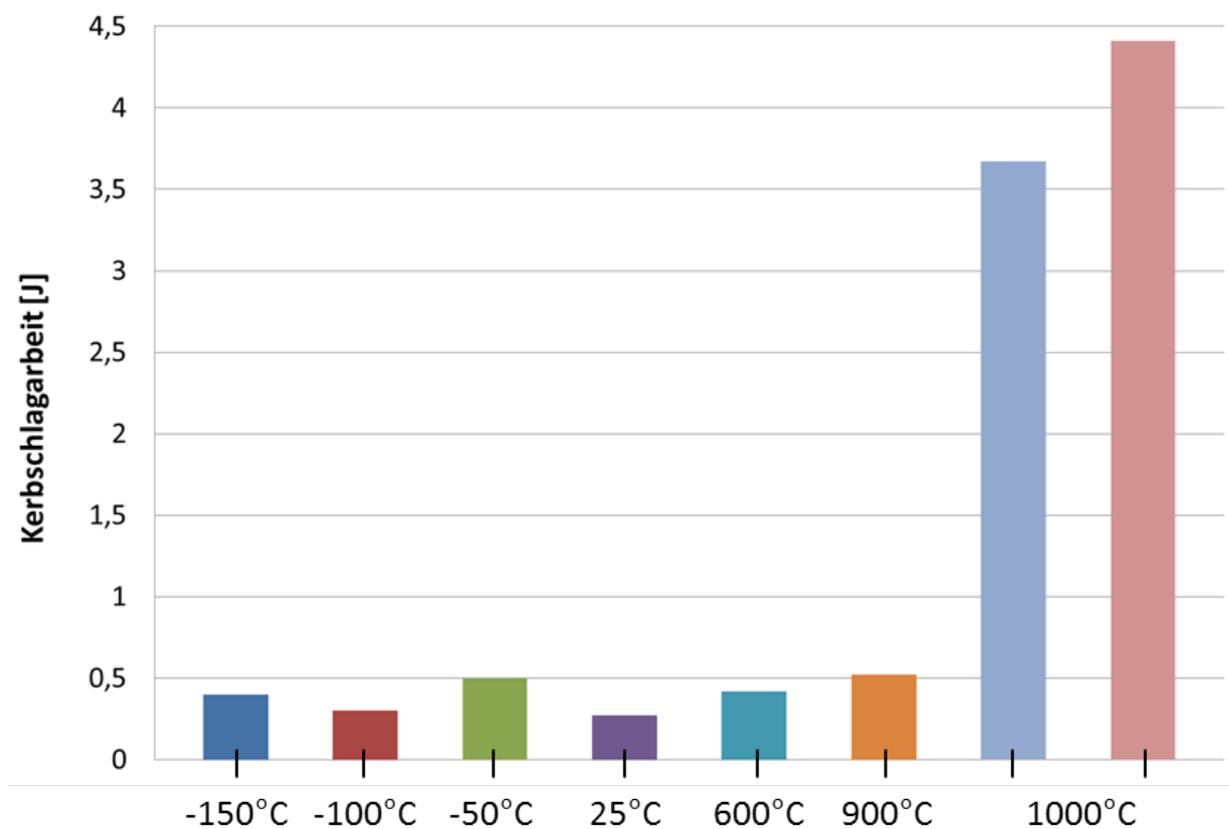


Abbildung 7.30: Kerbschlagbiegearbeit für verschiedene Temperaturen, durchgeführt an  $W_f/W_{Y_2O_3}$ .

In den Abb. 7.31-Abb. 7.33 sind die Bruchflächen der getesteten Proben dargestellt. Bei der Auswertung der Bruchflächen wird zwischen Faser und Matrixverhalten unterschieden. Es wird nicht im Speziellen auf die Zwischenschicht eingegangen, da diese aufgrund des geringen Volumens keinen nennenswerten Beitrag zur Kerbschlagarbeiten leistet. Darüber hinaus löst die Zwischenschicht bei allen Versuchen trotz der hohen Belastungsgeschwindigkeit ab und erfüllt somit die Anforderungen aus Kapitel 2.2.1.

In Abb. 7.31 sind die Bruchflächen der Kerbschlagbiegeversuche, die bei  $-150^{\circ}\text{C}$  (a)),  $-100^{\circ}\text{C}$  (b),d)),  $-50^{\circ}\text{C}$  (c,e)) und  $25^{\circ}\text{C}$  (f)) durchgeführt wurden, aufgezeigt. Bei  $-150^{\circ}\text{C}$  weisen Faser und Matrix keinerlei Deformation und einen Spröbruch mit trans- und interkristallinem Versagen auf. An zwei Stellen kann ein Faser Pull-out identifiziert werden. Die Bruchfläche bei  $-100^{\circ}\text{C}$  weist erste duktil verformte Fasern (siehe Abb. 7.31 e)) mit dem typischen Bruchbild (siehe Kapitel 3.2) [28, 30] auf. Es können aber auch noch komplett spröde Fasern gefunden werden. Die Matrix bricht spröde. Bei  $-50^{\circ}\text{C}$  (siehe Abb. 7.31 f)) zeigen alle Fasern ein duktiler Versagen. In der Matrix ist kein Zeichen von Duktilität zu erkennen. Bei  $25^{\circ}\text{C}$  verändert sich das Bruchbild der Probe nicht, die Fasern versagen duktil, während die Matrix spröde bricht.

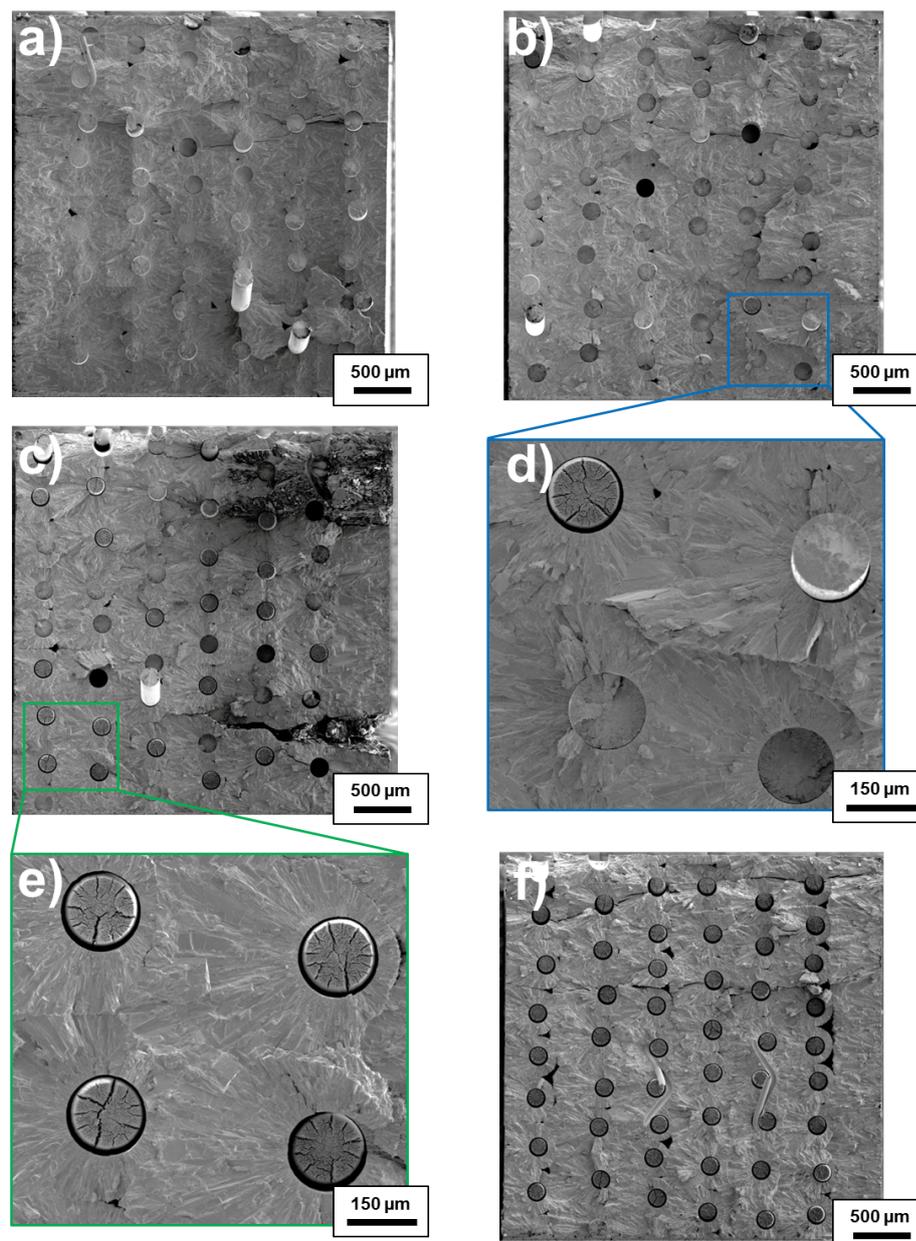


Abbildung 7.31: SEM Aufnahmen der Bruchflächen der Kerbschlagbiegeversuche, durchgeführt bei  $-150^{\circ}\text{C}$  (a)),  $-100^{\circ}\text{C}$  (b),d)),  $-50^{\circ}\text{C}$  (c,e)) und  $25^{\circ}\text{C}$  (f)). Der Kerb befindet sich jeweils an der Unterseite der Bilder.

Die Bruchflächen der Kerbschlagbiegeversuche bei 600°C (a,b)) und 900°C (c,d,e)) sind in Abb. 7.32 sichtbar. Bei 600°C (siehe Abb. 7.32 b)) lässt sich erkennen, dass sich der Faserdurchmesser in der eingeschnürten Zone im Vergleich zu den Tests bei RT weiter reduziert, bevor die Fasern duktil versagen. Für die Matrix wurde bei dieser Temperatur ein sprödes Bruchverhalten identifiziert. Bei 900°C reduziert sich der Faserdurchmesser in der eingeschnürten Zone noch weiter (siehe Abb. 7.32 d)), bevor diese duktil versagen. Bei dieser Temperatur ist erstmals eine beginnende duktile Verformung der Matrix mit plastischer Verformung einzelner Körner (siehe Abb. 7.32 e)) zu erkennen. Der Großteil der Matrix zeigt sprödes Bruchverhalten.

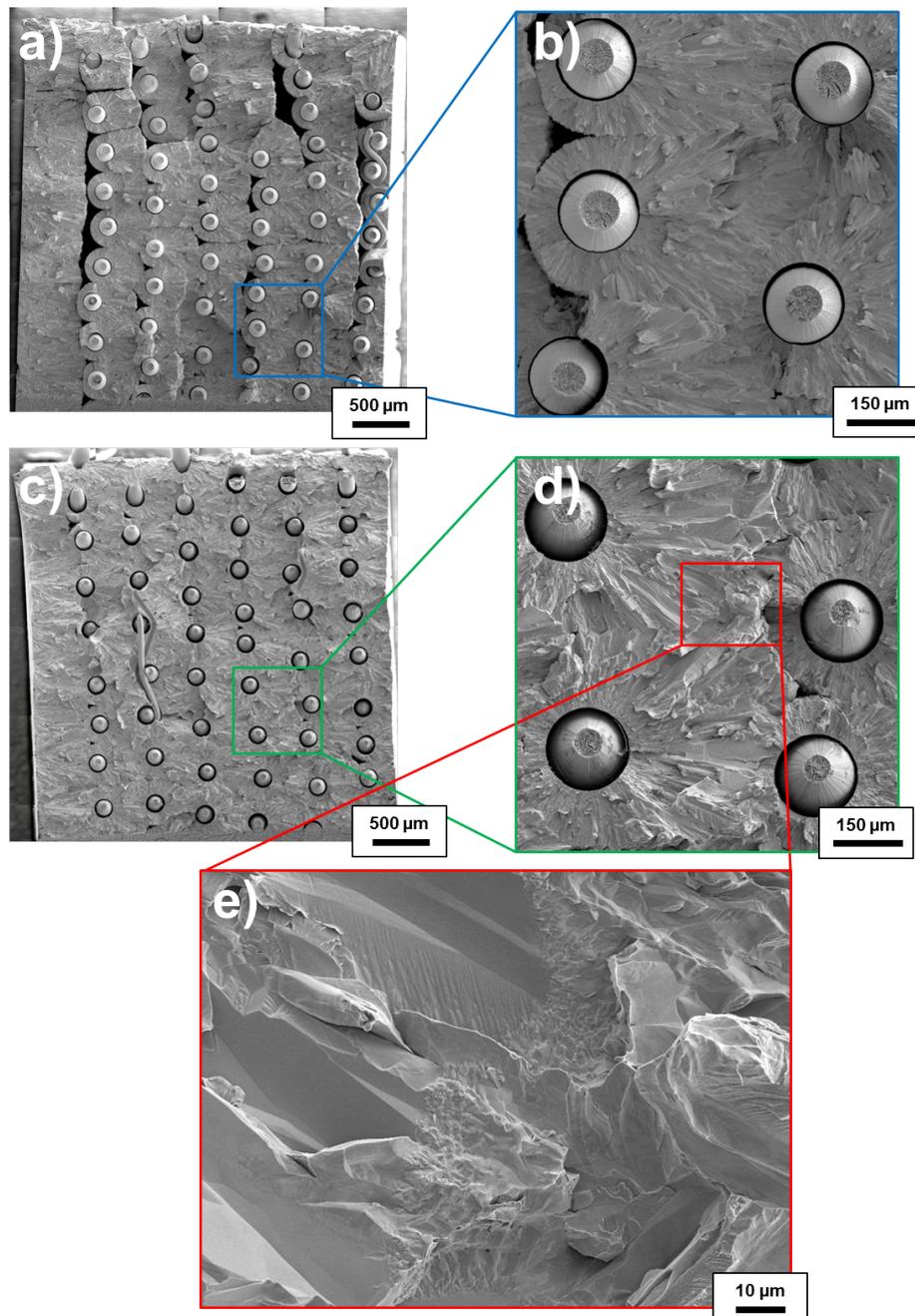


Abbildung 7.32: SEM Aufnahmen der Bruchflächen des Kerbschlagbiegeversuches, durchgeführt bei 600°C (a, b)) und 900°C (c, d, e)). Der Kerb befindet sich jeweils an der Unterseite der Bilder.

In Abb. 7.33 sind die Bruchflächen der Kerbschlagbiegeversuche bei 1000°C (a), b), c)) und 1000°C mit dem Halten der Temperatur für eine Stunde (c,d),e)) abgebildet. Die Fasern weisen duktilen Bruchverhalten mit weiterer Reduktion des Durchmessers an der Einschnürstelle auf. Die Matrix zeigt in beiden Fällen duktile Verformung. Diese ist makroskopisch durch eine starke plastische Deformation der gesamten Proben gekennzeichnet. Mikroskopisch zeigen die Körner eine plastische Verformung mit Messerschneidenstruktur (engl.: knife edge). Es kann kein Unterschied zwischen diesen beiden Proben identifiziert werden.

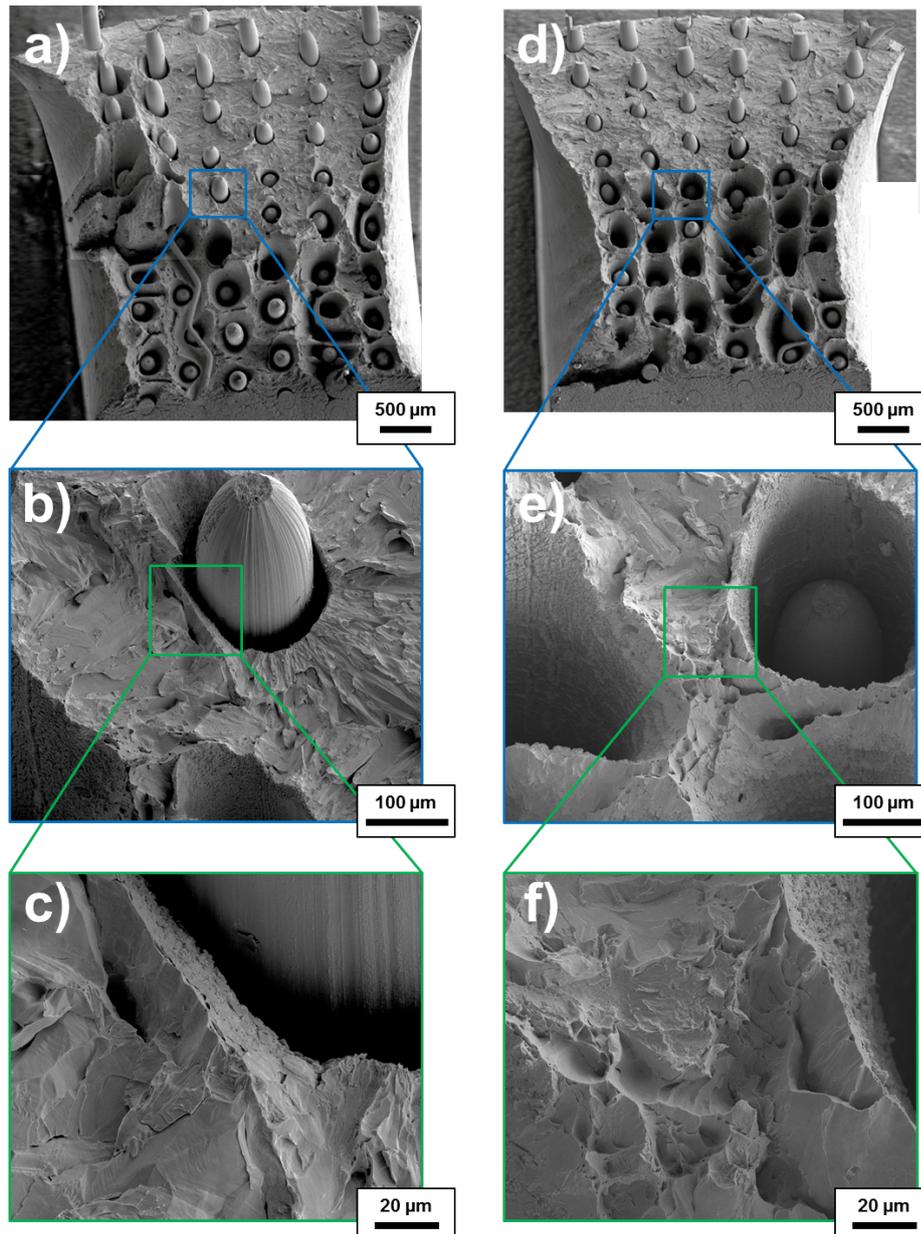


Abbildung 7.33: SEM Aufnahmen der Bruchflächen der Kerbschlagbiegeversuche, durchgeführt bei 1000°C (a), b), c)) und 1000°C mit einer Stunde Haltezeit (d), e), f)). Der Kerb befindet sich jeweils an der Unterseite der Bilder.

## 7.6 Zusammenfassung und Diskussion der mechanischen Charakterisierung

### 7.6.1 Zugversuche

Die Zugproben wurden aus zwei verschiedenen  $W_f/W$ -Platten mit unterschiedlichen Faservorformen und Zwischenschichten (siehe Kapitel 5.3) hergestellt. Die Faservorform beeinflusst Dichte und Faservolumenanteil, die aus Tab. 7.9 entnommen werden können.

Tabelle 7.9: Auflistung der Charakteristika der Zugproben: Bruchflächen.

	Dichte	Faservolumen	Stufen	Matrixrisse	Matrixrisse pro mm
$W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1	92,6 [%]	22 [%]	2	12	0,73
$W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS4	91,9 [%]	21 [%]	4	19	0,87
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS4	98,7 [%]	11 [%]	1	12	0,47
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS6	99,1 [%]	11 [%]	2	11	0,43

Die Erkenntnisse aus der Tabelle sind nachfolgend zusammenfassend erklärt. Eine niedrigere Dichte führt zu einer größeren Anzahl an Stufen und zu mehr Matrixrisse pro Millimeter. Die Stufen lassen sich durch die unvollständige Matrixfüllung zwischen den einzeln aufgewachsenen Lagen erklären, denn infolge der unterbrochenen Matrix kann der Riss mehrfach aus seiner ursprünglichen Ebene abgelenkt werden. In der unregelmäßigen Matrix führen Querschnittsveränderungen zu Spannungsspitzen. Dies konnte bei den  $W_f/W_{Er_2O_3}$  beobachtet werden. Der Faserabstand in der Faservorform betrug circa  $100 \mu\text{m}$  und hinterließ die typischen dreieckigen Poren in den Faserzwischenräumen (siehe Kapitel 6.3). Der geringere Faserabstand führt auch zu einem hohen Faservolumenanteil. Im Gegensatz dazu wurde bei den  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben zum Erreichen einer dichten Matrix Gewebe als Faservorform verwendet. Daraus resultiert eine gerade Bruchfläche und weniger Matrixrisse pro Millimeter. Zur Ermittlung und dem Vergleich der mechanischen Eigenschaften von  $W_f/W$  ist es daher wichtig, eine vergleichbare, dichte Matrix und einen vergleichbaren Faservolumenanteil herzustellen.

Bei den monotonen wie auch den zyklischen Zugversuchen bricht die spröde W-Matrix während der Belastung an mehreren Stellen, bevor die Fasern versagen. Im Bereich jedes Matrixbruchs tragen die Fasern die gesamte Last, die auf den Verbundwerkstoff wirkt. Daher ist die maximal erreichbare Spannung abhängig von der Anzahl der Fasern in der Probe. Die Eigenschaften der Fasern können sich je nach Belastung und Herstellungszustand ändern (siehe Kapitel 3.2). Spröde W-Fasern haben eine Festigkeit von rund 900 MPa, duktile Fasern eine Festigkeit von knapp 3000 MPa [58]. K-dotierte W-Fasern weisen im Herstellungszustand eine Festigkeit von circa 2700 MPa auf [52]. Außerdem zeigen spröde Fasern keine plastische Dehnung [58] und verhalten sich vergleichbar wie die spröde Matrix. Die maximale Zugfestigkeit von  $W_f/W$  kann nur mit Fasern im duktilen Zustand erreicht werden. Um zu überprüfen, welche Spannung von den Fasern in Zugversuchen übernommen wird, kann die Kraft  $F_{W_f/W}$ , bei der die Proben versagen, mit der der Faserfläche  $A_{\text{duktileFasern}}$  korreliert werden. Man erhält die Spannung  $\sigma_{Faser}$ , welche durch die Fasern aufgenommen wird. Diese wird, wie in Gl. 7.17 dargestellt, berechnet.

$$\sigma_{Faser} = \frac{F_{W_f/W}}{A_{duktileFasern}} [MPa] \quad (7.17)$$

Die berechneten Spannungen in den Einzelfasern der Zugproben sind in Tab. 7.10 dargestellt.

Tabelle 7.10: Auflistung der Charakteristika der Zugproben: Faserfestigkeit.

	Fasern			Faserfestigkeit duktil	Faservolumenanteil
	gesamt	duktil	spröde		
$W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS1	77	61	16	2680 [MPa]	22 [%]
$W_f/W_{Er_2O_3}$ -TS4	80	70	10	2699 [MPa]	21 [%]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS4	45	45	-	2386 [MPa]	11 [%]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS6	47	46	1	2499 [MPa]	11 [%]

Bei den zyklischen Zugversuchen wurden jeweils bei der ersten Belastung auf ein neues Lastniveau Lastabfälle, welche Matrixrisse bedeuten, detektiert. Das zeigt, dass die Fasern, die ab dem ersten Lastabfall die Last tragen, da die Matrix vollständig gerissen ist, sehr widerstandsfähig gegenüber zyklischem Versagen sind. Für die zyklischen Zugversuche kann die maximale Zugfestigkeit der Fasern im Verbundwerkstoff ebenfalls nach Gl. 7.17 berechnet werden. Die Ergebnisse sind in Tab. 7.11 zusammengefasst.

Tabelle 7.11: Auflistung der Charakteristika der zyklischen Zugproben: Faserfestigkeit.

	Fasern			Faserfestigkeit duktil	Faservolumenanteil
	gesamt	duktil	spröde		
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS1	56	56	-	2295 [MPa]	11 [%]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -TS5	50	50	-	2431 [MPa]	11 [%]

Die Zugfestigkeiten der Fasern im Verbundwerkstoff ist etwas niedriger als die Zugfestigkeiten der Einzelfasern. Es zeigt sich auch, dass die Fasern durch die hohe Lastzahl keine Degradation erleiden, da die maximale Zugfestigkeit der Fasern des zyklischen Zugversuches mit denen des monotonen Zugversuches vergleichbar sind.

Im Herstellungszustand ist die Zugfestigkeit von  $W_f/W$  also direkt vom Faservolumenanteil abhängig. Somit lässt sich die maximale Zugfestigkeit von  $W_f/W$  durch die Festigkeit der Faser und des Faservolumenanteil vorhersagen. Die W-Garne zeigen eine noch höhere Zugfestigkeit und könnten in Zukunft in den Herstellungsprozess von  $W_f/W$  implementiert werden. In Tab. 7.12 sind die potentiellen Zugfestigkeiten in Abhängigkeit vom Faservolumenanteil auch für die Verwendung des W-Garns aufgelistet.

Tabelle 7.12: Erreichbare Zugfestigkeit für  $W_f/W$  mit W-Fasern und W-Garnen.

Faservolumen	$W_f/W$ Zugfestigkeit	
	mit W-Faser ( $\varnothing 150 \mu\text{m}$ )	mit W-Garn
10 [%]	293 [MPa]	467 [MPa]
20 [%]	585 [MPa]	933 [MPa]
30 [%]	879 [MPa]	1400 [MPa]
40 [%]	1170 [MPa]	1866 [MPa]
50 [%]	1463 [MPa]	2333 [MPa]
60 [%]	1756 [MPa]	2800 [MPa]

## 7.6.2 Ermittlung der Bruchzähigkeit mittels ASTM E399

### Größenkriterium

Um einen validen  $K_{Ic}$  Wert zu erhalten, müssten nach der ASTM E399 [88] die Proben bei der verwendeten Probenhöhe  $W$  von  $3,3 \pm 0,1$  mm eine Länge von 13 mm aufweisen. Da aber für die Vergleichbarkeit der Versuche an  $W_f/W$  zu vorangegangenen Experimenten im Vordergrund stand, wurde die Probenlänge auf 10 mm limitiert (siehe Abb. 7.13).

Für eine gültige  $K_{Ic}$  Berechnung müsste das Größenkriterium Gl. 7.3 ( $0,45 \leq a/W \leq 0,55$ ) erfüllt sein. Für die Berechnung des Größenkriteriums ist aber nicht die Anrisslänge, welche beim Beginn der Versuche eingebracht wurde, relevant, sondern die Risslänge, mit welchen die  $K_Q$  Werte berechnet worden sind. Die Werte der Größenkriterien  $a_{\text{Oberfläche}}/W$  und  $a_{\text{initial}}/W$  sind in Tab. 7.13 dargestellt. Es lässt sich erkennen, dass nur eine Probe ( $W_f/W_{Er_2O_3-2I}$ ) dieses Kriterium mit dem Größenkriterium am Versuchsende erfüllt.

Außerdem müsste ein zweites Größenkriterium aus Gl. 7.2 erfüllt sein. Bei der Berechnung der Probenbreite ergeben sich unter Berücksichtigung dieses Kriteriums für die Probe  $W_f/W_{Y_2O_3-4I}$  Werte von 1,3 m, also über einen Meter. Dies ist durch die hohen Bruchzähigkeitswerte und die relativ niedrige Maximalspannung von  $W_f/W$  bedingt. Alle für die Versuche verwendeten  $W_f/W$  Proben sind somit zu klein, um einen gültigen  $K_{Ic}$  zu bestimmen. Trotzdem können die Werte zumindest als provisorische Bruchzähigkeitswerte  $K_Q$  verwendet werden, um einen Hinweis auf die Bruchzähigkeit und Anhaltspunkte für weitere Versuche zu liefern. Die Versuche sollten aber, um ihre Gültigkeit zu überprüfen, mit größeren Proben wiederholt werden. Für diese Proben wären W-Fasern mit reduziertem Durchmesser sinnvoll, um dadurch die maximale Spannung von  $W_f/W$  zu steigern und somit das zweite Größenkriterium (Gl. 7.2) zu erfüllen. Dies würde die Möglichkeit eröffnen, Proben mit Abmessungen im Zentimeterbereich valide zu testen.

### Biegekurve: Herstellungszustand (as-fab)

Die Biegekurven für die as-fab Proben zeigen einen linearen Lastanstieg bis zu einem ersten Lastabfall, welcher von weiteren Lastabfällen unterschiedlicher Höhe gefolgt wird. Im Anschluss flacht die Kurve ab, bevor die Probe stufenweise versagt. Der Riss wächst während der Belastung auf der Oberfläche sichtbar durch die gesamte Probe. Ab einer gewissen Belastung hat der Riss zwar annähernd die gesamte Probe durchzogen, trotzdem ist eine

Tabelle 7.13: Darstellung des Größenkriteriums, welches nach Gl. 7.3 berechnet wurde.

Probe	Größenkriterium		
	aOberfläche [mm]	aOberfläche/W	a <sub>initial</sub> /W
$W_f/W_{Er_2O_3-4II}$	2,80	0,82	0,51
$W_f/W_{Er_2O_3-6I}$	2,92	0,83	0,49
$W_f/W_{Er_2O_3-2I}$	1,63	0,48	0,39
$W_f/W_{Er_2O_3-4I}$	1,95	0,57	0,38
$W_f/W_{Er_2O_3-8I}$	1,92	0,64	0,40
$W_f/W_{Y_2O_3-4I}$	2,91	0,86	0,38
$W_f/W_{Y_2O_3-6I}$	2,92	0,86	0,36
$W_f/W_{Y_2O_3-8II}$	2,92	0,86	0,37
$W_f/W_{Y_2O_3-2I}$	2,01	0,61	0,40
$W_f/W_{Y_2O_3-4II}$	2,24	0,66	0,49
$W_f/W_{Y_2O_3-8I}$	2,25	0,67	0,49

weitere Belastung möglich. Da zu diesem Zeitpunkt die Matrix bereits spröde gebrochen ist, übernehmen die Fasern durch die Rissüberbrückung die Hauptlast während des Biegeversuchs. Die Fasern im Herstellungszustand sind verantwortlich für das Biegeverhalten von  $W_f/W$ , weil die Matrix ab einer gewissen Biegung komplett gebrochen ist. Somit könnte das Verhalten analog zu den Zugversuchen durch die Verwendung von W-Garnen oder die Steigerung des Faservolumenanteils positiv beeinflusst werden.

### **Biegekurve: Versprödet (emb)**

Die Biegekurven für die emb Proben zeigen ebenfalls einen linearen Lastanstieg bis zu einem ersten Lastabfall. Im Anschluss steigt die Last, mit zwei kleinen Lastabfällen, bis die maximale Biegekraft der Probe erreicht ist. Daraufhin folgt ein stufenweises Versagen der Proben. Es konnte während der Belastung auf keiner der Proben mit dem Kamerasystem ein Riss identifiziert werden. Die versprödeten Fasern weisen schlechtere mechanische Eigenschaften auf als die Fasern im Herstellungszustand. Da die Eigenschaften von  $W_f/W$  stark von den Fasern abhängig sind, sind die Lasten, welchen die emb Proben widerstehen, niedriger als jene, welche die as-fab Proben tolerieren können. Obwohl auf der Oberfläche kein Riss im Material identifiziert werden konnte, weist der Lastabfall während der Belastung auf das Entstehen eines Risses hin. Dies zeigt, dass  $W_f/W$  auch im versprödeten Fall eine steigende Lastaufnahme nach einem Matrixriss ermöglicht.

### **Faserverformung**

Mit den Kameraaufnahmen kann die Öffnung des Risses während des Versuches an verschiedenen Punkten der Kurve für die  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben beobachtet werden (siehe Kapitel 7.4, Abb. 7.17). Bei dieser Betrachtung ist interessant, ab wann die Berechnungen des  $K_Q$  Wertes nach dem Riss der ersten Faserlage und damit einhergehende zu große Rissöffnung nicht mehr als gültig erachtet werden kann. Die Längenzunahme durch duktile Verformung der W-Fasern ( $\varnothing 150 \mu\text{m}$ ) ist mit  $51 \mu\text{m}$  ( $l_{ein}$ ) [57] bekannt.

Tabelle 7.14: Rissöffnung der  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Biegeproben (E399).

Probe	$a_{\text{Oberfläche}}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$a_{\text{Öffnung}}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$P_Q$ [N]	$K_{Q_{\text{Oberfläche}}}$ [MPa $\text{m}^{1/2}$ ]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -4I - SV	2870	19	452	143
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -4I - Maximalwerte	2905	128	603	214
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -6I - SV	2900	27	460	133
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -6I - Maximalwerte	2920	128	538	162
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -8II - SV	2860	20	516	167
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -8II - Maximalwerte	2940	103	611	241

Der Streckgrenzevergleichswert (SV) der Biegekurven (siehe Abb. 7.16) und damit die Ermittlung der Kraft  $P_Q$ , findet noch vor dem duktilen Versagen der Fasern statt. Dies erkennt man daran, dass die Rissöffnung der Proben beim Streckgrenzevergleichswert nicht ausreicht um die W-Faser duktil zu verformen. Es findet somit bei den  $K_Q$  Werten die beim Streckgrenzevergleichswert der Kurve ermittelt wurden, keine große Rissöffnung statt, wodurch diese Werte als gültig erachtet werden können, da sich der Spannungszustand nicht ändert. Im Gegensatz dazu hat bei der maximal möglichen Last bereits die erste Faserlage versagt. Dies sieht man, dass die Rissöffnung größer  $51 \mu\text{m}$  ist. Dadurch verändert ein starkes Durchbiegen der Probe den Spannungszustand innerhalb der Probe und die Berechnung des  $K_Q$  Wertes ist nicht mehr zulässig.

### Versprödete Proben

Während des Heizens bilden sich in der Matrix Blasenketten (siehe Abb. 7.20 c), d)) an den Korngrenzen und die Kornstruktur der Matrix verändert sich. An diesen Proben haben die Korngrenzen versagt, die durch die Blasen geschwächt sind. Ein ähnliches Verhalten von CVD-W wurde nach dem Heizen bereits mehrfach beobachtet und detailliert beschrieben [77, 165, 86]. Während der Reduktion von  $WF_6$  kann es nach Schaffhauser [165] zu folgender Nebenreaktion kommen:



Bei dieser Reaktion liegt das entstandene  $WF_4$  als Feststoff vor und lagert sich auf dem reinen abgeschiedenen Wolfram ab [86]. Ein ähnliches Verhalten gilt auch für  $WF_3$  und  $WF_2$ . Diese Feststoffe werden erst bei höheren Temperaturen gasförmig. Darüber hinaus wird bei erhöhter Temperatur die Diffusion des im W gelösten Fluors erhöht und es wird an den Korngrenzen ausgeschieden. Dieses Fluor bildet an den Korngrenzen Gasblasen aus. EDX Analysen nach dem Heizen bestätigen, dass sich Fluor in der Umgebung der Blasen detektieren lässt. In den as-fab Proben konnte mittels EDX kein Fluor nachgewiesen werden, da die lokale Konzentration in der Matrix zu klein ist und erst durch des Heizen detektierbare Konzentrationen erzeugt werden. Da diese Poren zu einer Schwächung des CVD-Wolframs führen [77], sollte die Einlagerung von  $WF_4$  unterbunden werden. Es kann zusätzlich eine definierte Menge Sauerstoff eingeleitet werden, was das solide  $WF_4$  in die gasförmige Verbindung  $WOF_4$ , wie im Folgenden dargestellt, umwandelt [86].



Nach dem Heizen auf  $1800^\circ C$  bzw.  $2200^\circ C$  ist die sternförmige Kornstruktur des CVD-W noch zu erkennen. Kleinere W-Körner sind aber verschwunden und in großen Körnern aufgegangen. In Abb. 7.20 e) lässt sich erkennen, dass sich die Dicke der  $Y_2O_3$  Zwischenschicht von  $1 \mu m$  auf  $0,2 \mu m$  deutlich verringert. An manchen Stellen hat sich die Zwischenschicht sogar ganz aufgelöst und die W-Körner der Faser sind mit den W-Körnern der Matrix zusammengewachsen. Dies legt den Schluss nahe, dass sich die Zwischenschicht während des Heizens auf eine Temperatur von  $2200^\circ C$  zumindest teilweise auflöst. Dies könnte daran liegen, dass sich bereits während der Matrixabscheidung Flusssäure (HF) in der Zwischenschicht ansammelt, welches bei höheren Temperaturen reagiert, und die Zwischenschicht zerstört, da  $Y_2O_3$  nicht gegen HF resistent ist [166]. Ein solches Auflösen der Zwischenschicht konnte für  $Er_2O_3$  nicht beobachtet werden [151].

### Bruchzähigkeitswerte

Bei den as-fab Proben wurde während des Versuches stabiles Risswachstum festgestellt. Dies war an den emb Proben wegen ihrer Oberflächenstruktur nicht möglich. Die maximalen Bruchzähigkeitswerte, welche für  $W_f/W$  berechnet wurden, sind in Abb. 7.34 zusammengefasst. Der Mittelwert der beim Streckgrenzevergleichswert der drei as-fab  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben ist  $148 \text{ MPa m}^{1/2}$ .

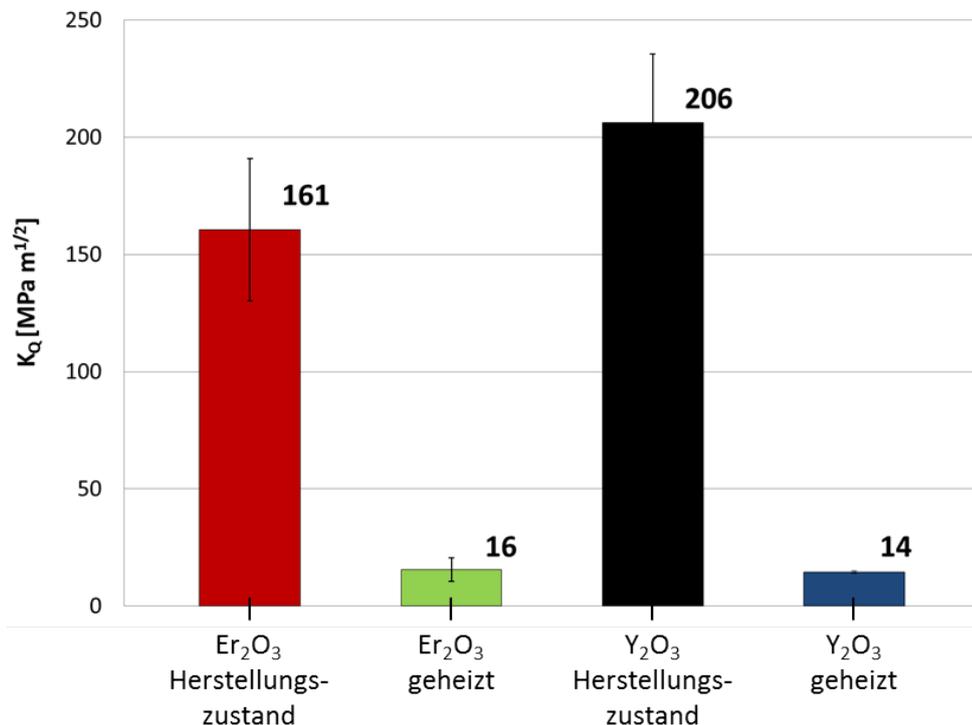


Abbildung 7.34: Mittelwerte der provisorischen Bruchzähigkeiten, die für  $W_f/W$  ermittelt wurden.

Die Bruchzähigkeitswerte von polykristallinem W sind aufgrund der Kornstruktur stark anisotrop und es wurden Werte zwischen  $5-7 \text{ MPa m}^{1/2}$  berechnet [167]. Für eine Wolfram-Tantal-Legierung wurden stark anisotrope Bruchzähigkeitswerte zwischen  $3,7 \text{ MPa m}^{1/2}$

und  $39,8 \text{ MPa m}^{1/2}$  und für eine W Vanadium Legierung von  $3,3 \text{ MPa m}^{1/2}$  bis  $28,0 \text{ MPa m}^{1/2}$  bestimmt [34]. Durch Wärmebehandlung bei  $1800^\circ\text{C}$  für eine Stunde sinkt die Bruchzähigkeit der W-Ta-Legierung auf  $3,8 \pm 0,6 \text{ MPa m}^{1/2}$  [34]. Für reines CVD-W liegen die Werte für die Bruchzähigkeit zwischen  $4\text{-}10 \text{ MPa m}^{1/2}$  [77] und somit etwas niedriger als für polykristallines W. Bei den Untersuchungen der Bruchzähigkeit der oben genannten W basierten Werkstoffe konnte kein stabiles Risswachstum bei RT beobachtet werden. Im Gegensatz dazu konnte das stabile Risswachstum für  $W_f/W$  und die daraus folgende Schadenstoleranz mehrfach gezeigt werden. Die Schadenstoleranz und die höheren Bruchzähigkeitswerte machen  $W_f/W$  zu einem optimierten Wolfram.

### 7.6.3 Ermittlung des J-Integrals mittels ASTM E1820

#### Größeneffekt

Die Proben für die J-Integral Untersuchungen sind KLST Proben mit einem Querschnitt von  $3 \times 4 \text{ mm}^2$ . Es wurde festgestellt, dass grundsätzlich durch die Verwendung von KLST Proben bei der Untersuchung von W kein Größeneffekt zum Tragen kommt, welcher die Ergebnisse verfälschen könnte [157, 168]. Es konnte auch für Faserverbundwerkstoffe gezeigt werden, dass es die Querschnittsfläche der KLST Proben erlaubt, aussagekräftige Bruchzähigkeitswert zu ermitteln [169, 170]. Die Fasern, die in  $W_f/W$  verwendet werden, sind mit ihrem Durchmesser von  $150 \mu\text{m}$  aber für eine Faserverstärkung relativ dick. Daher muss man davon ausgehen, dass der Effekt der Fasern auf den Verbundwerkstoff inhomogen auf Bereiche in Fasernähe konzentriert ist und das Materialverhalten nicht mehr als homogen angesehen werden kann. Es empfiehlt sich daher, die Versuche mit größeren Proben zu wiederholen, bei denen die Faserdicke die Eigenschaften des Verbundwerkstoffes homogener beeinflussen.

#### Faserverformung

Analog zu den Proben für die  $K_Q$  Ermittlung nach ASTM E399, kann die Rissöffnung am Ende des Versuche ermittelt werden. Daraus kann abgeleitet werden, ob es im Verlauf des Versuches zu einem Faserversagen gekommen ist. Die Fasern versagen, wenn der Riss eine Rissöffnung aufweist, die größer als die duktile Verformung der W-Fasern ( $51 \mu\text{m}$  [57]) ist. Die Ergebnisse der Rissöffnungen und die Dehnungsreserven der Fasern der ersten Lage sind in Tab. 7.15 dargestellt.

Tabelle 7.15: Rissöffnung der  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Biegeproben (J-Integral).

Probe	$a_{\text{Öffnung}} [\mu\text{m}]$	Dehnungsreserve Fasern 1. Lage $[\mu\text{m}]$
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J1	22	29
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2	29	22
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J3	23	28
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J4	21	30
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J5	26	25

Diese Ergebnisse bedeuten, dass am Versuchsende keine Faser der Biegeproben versagt haben kann, da die Rissöffnung in allen Fällen zu gering war. Eine weitere Belastung der

Proben wäre möglich gewesen, bis die Fasern ihre maximale Festigkeit erreicht hätten. Das bedeutet, dass die Bruchzähigkeitswerte, die mit der Bestimmung des J-Integrals ermittelt wurden, die wahre Bruchzähigkeit von  $W_f/W$  unterschätzen.

### Bruchzähigkeitswerte

Während der Versuche konnte stabiles Risswachstum beobachtet werden. Aus den  $J_Q$  Werten lassen sich vorläufige Bruchzähigkeitswerte  $K_{J-Q}$  für verschiedene Punkte der Kurve berechnen. Geeignete Werte wurden bei 0,2 mm ( $J_{0,2}$ ) und 1,5 mm ( $J_{1,5}$ ) Rissfortschritt für die Vergleichbarkeit gewählt [143, 156, 171]. Diese Werte wurden durch  $K_{J-Q-max}$ , welches mit  $J_{J-Q-max}$  berechnet wurde, ergänzt und sind in Tab. 7.16 zusammengefasst. Diese Werte werden aufgrund der beschriebenen Größeneffekte als unterschätzte Bruchzähigkeitswerte für  $W_f/W$  angenommen.

Tabelle 7.16: Bruchzähigkeitswerte, die an  $W_f/W$  mittels des J-Integrals ermittelt wurden.

Probe	$J_{0,2}$ [kJ/m <sup>2</sup> ]	$K_{J-Q-0,2}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]	$J_{1,5}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]	$K_{J-Q-1,5}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]	$K_{J-Q-max}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J1	0,06	5,2	2,5	33,2	51,1
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2	0,08	5,8	2,5	33,0	57,6
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J3	0,05	4,6	3,0	36,5	47,7
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J4	0,1	6,7	2,4	32,8	51,1
$W_f/W_{Y_2O_3}$ -J5	0,04	4,4	1,6	26,3	53,8

Die mithilfe des J-Integral berechneten Bruchzähigkeitswerte sind höher als die von anderen  $W$  basierten Werkstoffen, aber niedriger als jene, welche mit der ASTM E399 ermittelt wurden (siehe Kapitel 7.6.2). Bei einer Risslänge von 1,5 mm sieht man aber, dass die Bruchzähigkeitswerte bereits deutlich erhöht sind. Würde man die Probe weiter belasten, würden die Werte auch weiter ansteigen. Die Schadenstoleranz durch das stabile Risswachstum und die höheren Bruchzähigkeitswerte machen  $W_f/W$  zu einem besseren Werkstoff als reines  $W$ .

## 7.6.4 Kerbschlagbiegeversuche

Für die Untersuchung der DBTT von  $W_f/W$  wurden Kerbschlagbiegeversuche bei Temperaturen zwischen -150°C und 1000°C durchgeführt. Die Werte und Charakteristika der Bruchbilder sind in Tab. 7.17 zusammengefasst. Messwerte unterhalb von 0,5 J sind von Rauschen dominiert, weil die Messwerte im Bereich der Auflösung der Messapparatur liegen. Anhand der Bruchbilder lässt sich jedoch leicht erkennen, dass die DBTT der Faser zwischen -100°C und -50°C liegt. Die Matrix zeigt im Bruchbild ab 900°C erste Anzeichen von Duktilität. Ab 1000°C sieht man im Bruchbild deutlich eine plastische Verformung der Matrix. Dies korreliert auch mit der Erhöhung der Kerbschlagarbeit ( $E_{KV}$ ). Die DBTT des hergestellten CVD- $W$  liegt bei circa 1000°C. Wie aber aus vorangegangenen Experimenten an  $W$ -Werkstoffen bekannt ist, ist der Übergang von der Tieflage zur Hochlage der  $E_{KV}$  nicht so steil wie bei anderen kubisch-raumzentrierten Werkstoffen [163]. Dies legt die Vermutung nahe, dass bei einer weiteren Erhöhung der Testtemperatur die  $E_{KV}$  weiter

steigen dürfte und die Hochlage mit den bisherigen Tests noch nicht erreicht wurde. Für die Überprüfung der maximalen  $E_{KV}$  und das Erreichen der Hochlage der Matrix müssen die Kerbschlagbiegeversuche bei noch höheren Temperaturen durchgeführt werden.

Tabelle 7.17: Zusammenfassung der Ergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche.

Temperatur [°C]	$E_{KV}$ [J]	Faser	Matrix	Faservolumen [%]
-150	0,4	spröde	spröde	11
-100	0,3	spröde / Erste Anzeichen von Duktilität	spröde	11
-50	0,5	duktil	spröde	11
25	0,3	duktil	spröde	11
600	0,4	duktil	spröde	11
900	0,5	duktil	spröde / Erste Anzeichen von Duktilität	12
1000	3,7	duktil	teilweise duktil	11
1000 1h	4,4	duktil	teilweise duktil	11

Für die getesteten Proben kann die  $E_{KV}$  in die Energie, welche die Matrix ( $E_m$ ) aufnimmt und die Energie, die die Faser ( $E_f$ ) aufnimmt, aufgeteilt werden:

$$E_{KV} = E_m + E_f [J] \quad (7.20)$$

Bei einem Sprödbbruch wird nahezu keine Energie dissipiert, weshalb die Kerbschlagenergie unterhalb der DBTT minimal ist. Die  $E_{KV}$  oberhalb von  $-50^\circ\text{C}$  wird daher von den Fasern dominiert. Für eine W-Faser mit einem Durchmesser von  $150 \mu\text{m}$  ist in der Literatur die Verformungsenergie nur bei Raumtemperatur bekannt. Diese Literaturwerte sind  $E_{ef-Riesch}=3,42 \text{ mJ}$  [87] und  $E_{ef-Zhao}=5,8 \text{ mJ}$  [58]. Daher kann die Bruchenergie der Kerbschlagprobe nur bei RT abgeschätzt werden. Für die Berechnungen wird die Bruchenergie der Einzelfaser mit ihrer Anzahl multipliziert und die Bruchenergie wie folgt berechnet:

$$E_{KV-RT} = E_f = n \cdot E_{ef} [J] \quad (7.21)$$

Für die Probe mit 54 Fasern konnte nach dieser Berechnung eine  $E_{KV}$  von circa 0,2-0,3 J erwartet werden. Dieser Wert liegt, wie der gemessene Wert, in der Größenordnung der Auflösung der Messapparatur und stellt somit keinen Widerspruch dar. Um die Annahme, dass die Fasern bei  $25^\circ\text{C}$  die Hauptenergieaufnahme während des Versuches übernehmen, zu bestätigen, kann das Experiment entweder mit einer sensitiveren Apparatur oder einer deutlich größeren Probe durchgeführt werden. Auch eine Erhöhung des Faservolumenanteils, von momentan 11 % auf höhere Werte, führt zu einer höheren  $E_{KV}$  bei RT. Die Abhängigkeit vom Faservolumenanteil ist in Tab. 7.18 dargestellt.

Tabelle 7.18: Theoretisch berechnete  $E_{KV}$  für verschiedene Faservolumenanteil bei RT nach [87] und [58].

Faservolumen [%]	Theoretisch berechnete $E_{KV}$	
	$E_{KV-RT-Riesch}$ [J]	$E_{KV-RT-Zhao}$ [J]
10	0,17	0,30
20	0,35	0,59
30	0,52	0,89
40	0,70	1,18
50	0,87	1,48
60	1,05	1,77
70	1,22	2,07
80	1,40	2,36

In der Literatur konnte bisher bei RT keine Kerbschlagarbeit von reinem W beobachtet werden [162, 163, 164, 172]. Der Ansatz, W mit einem maximalen Faservolumenanteil zu verstärken, verspricht den größten Nutzen in Bezug auf die Energiedissipation.

## 8 Zusammenfassung, Fazit und Ausblick

Wolfram gilt wegen seiner einzigartigen Eigenschaften, wie zum Beispiel hoher Schmelzpunkt, niedriger Dampfdruck, geringe Halbwertszeit nach Aktivierung, Hochtemperaturfestigkeit und niedrige Erosionsrate, als vielversprechendes Material für den Einsatz in den hochbelasteten Bereichen eines Fusionsreaktors. Bei der Verwendung von Wolfram in einer plasmabelasteten Wandkomponente des Divertors sind jedoch die optimalen Einsatztemperaturen der verwendeten Materialien (W und CuCrZr) zu beachten. Hierbei ist der Hauptnachteil von W das spröde Verhalten unterhalb der DBTT. Außerdem führt die potentielle Versprödung und Transmutation durch Neutronen zu einer negativen Beeinflussung der thermischen und mechanischen Eigenschaften.

Die bisherigen Versuche, Wolfram mittels intrinsischer Mechanismen Duktilität zu verleihen, zeigen nur unzureichende Stabilität gegenüber erhöhten Temperaturen. Um dieses Problem mit Hilfe von extrinsischen Mechanismen analog zu keramikfaserverstärkten Keramiken zu lösen, wurde der Verbundwerkstoff wolframfaserverstärktes Wolfram ( $W_f/W$ ) entwickelt. Dieser Werkstoff besteht aus kommerziellen Wolframfasern (Lampendraht), die mit einer Zwischenschicht (z.B. Oxidkeramiken mittels physikalischer Gasphasenabscheidung) beschichtet werden und in eine Wolfram Matrix eingebettet sind. Die Matrix kann entweder mit Pulvermetallurgie (z.B. heißostaschem Pressen (HIP) oder feldunterstütztes Sintern (SPS)) oder wie in der vorgestellten Arbeit mittels chemischer Gasphasenabscheidung (CVD) erzeugt werden.

An diesem Material konnte bereits an Modellsystemen bei Push-out-, Biege- und Zugversuchen gezeigt werden, dass das Prinzip von  $W_f/W$  (engl: proof of concept) im Hinblick auf die Zähigkeitssteigerung funktioniert. Für die Weiterentwicklung des Werkstoffes müssen aber sowohl die Herstellung, da sie einen elementaren Einfluss auf das Materialverhalten hat, als auch die Charakterisierung des Materials weiter vorangetrieben werden. Aus diesem Grund wurden in der vorliegenden Arbeit sowohl der Herstellungsprozess weiterentwickelt als auch der hergestellte Verbundwerkstoff analysiert.

### 8.1 Zusammenfassung

#### 8.1.1 Weiterentwicklung der Herstellung

Bei der Herstellung von  $W_f/W$  wurde der Fokus auf die Optimierung der Dichte der Matrix und die Vereinfachung des CVD-Abscheideprozesses gelegt. Hierfür wurden Gewebe mit verschiedenen Faserabständen hergestellt. Aus diesen wurde ein Gewebe, mit dem sich ein möglichst dichter Verbundwerkstoff (99,3 % Dichte) herstellen lässt, für die weitere Verwendung identifiziert. Um eine Verunreinigung durch das Öffnen der Vakuumkammer zu verhindern, wurde eine neue Beschichtungskammer (FRED) für lagenweises Beschichten des Gewebes entwickelt, gebaut und getestet. Ein solcher Aufbau erlaubt die kontinuierliche Abscheidung von W in einem geschlossenem Prozess, und damit die Her-

stellung eines verunreinigungsarmen Werkstoffes. Darüber hinaus ist der kontinuierliche Prozess schneller als der zuvor eingesetzte Standardprozess, bei dem die Vakuumkammer zum einbringen weiterer W-Faserlagen geöffnet werden musste. Für zukünftige Verbesserungen des Materials wurde ein Garn aus dünnen W-Fasern hergestellt. Mit diesem Garn wird sich die Festigkeit von  $W_f/W$  weiter steigern lassen.

### 8.1.2 Zwischenschichtuntersuchungen

Für die Weiterentwicklung von  $W_f/W$  und das prinzipielle Materialverständnis eines Verbundwerkstoffes ist es unerlässlich, die Zwischenschicht zwischen Faser und Matrix zu verstehen und weiterzuentwickeln. Gerade weil bei  $W_f/W$  die Matrix sehr spröde ist, muss die Belastung nach einem Matrixriss über die Zwischenschicht an die Fasern übertragen werden. Es wurde der für  $W_f/W$  bekannte Push-out Test, bei dem die Faser aus der Matrix herausgerückt wird, an Modellsystemen verwendet. Zusätzlich wurde der Pull-out Test, bei dem die Fasern aus der Matrix herausgezogen wird, konzipiert und durchgeführt. Da der Pull-out Test zum ersten Mal für  $W_f/W$  angewendet wurde, mussten sowohl die Probenherstellung als auch die Testmethode neu entwickelt werden. Mit diesen Tests lässt sich klären ob ein Zwischenschichtmaterial aufgrund des Ablöseverhaltens für die Verwendung in  $W_f/W$  infrage kommt. Darüber hinaus konnte auch aus dem multiplen Matrixversagen, das bei den Zugversuchen aufgetreten ist, die Reibscherspannung der Zwischenschicht berechnet werden. Zwischen den verwendeten Untersuchungsmethoden wurden signifikante Unterschiede festgestellt. Der Push-Out Test überschätzt hierbei die Eigenschaften der Zwischenschicht, da zusätzlich zu den Scherspannungen auch noch Druckspannungen und dadurch Verquetschungen auf die Zwischenschicht übertragen werden. Der Pull-out Test erscheint als weitaus bessere Methode, da auch im realen Versagensfall die Fasern aus der Matrix herausgezogen, also auf Zugbeanspruchung belastet werden.

### 8.1.3 Mechanische Charakterisierung

Bei der mechanischen Charakterisierung kamen zerstörende mechanische Tests überwiegend bei Raumtemperatur zum Einsatz.

Es wurde ein hoher Widerstand von  $W_f/W$  gegen Versagen und Rissausbreitung festgestellt. Daraus resultiert eine hohe Schadenstoleranz des Werkstoffes. Nach einem ersten Matrixriss ist das Material fähig, weitere höhere Belastungen zu tolerieren, bevor es vollständig versagt. Das Verhalten war sowohl bei statischer, wie auch bei zyklischer Lastaufbringung gleich. Die Zugfestigkeit des Verbundwerkstoffes wird von der Zugfestigkeit der Fasern bestimmt. Dies konnte exemplarisch dadurch gezeigt werden, dass bei einer gebrochenen Matrix die Fasern die gesamte Last übernehmen.

Eine Erhöhung des Widerstandes gegen Risswachstum wurde bei Dreipunktbiegeversuchen beobachtet. Im Herstellungszustand konnte stabiles Risswachstum nachgewiesen werden. Dies wird dadurch erzeugt, dass die extrinsischen Mechanismen, die im Rissnachlauf wirken, Energie verbrauchen, und so den Riss am Weiterwachsen hindern. Die Grenze der Gültigkeit der verschiedenen Methoden bei Anwendung auf  $W_f/W$  wurde diskutiert und eine provisorische Bruchzähigkeit von 133-167 MPa  $m^{1/2}$  (ASTM E399 [88]) berechnet. Für polykristallines W wurden Werte zwischen 5-7 MPa  $m^{1/2}$  berechnet [167].

Die DBTT des Werkstoffes wurde mittels Kerbschlagbiegeversuchen untersucht. Die Tests wurden bei Temperaturen von  $-150^{\circ}\text{C}$  bis  $1000^{\circ}\text{C}$  durchgeführt. Es wurde eine DBTT der Faser von unter  $-50^{\circ}\text{C}$  identifiziert, während die Matrix eine großflächige plastische Verformung erst bei  $1000^{\circ}\text{C}$  zeigt.

## 8.2 Fazit

Bei den Zugversuchen wurde festgestellt, dass die Qualität der Matrix einen Einfluss auf das Bruchverhalten der Matrix hat. Die  $W_f/W_{Er_2O_3}$  Proben weisen nach den Zugversuchen mehr Matrixrisse als die  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben auf. Darüber hinaus zeigten die  $W_f/W_{Er_2O_3}$  eine Delamination zwischen den aufgewachsenen Faserlagen, was bei den  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben nicht beobachtet werden konnte. Dieses Verhalten der  $W_f/W_{Er_2O_3}$  Proben kann auf die Porenketten zwischen den Lagen zurückgeführt werden. Diese Porenketten resultieren auch in einer niedrigeren Dichte. Damit konnte gezeigt werden, dass eine dichtere Matrix und vor allem die Vermeidung von Porenketten zwischen den Faserlagen eine Delamination und Matrixrisse, hervorgerufen durch Spannungsspitzen, unterbindet. Die Zwischenschichteigenschaften, welche über die multiplen Matrixrisse ermittelt wurden, können aufgrund der Matrixunterschiede, nur bedingt verglichen werden.

Bei der Matrixherstellung sollte darauf geachtet werden, die Nebenreaktion (siehe Kapitel 3.4.1 Gl. 7.19), die eine potentielle Quelle von Fluorverunreinigungen in der Matrix darstellt, zu unterbinden. Damit könnte eine niedrigere DBTT der Matrix erreicht werden [78].

Es konnte in den Zugversuchen, Biegeversuchen und Kerbschlagbiegeversuchen gezeigt werden, dass die Fasern die Hauptlast während der Belastung von  $W_f/W$  im Herstellungszustand bei RT übernehmen. Dies lässt sich dadurch erklären, dass die Matrix, bedingt durch ihre Sprödigkeit, eine niedrigere Schadenstoleranz als die duktile Faser aufweist und somit früher versagt. Die mechanischen Eigenschaften von  $W_f/W$  können durch die Erhöhung des Faservolumenanteils oder durch die Verwendung von W-Garnen gesteigert werden. Es sollten deshalb bei der weiteren Optimierung von  $W_f/W$  die Steigerung des Faservolumenanteils und die Verwendung von Garnen in Betracht gezogen werden.

Außerdem hat die Zwischenschicht einen elementaren Einfluss auf das mechanische Verhalten von Verbundwerkstoffen. In Push-out, Pull-out, Biege- und Zugversuchen wurde beobachtet, dass  $Er_2O_3$  und  $Y_2O_3$  als Zwischenschicht im Herstellungszustand von  $W_f/W$  einsetzbar sind. Dies ist aber auf die herausragenden mechanischen Eigenschaften der W-Faser im Herstellungszustand zurückzuführen. Bei der Verwendung von  $Y_2O_3$  als Zwischenschicht müssen die Ergebnisse kritisch hinterfragt werden, da nach der CVD-Beschichtung W-Stege in der Zwischenschicht zu erkennen waren, und sich das  $Y_2O_3$  nach dem Heizen teilweise auflöste. Dies legt die Vermutung nahe, dass  $Y_2O_3$  als Zwischenschicht für den Dauereinsatz in  $W_f/W$  nur bedingt geeignet ist. Eine solche Degradation konnte bei  $Er_2O_3$  nicht beobachtet werden. Dies bedeutet aber nicht, dass es bei einer anwendungsbezogenen Belastung (Neutronen, hohe thermische Lasten und Wasserstoff) nicht zur Degradation kommen kann. Daher kann für die Zwischenschicht momentan kein Material klar für die Verwendung in  $W_f/W$  empfohlen werden. Daraus resultiert, dass weitere Versuche an den Zwischenschichten und eventuell an weiteren Zwischenschichtmaterialien notwendig sind. Für die Reproduzierbarkeit der Herstellung konnten Gewebe hergestellt werden, mit deren Hilfe ein annähernd dichter Verbundwerkstoff (Dichte  $> 99\%$ ) erzeugt wurde. Diese

Gewebe waren die Grundvoraussetzung für die kontinuierliche Herstellung, da eine solche Faservorform bis dahin nicht existierte. Durch die kontinuierliche Herstellung (FRED) konnte gezeigt werden, dass eine Matrixabscheidung ohne Prozessunterbrechung und somit ohne der Bildung einer Störschicht möglich ist. Sie erlaubt außerdem eine schnellere und reproduzierbare Herstellen von  $W_f/W$ , was für erweiterte mechanische Versuche und den Bau von Komponenten notwendig ist.

Des Weiteren erscheint es sinnvoll, die Zwischenschichteigenschaften immer direkt am Verbundwerkstoff zu untersuchen. Hierzu sollte auch eine reale Komponente mit optimierter Faseranordnung und verschiedenen Zwischenschichten unter realen Lastbedingungen getestet werden.

### 8.3 Ausblick für $W_f/W$

Für die weiteren Untersuchungen sollte  $W_f/W$  mit verschiedenen Zwischenschichten, Faservolumenteilen und Garnen hergestellt werden. An diesen Proben müssen im Herstellungszustand, im geheizten und im versprödeten Zustand, mechanische und mikrostrukturelle Untersuchungen erfolgen. Für die mechanischen Tests sind größere Proben notwendig, damit gültige Bruchzähigkeitswerte bestimmt werden können und somit valide Werte für die Berechnung von Komponenten zur Verfügung stehen.

Des Weiteren ist die Exponierung von  $W_f/W$  mit fusionsrelevanten Neutronen zwingend notwendig, um zu überprüfen, ob und wie sich das Material und die einzelnen Bestandteile bei einer solchen Belastung verändern.

Für die weitere Entwicklung von  $W_f/W$  muss der Verbundwerkstoff in einer Komponente wie in Kapitel 1 in Abb. 1.2 dargestellt, verbaut werden und unter fusionsrelevanten Bedingungen (Wärme- und Partikelflüssen) getestet werden. Hierzu zählt zum Beispiel der Test in einem Wärmeflusszustand (engl.: high heat flux (HHF)) wie GLADIS [173, 174, 175]. Für das Herstellung einer solchen Komponente kann der kontinuierliche Prozess mit FRED genutzt werden, um  $W_f/W$  bereits auf dem CuCrZr Kühlrohr aufzuwachsen. Nachdem die nötige Bauteildicke erreicht ist, kann die Endgeometrie der Plasmawandkomponente wie in Abb. 8.1 gezeigt, aus dem aufgewachsenen  $W_f/W$  erodiert und direkt verbaut werden.

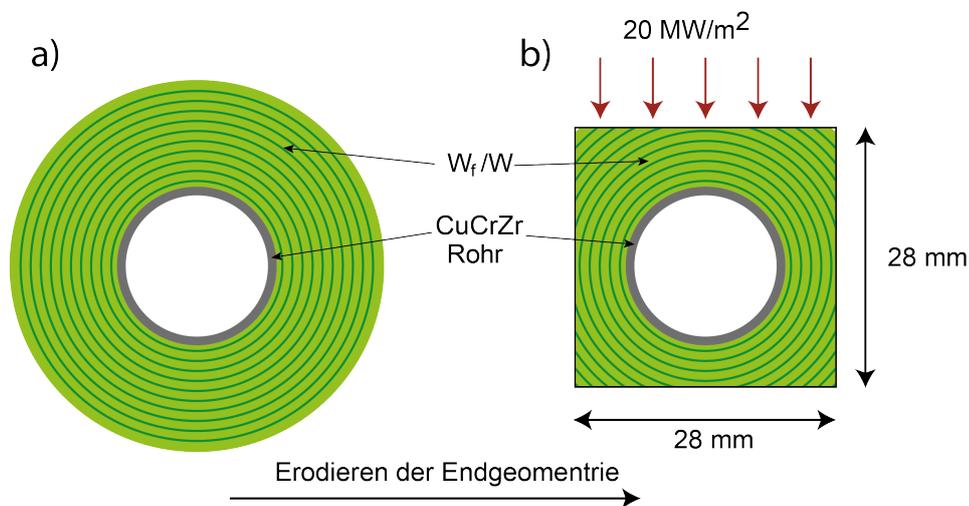


Abbildung 8.1: Schematische Herstellung (a)) und Endform (b)) einer wassergekühlten PFC aus  $W_f/W$ . (siehe Kapitel 6 Abb. 6.3)

# Literaturverzeichnis

- [1] Jürgen Räder. *Kontrollierte Kernfusion*. Vieweg+Teubner Verlag, 1981.
- [2] D. Stork, P. Agostini, J.L. Boutard, D. Buckthorpe, E. Diegele, S.L. Dudarev, C. English, G. Federici, M.R. Gilbert, S. Gonzalez, A. Ibarra, Ch. Linsmeier, A.L. Puma, G. Marbach, P.F. Morris, L.W. Packer, B. Raj, M. Rieth, M.Q. Tran, D.J. Ward, and S.J. Zinkle. Developing structural, high-heat flux and plasma facing materials for a near-term DEMO fusion power plant: The EU assessment. *Journal of Nuclear Materials*, 455:277 – 291, 2014.
- [3] D. Stork, P. Agostini, J.L. Boutard, D. Buckthorpe, E. Diegele, S.L. Dudarev, C. English, G. Federici, M.R. Gilbert, S. Gonzalez, A. Ibarra, Ch. Linsmeier, A.L. Puma, G. Marbach, P.F. Morris, L.W. Packer, B. Raj, M. Rieth, M.Q. Tran, D.J. Ward, and S.J. Zinkle. Materials R&D for a timely DEMO: Key findings and recommendations of the EU roadmap materials assessment group. *Fusion Engineering and Design*, 89:1586 – 1594, 2014.
- [4] J.-H. You, E. Visca, Ch. Bachmann, T. Barrett, F. Crescenzi, M. Fursdon, H. Greuner, D. Guilhem, P. Languille, M. Li, S. McIntosh, A.v. Müller, J. Reiser, M. Richou, and M. Rieth. European DEMO divertor target: Operational requirements and material-design interface. *Nuclear Materials and Energy*, 9:171 – 176, 2016.
- [5] J.-H. You, G. Mazzone, E. Visca, Ch. Bachmann, E. Autissier, T. Barrett, V. Cocilovo, F. Crescenzi, P.K. Domalapally, D. Dongiovanni, S. Entler, G. Federici, P. Frosi, M. Fursdon, H. Greuner, D. Hancock, D. Marzullo, S. McIntosh, A.v. Müller, M.T. Porfiri, G. Ramogida, J. Reiser, M. Richou, M. Rieth, A. Rydzy, R. Villari, and V. Widak. Conceptual design studies for the european DEMO divertor: Rationale and first results. *Fusion Engineering and Design*, 109:1598 – 1603, 2016.
- [6] Organisation ITER. <https://www.iter.org/doc/all/content/com/gallery/media/7> *aufgerufen am 22.11.2017*.
- [7] E. Lassner and W.-D. Schubert. *Tungsten - Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compound*. Springer, 1999.
- [8] T. Hirai, F. Escourbiac, S. Carpentier-Chouchana, A. Fedosov, L. Ferrand, T. Jokinen, V. Komarov, A. Kukushkin, M. Merola, R. Mitteau, R.A. Pitts, W. Shu, M. Sugihara, B. Riccard, S. Suzuki, and R. Villarid. ITER tungsten divertor design development and qualification program. *Fusion Engineering and Design*, (88):1798–1801, 2013.
- [9] M.R. Gilbert and J.-Ch. Sublet. Neutron-induced transmutation effects in W and W-alloys in a fusion environment. *Nuclear Fusion*, 51(4), 2011.

- [10] M.R. Gilbert, S.L. Dudarev, D. Nguyen-Manh, S. Zheng, L.W. Packer, and J.-Ch. Sublet. Neutron-induced dpa, transmutations, gas production, and helium embrittlement of fusion materials. *Journal of Nuclear Materials*, 442(1-3):755–760, 2013.
- [11] J. Riesch. *Entwicklung und Charakterisierung eines wolframfaserverstärkten Wolfram-Verbundwerkstoffs*. PhD thesis, Technische Universität München, 2012.
- [12] J. Du. *A feasibility study of tungsten-fiber-reinforced tungsten composites with engineered interfaces*. PhD thesis, Technische Universität München, 2010.
- [13] W.A. Curtin. Multiple matrix cracking in brittle matrix composites. *Acta Metallurgica et Materialia*, 41(5):1369–1377, 1993.
- [14] A.G. Evans, M.-Y. He, and J.W. Hutchinson. Interface debonding and fiber cracking in brittle matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 72(12):2300–2303, 1989.
- [15] A.G. Evans, F.W. Zok, and J. Davis. The role of interfaces in fiber-reinforced brittle matrix composites. *Composites Science and Technology*, 42:3–24, 1991.
- [16] B. Jasper, S. Schönen, J. Du, T. Höschen, F. Koch, C. Linsmeier, R. Neu, J. Riesch, A. Terra, and J.W. Coenen. Behavior of tungsten fiber-reinforced tungsten based on single fiber push-out study. *Nuclear Materials and Energy*, 9:416–421, 2016.
- [17] B. Jasper. *Einzelfaserkomposite aus Pulvermetallurgischem Wolfram-faserverstärktem Wolfram*. PhD thesis, Ruhr-Universität Bochum, 2017.
- [18] Y. Mao, J.W. Coenen, J. Riesch, S. Sistla, J. Almannstötter, B. Jasper, A. Terra, T. Höschen, H. Gietl, M. Bram, J. Gonzalez-Julian, C. Linsmeier, and C. Bröckmann. Development and characterization of powder metallurgically produced discontinuous tungsten fiber reinforced tungsten composites. *Physica Scripta*, (T170):014005, 2017.
- [19] J. Riesch, T. Höschen, Ch. Linsmeier, S. Wurster, and J.-H. You. Enhanced toughness and stable crack propagation in a novel tungsten fibre-reinforced tungsten composite produced by chemical vapour infiltration. *Physica Scripta*, T159:014031, 2014.
- [20] R. Neu, J. Riesch, A.v. Müller, M. Balden, J.W. Coenen, H. Gietl, T. Höschen, M. Li, S. Wurster, and J.-H. You. Tungsten fibre-reinforced composites for advanced plasma facing components. *Nuclear Materials and Energy*, 12:1308–1313, 2016.
- [21] J. Riesch, M. Aumann, J.W. Coenen, H. Gietl, G. Holzner, T. Höschen, P. Huber, M. Li, Ch. Linsmeier, and R. Neu. Chemically deposited tungsten fibre-reinforced tungsten - the way to a mock-up for divertor applications. *Nuclear Materials and Energy*, 9(75-83), 2016.
- [22] S.J. Zinkle and N.M. Ghoniem. Operating temperature windows for fusion reactor structural materials. *Fusion Engineering and Design*, 51-52:55–71, 2000.
- [23] W. Timmis. Material assessment report on the use of copper alloys in DEMO. *Technical Report, Culham Centre for Fusion Energy*, 2012.
- [24] W. Yih and C. Wang. *Tungsten: Sources, Metallurgy, Properties, and Applications*. Springer US, 1979.

- [25] Ch. Prakash, H. Lee, M. Alucozai, and V. Tomar. An analysis of the influence of grain boundary strength on microstructure dependent fracture in polycrystalline tungsten. *International Journal of Fracture*, 199:1–20, 2016.
- [26] J.R. Stephens. Effects of interstitial impurities on the low-temperature tensile properties of tungsten. *National Aeronautics and Space Administration Cleveland OH Lewis Research Center*, 1964. Technical note.
- [27] J. Reiser, B. Rieth, M. Dafferner, A. Hoffmann, X. Yi, and D.E.J Armstrong. Tungsten foil laminate for structural divertor applications - analyses and characterisation of tungsten foil. *Journal of Nuclear Materials*, 424:197–203, 2012.
- [28] S. Leber, J. Tavernelli, and D.D. White. Fracture modes in tungsten wire. *Journal of the Less Common Metals*, 48:119–133, 1976.
- [29] H. Bolt, V. Barabash, G. Federici, J. Linke, A. Loarte, J. Roth, and K. Sato. Plasma facing and high heat flux materials-needs for ITER and beyond. *Journal of Nuclear Materials*, 307:43–52, 2002.
- [30] P. Schade. 100 years of doped tungsten wire. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 28:648–660, 2010.
- [31] E. Pink and L. Bertha. *Metallurgy of Doped/Non-Sag Tungsten*, volume 1. Springer Netherlands, 1989.
- [32] Thermo-mechanical and thermal shock characterization of potassium doped tungsten. Pintsuk, g. and uytdenhouwen, i. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 28(6):661–668, 2010.
- [33] S. Wurster, N. Baluc, M. Battabyal, T. Crosby, J. Du, C. García-Rosales, A. Hasegawa, A. Hoffmann, A. Kimura, H. Kurishita, R.J. Kurtz, H. Li, S. Noh, J. Reiser, J. Riesch, M. Rieth, W. Setyawan, M. Walter, J.-H. You, and R. Pippan. Recent progress in R&D on tungsten alloys for divertor structural and plasma facing materials. *Journal of Nuclear Materials*, 442(1):181–189, 2013.
- [34] S. Wurster, B. Gludovatz, A. Hoffmann, and R. Pippan. Fracture behaviour of tungsten-vanadium and tungsten-tantalum alloys and composites. *Journal of Nuclear Materials*, 413:166–176, 2011.
- [35] I. Smid, M. Akiba, G. Vieider, and L. Plöchl. Development of tungsten armor and bonding to copper for plasma-interactive components. *Journal of Nuclear Materials*, 258(160-172), 1998.
- [36] L. El-Guebaly, R. Kurtz, H. Rieth, M. and Kurishita, A. Robinson, and ARIES Team. W-based alloys for advanced divertor designs: Options and environmental impact of state-of-the-art alloys. *Fusion Science and Technology*, 60(1):185–189, 2011.
- [37] V. Barabash, G. Federici, M. Rödiger, L. Snead, and C. Wu. Neutron irradiation effects on plasma facing materials. *Journal of Nuclear Materials*, 283-287:138–146, 2000.
- [38] J.M. Steichen. Tensile properties of neutron irradiated TZM and tungsten. *Journal of Nuclear Materials*, 60:13–19, 1976.

- [39] G. Pintsuk, I. Bobin-Vastra, S. Constans, P. Gavila, M. Rödiger, and B. Riccard. Qualification and post-mortem characterization of tungsten mock-ups exposed to cyclic high heat flux loading. *Fusion Engineering and Design*, 88(9-10):1858–1861, 2013.
- [40] Michael Kaufmann. *Plasmaphysik und Fusionsforschung*, volume 2. Springer Spektrum, 2013.
- [41] J. Roth, E. Tsitrone, A. Loarte, Th. Loarer, G. Counsell, R. Neu, V. Philipps, S. Brezinsek, M. Lehnen, P. Coad, Ch. Grisolia, K. Schmid, K. Krieger, A. Kallenbach, B. Lipschultz, R. Doerner, R. Causey, V. Alimov, W. Shui, O. Ogorodnikova, A. Kirschner, G. Federici, A. Kukushkin, and EFDA PWI Task Force, ITER PWI Team, Fusion for Energy, ITPA SOL/DIV. Recent analysis of key plasma wall interactions issues for ITER. *Journal of Nuclear Materials*, 390-391:1–9, 2009.
- [42] Th. Pütterich, R. Neu, R. Dux, A.D. Whiteford, M.G. O’Mullane, H.P. Summers, and ASDEX Upgrade Team. Calculation and experimental test of the cooling factor of tungsten. *Nuclear Fusion*, 50(2):025012, 2010.
- [43] K. K. Chawla. *Composite Materials*, volume 3. Springer-Verlag New York, 2012.
- [44] K. K. Chawla. *Ceramic Matrix Composites*, volume 2. Springer US, 2003.
- [45] N. Chawla and K. K. Chawla. *Metal Matrix Composites*, volume 2. Springer-Verlag New York, 2013.
- [46] A.G. Evans and F.W. Zok. The physics and mechanics of fibre-reinforced brittle matrix composites. *Journal of materials science*, 29:3857–3896, 1994.
- [47] A.G. Evans. Perspective on the development of high-toughness ceramics. *Journal of American Ceramic Society*, 73:187–206, 1990.
- [48] C. Zweben. Tensile failure of fiber composites. *AIAA journal*, 6(12):2325–2331, 1968.
- [49] M.-Y. He and J.W. Hutchinson. Crack deflection at an interface between dissimilar elastic materials. *International Journal of Solids and Structures*, 25:1053–1067, 1989.
- [50] Helmut Schürmann. *Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden*. Springer, 2. edition, 2007.
- [51] X.F. Yang and K.M. Knowles. The one-dimensional car parking problem and its application to the distribution of spacings between matrix cracks in unidirectional fiber-reinforced brittle materials. *Journal of the American Ceramic Society*, 75(1):141–147, 1992.
- [52] J. Riesch, Y. Han, J. Almannstötter, J.W. Coenen, T. Höschen, B. Jasper, P. Zhao, Ch. Linsmeier, and R. Neu. Development of tungsten fibre-reinforced tungsten composites towards their use in DEMO - potassium doped tungsten wire. *Physica Scripta*, T167:014006, 2016.

- [53] H.E. Dève and S. Schmauder. Role of interface properties on the toughness of brittle matrix composites reinforced with ductile fibers. *Journal of materials research*, 7(11):3132–3138, 1992.
- [54] H.E. Deve and M.J. Maloney. On the toughening of intermetallics with ductile fibers: role of interfaces. *Acta Metallurgica et Materialia*, 39(10):2275–2284, 1991.
- [55] A.v. Müller, M. Ilg, H. Gietl, T. Höschen, R. Neu, G. Pintsuk, J. Riesch, U. Siefken, and J.-H. You. The effects of heat treatment at temperatures of 1100 °C to 1300 °C on the tensile properties of high-strength drawn tungsten fibres. *Nuclear Materials and Energy*, (submitted), 2017.
- [56] J. Riesch, A. Feichtmayer, M. Fuhr, J. Almannstötter, J.W. Coenen, H. Gietl, T. Höschen, A. Manhard, C. Linsmeier, and R. Neu. Tensile behaviour of drawn tungsten wire used in tungsten fibre-reinforced tungsten composites. *Physica Scripta*, (T170):014032, 2017.
- [57] J. Riesch, J. Almannstötter, J.W. Coenen, M. Fuhr, H. Gietl, Y. Han, T. Höschen, Ch. Linsmeier, N. Travitzky, and P. Zhao. Properties of drawn W wire used as high performance fibre in tungsten fibre-reinforced tungsten composite. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 136:012043, 2016.
- [58] P. Zhao, J. Riesch, T. Höschen, J. Almannstötter, M. Balden, J.W. Coenen, U. Himml, U. von Toussaint, and R. Neu. Microstructure, mechanical behavior and fracture of pure tungsten wires after different heat treatments. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 68:29–40, 2017.
- [59] persönliches Gespräch mit J. Almannstötter von der OSRAM GmbH.
- [60] M. Ohring. *Materials Science of Thin Films*. Academic Press, 2. edition, 1992.
- [61] R.A. Haefer. *Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie Teil I: Beschichtungen von Oberflächen*. Springer, Berlin, Heidelberg, 1987.
- [62] J.E. Mahan. *Physical Vapor Deposition of Thin Films*. Wiley-Interscience, 1. edition, 2000.
- [63] P.J. Kelly and R.D. Arnell. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications. *Vacuum*, 56(3):159–172, 2000.
- [64] G. Bräuer, B. Szyszka, M. Vergöhl, and R. Bandorf. Magnetron sputtering - milestones of 30 years. *Vacuum*, 84(12):1354–1359, 2010.
- [65] H. Frey and H.R. Khan. *Handbook of Thin Film Technology*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2015.
- [66] D. Depla and S. Mahieu. *Reactive Sputter Deposition*. Springer Berlin Heidelberg, 2008.
- [67] K.-P. Müller. *Lehrbuch Oberflächentechnik*. Vieweg+Teubner Verlag, 1. edition, 1996.

- [68] R.J. Peters, editor. *Beschichten mit Hartstoffen*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1. edition, 1992.
- [69] J. Du, T. Höschen, M. Rasinski, S. Wurster, W. Grosinger, and J.-H. You. Feasibility study of a tungsten wire-reinforced tungsten matrix composite with ZrO<sub>x</sub> interfacial coatings. *Composites Science and Technology*, 70:1482–1489, 2010.
- [70] J. Du, T. Höschen, M. Rasinski, and J.-H. You. Shear debonding behavior of a carbon-coated interface in a tungsten fiber-reinforced tungsten matrix composite. *Journal of Nuclear Materials*, 417:472–476, 2011.
- [71] J. Du, T. Höschen, and J.-H. You. Thermal stability of the engineered interfaces in W<sub>f</sub>/W composites. *Journal of Materials Science*, 47:4706–4715, 2012.
- [72] M.R. Piggott. Why interface testing by single-fibre methods can be misleading. *Composites Science and Technology*, 57(8):965–974, 1997.
- [73] H. C. Aspinall and et al. *Chemical Vapour Deposition*. The Royal Society of Chemistry, 2009.
- [74] H.O. Pierson. *Handbook of Chemical Vapor Deposition*, volume 2. Noyes Publications / William Andrew Publishing, LLC, 1999.
- [75] X.-T. Yan and Y. Xu. *Chemical Vapour Deposition*. Springer-Verlag London, 1. edition, 2010.
- [76] T. Kodas and M. Hampden-Smith. *The Chemistry of Metal CVD*. VCH Weinheim, 1994.
- [77] J.D. Murphy, A. Giannattasio, Z. Yao, C.J.D. Hetherington, P.D. Nellist, and S.G. Roberts. The mechanical properties of tungsten grown by chemical vapour deposition. *Journal of Nuclear Materials*, 386-388:583–586, 2009.
- [78] W.A. Bryant. High-temperature strength stability of three forms of chemically vapor deposited tungsten. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 11, 1974.
- [79] W.A. Bryant. The fundamentals of chemical vapour deposition. *Journal of Materials Science*, 12(7):1285–1306, 1977.
- [80] E.J. McInerney, E. Srinivasan, D.C. Smith, and G. Ramanath. Kinetic rate expression for tungsten chemical vapor deposition in different WF<sub>6</sub> flow regimes from step coverage measurements. *Zeitschrift für Metallkunde*, 91(7):573–580, 2000.
- [81] Y. Lv, J. Song, Y. Lian, Y. Yu, X. Liu, and Z. Zhuang. The thermal properties of high purity and fully dense tungsten produced by chemical vapor deposition. *Journal of Nuclear Materials*, 457:317–323, 2015.
- [82] W.A. Bryant. Kinetics of tungsten deposition by the reaction of WF<sub>6</sub> and hydrogen. *Journal of The Electrochemical Society*, 125(9):1534–1543, 1978.
- [83] C.M. McConica and K. Krishnamani. The kinetics of LPCVD tungsten deposition in a single wafer reactor. *Journal of The Electrochemical Society*, 133(12):2542–2548, 1986.

- [84] E.K. Broadbent and C.L. Ramiller. Selective low pressure chemical vapor deposition of tungsten. *Journal of The Electrochemical Society*, 131(6):1427–1433, 1984.
- [85] H. Körner. Selective low pressure chemical vapour deposition of tungsten: Deposition kinetics, selectivity and film properties. *Thin Solid Films*, 175:55–60, 1989.
- [86] R.A. Hölzl. Chemical vapor deposition method, U.S. Patent, 3,565,676, 1971.
- [87] J. Riesch, J.Y. Buffiere, T. Höschen, M. di Michiel, M. Scheel, Ch. Linsmeier, and J.-H. You. In situ synchrotron tomography estimation of toughening effect by semi-ductile fibre reinforcement in a tungsten-fibre-reinforced tungsten composite system. *Acta Materialia*, 61:7060–7071, 2013.
- [88] E399 - 90: Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials.
- [89] Ch. Cherif, editor. *Textile Werkstoffe für den Leichtbau*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1. edition, 2011.
- [90] T. Greis, D. Veit, and B. Wulfhorst. *Textile Technology*. Hanser Fachbuchverlag, 2015.
- [91] S. Adanur. *Handbook of weaving*. CRC press, 2000.
- [92] Arbeitgeberkreis Gesamttextil. *Ausbildungsmittel Unterrichtshilfen. Weberei-Technik*. Arbeitgeberkreis Gesamttextil, 1988.
- [93] DIN ISO 366-2:2010-07: Textilmaschinen und Zubehör-Webblätter- Teil 2: Schienenbund-Webblätter, Masse und Bezeichnungen.
- [94] T. Starr. *Carbon and high performance fibres directory and databook*, volume 6. Springer Science & Business Media, 1994.
- [95] E. Mouchon and Ph. Colomban. Oxide ceramic matrix/oxide fibre woven fabric composites exhibiting dissipative fracture behaviour. *Composites*, 26:175–182, 1995.
- [96] J.S. Roh, Y. S. Chi, T. J. Kang, and S. W. Nam. Electromagnetic shielding effectiveness of multifunctional metal composite fabrics. *Textile Research Journal*, 78(8):825–835, 2008.
- [97] Bibliographisches Institut GMBH. Die Leinwandbindung. Dudenverlag (Duden) Berlin, Germany, <https://www.duden.de/rechtschreibung/Leinwandbindung>, Zugriff am 16.02.2018.
- [98] H.J. Bargel. *Werkstoffkunde*, volume 11. Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, 2012.
- [99] Wolfgang Weißbach. *Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung*. Springer Vieweg, 19. edition, 2015.
- [100] J.R. Davis. *Tensile Testing*. ASM International, 2. edition, 2004.
- [101] DIN EN ISO 6892-1:2017-02: Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur (ISO 6892-1:2016).

- [102] E. Roos, K. Maile, and M. Seidenfuß. *Werkstoffkunde für Ingenieure: Grundlagen, Anwendung, Prüfung*. Springer-Verlag, 6. edition, 2017.
- [103] J. Rösler and M. Harders, H. and Bäker. *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. Springer-Verlag, 4. edition, 2012.
- [104] X. Gu, E.G. Trusty, P.A. and Butler, and C.B. Ponton. Deposition of zirconia sols on woven fibre preforms using a dip-coating technique. *Journal of the European Ceramic Society*, 20(6):675–684, 2000.
- [105] N.I. Baklanova, T.M. Zima, T.M. Naimushina, and S.V. Kosheev. The formation of refractory oxide coatings on Nicalon fiber by sol-gel process. *Journal of the European Ceramic Society*, 24(10):3139–3148, 2004.
- [106] L. Shen, B. J. Tan, W. S. Willis, F. S. Galasso, and S. L. Suib. Characterization of dip-coated boron nitride on silicon carbide fibers. *Journal of the American Ceramic Society*, 77(4):1011–1016, 1994.
- [107] D.B. Gundel, P.J. Taylor, and F.E. Wawner. Fabrication of thin oxide coatings on ceramic fibres by a sol-gel technique. *Journal of materials science*, 29(7):1795–1800, 1994.
- [108] M.K. Tse. Effect of interfacial strength of composite properties. *Advancing Technology in Materials and Processes*, pages 247–256, 1985.
- [109] A. Kelly and W.R. Tyson. Tensile properties of fibre-reinforced metals: copper/tungsten and copper/molybdenum. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13(6):329 – 350, 1965.
- [110] A. Kelly. The strengthening of metals by dispersed particles. *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 282(1388):63–79, 1964.
- [111] B. Miller, P. Muri, and L. Rebenfeld. A microbond method for determination of the shear strength of a fiber/resin interface. *Composites Science and Technology*, 28(1):17–32, 1987.
- [112] J.-K. Kim and Y.-W. Mai. *Engineered Interfaces in Fiber Reinforced Composites*. Elsevier Science, 1. edition, 1998.
- [113] A.H. Barber, S.R. Cohen, S. Kenig, and H.D. Wagner. Interfacial fracture energy measurements for multi-walled carbon nanotubes pulled from a polymer matrix. *Composites Science and Technology*, 64(15):2283–2289, 2004.
- [114] A. Takaku and R.G.C. Arridge. The effect of interfacial radial and shear stress on fibre pull-out in composite materials. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 6(17):2038, 1973.
- [115] J.-K. Kim, C. Baillie, and Y.-W. Mai. Interfacial debonding and fibre pull-out stresses. *Journal of Materials Science*, 27:3143–3154, 1991.
- [116] H.L. Cox. The elasticity and strength of paper and other fibrous materials. *British journal of applied physics*, 3(3):72, 1952.

- [117] L.B. Greszczuk. Interfaces in Composites. *American Society of Testing and Materials*, pages 42–58, 1968.
- [118] P. Lawrence. Some theoretical considerations of fibre pull-out from an elastic matrix. *Journal of Materials Science*, 7(1):1–6, 1972.
- [119] V. Laws, P. Lawrence, and R.W. Nurse. Reinforcement of brittle matrices by glass fibres. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 6(5):523, 1973.
- [120] C.-H. Hsueh. Interfacial debonding and fiber pull-out stresses of fiber-reinforced composites. *Materials Science and Engineering: A*, 123(1):1–11, 1990.
- [121] C.-H. Hsueh. Interfacial debonding and fiber pull-out stresses of fiber-reinforced composites II: Non-constant interfacial bond strength. *Materials Science and Engineering: A*, 125(1):67–73, 1990.
- [122] C. Gurney and J. Hunt. Quasi-static crack propagation. *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 299(1459):508–524, 1967.
- [123] J.O. Outwater and M.C. Murphy. The influences of environment and glass finishes on the fracture energy of glass-epoxy joints. *The Journal of Adhesion*, 2(4):242–253, 1970.
- [124] H. Stang and S.P. Shah. Failure of fibre-reinforced composites by pull-out fracture. *Journal of Materials Science*, 21(3):953–957, 1986.
- [125] Y.-C. Gao, Y.-W. Mai, and B. Cotterell. Fracture of fiber-reinforced materials. *Journal of Applied Mathematics and Physics (ZAMP)*, 39(4):550–572, 1988.
- [126] M.J. Pitkethly and J.B. Doble. Characterizing the fibre/matrix interface of carbon fibre-reinforced composites using a single fibre pull-out test. *Composites*, 21(5):389–395, 1990.
- [127] C. DiFrancia, T. C. Ward, and R. O. Claus. The single-fibre pull-out test. 1: Review and interpretation. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 27(8):597–612, 1996.
- [128] K.R. Jiang and L.S. Penn. Improved analysis and experimental evaluation of the single filament pull-out test. *Composites science and technology*, 45(2):89–103, 1992.
- [129] J. Aveston, G.A. Cooper, and A. Kelly. The properties of fibre composites. *IPC Science and Technology Press*, 1971.
- [130] D.B. Marshall, B.N. Cox, and A.G. Evans. The mechanics of matrix cracking in brittle matrix fiber composites. *Acta Metallurgica*, 33:2013–2021, 1985.
- [131] R.-Y. Kim and N. J. Pagano. Crack initiation in unidirectional brittle-matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 74(5):1082–1090, 1991.
- [132] B. Budiansky, J.W. Hutchinson, and A.G. Evans. Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 34.2:167–189, 1986.

- [133] M. Zielinski. Beitrag zur Interface-Charakterisierung von wolframfaserverstärkten Verbundwerkstoffen. Hochschule München, 2018. Praktikum.
- [134] R.A. Forrest, A. Tabasso, C. Danani, S. Jakhar, and A.K. Shaw. *Handbook of Activation Data Calculated Using EASY-2007*. EURATOM/UKAEA Fusion Association, 2009.
- [135] C. Galiotis. Interfacial studies on model composites by laser raman spectroscopy. *Composites Science and Technology*, 42(1-3):125–150, 1991.
- [136] M. Detassis, E. Frydman, D. Vrieling, X.F. Zhou, H.D. Wagner, and J.A. Nairn. Interface toughness in fibre composites by the fragmentation test. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 27(9):769–773, 1996.
- [137] S. Liang and A.J. Shih. *Analysis of Machining and Machine Tools*. Springer, 2015.
- [138] R. Neu, H. Maier, M. Balden, S. Elgeti, H. Gietl, H. Greuner, A. Herrmann, A. Houben, V. Rohde, B. Sieglin, and I. Zammuto. Investigations on tungsten heavy alloys for use as plasma facing material. *Fusion Engineering and Design*, 124:450–454, 2017.
- [139] J. Riesch, T. Höschen, A. Galatanu, and J.-H. You. Tungsten-fibre reinforced tungsten composites: A novel concept for improving the toughness of tungsten. In *Proceedings of the Eighteenth International Conference on Composite Materials, Jeju, South Korea*, 2011.
- [140] M. Li and J.-H. You. Interpretation of the deep cracking phenomenon of tungsten monoblock targets observed in high-heat-flux fatigue tests at 20 MW/m<sup>2</sup>. *Fusion Engineering and Design*, 101(1-8), 2015.
- [141] M. Li, E. Werner, and J.-H. You. Low cycle fatigue behavior of ITER-like divertor target under DEMO-relevant operation conditions. *Fusion Engineering and Design*, 90:88–96, 2015.
- [142] M. Li and J.-H. You. Design options to mitigate deep cracking of tungsten armor. *Fusion Engineering and Design*, 124:468–472, 2017.
- [143] T.L. Anderson. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. CRC Press, Taylor and Francis Group, 3. edition, 2005.
- [144] M.P. Wnuk. *Nonlinear Fracture Mechanics*, volume 1. Springer-Verlag Wien, 1990.
- [145] M.N. Tamin, editor. *Damage and Fracture of Composite Materials and Structures*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2012.
- [146] B. Farahmand. *Fracture Mechanics of Metals, Composites, Welds, and Bolted Joints*. Springer US, 2001.
- [147] D. Gross and T. Seelig. *Bruchmechanik - Mit einer Einführung in die Mikromechanik*. Springer Verlag, 2016.
- [148] D. Gross, W. Hauger, J. Schröder, and Wall W.A. *Technische Mechanik 2: Elastostatik*. Number 13. Springer Vieweg, 2017.

- [149] H.A. Mang and G. Hofstetter. *Festigkeitslehre*. Number 4. Springer Vieweg, 2013.
- [150] BS 5447 - Methods of Testing for Plane Strain Fracture Toughness (K<sub>Ic</sub>) of Metallic Materials.
- [151] G. Holzner. Characterisation of an Advanced Tungsten Fibre-Reinforced Tungsten Composite. Technische Universität München, 2015.
- [152] J.R. Rice. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *Journal of Applied Mechanics*, 35(2):379–386, 1968.
- [153] K.H. Schwalbe. *Bruchmechanik metallischer Werkstoffe*. Hanser Fachbuch, 1980.
- [154] D.B. Marshall and B.N. Cox. A J-integral method for calculating steady-state matrix cracking stresses in composites. *Mechanics of Materials*, 7(2):127–133, 1988.
- [155] A.G. Evans and D.B. Marshall. The mechanical behavior of ceramic matrix composites. *Acta Metallurgica*, 37:2567–2583, 1989.
- [156] ASTM E1820 - 09: Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, 2013.
- [157] H.-Ch. Schneider. *Entwicklung einer miniaturisierten bruchmechanischen Probe für Nachbestrahlungsuntersuchungen*. PhD thesis, Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH), 2005.
- [158] S. Olbrich. Bruchmechanische Untersuchung von wolframfaserverstärktem Wolframverbundwerkstoff zur Bestimmung des J-Integrals. Hochschule für angewandte Wissenschaften Coburg, 2017. Diplomarbeit.
- [159] DIN EN ISO 148-1:2017-05: Metallische Werkstoffe - Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy - Teil 1: Prüfverfahren.
- [160] DIN EN ISO 14556:2006-10: Stahl - Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy (V-Kerb) - Instrumentiertes Prüfverfahren.
- [161] E23 - 02a: Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials.
- [162] M. Rieth and A. Hoffmann. Impact bending tests on selected refractory materials. *Advanced Materials Research*, 59:101–104, 2009.
- [163] M. Rieth and A. Hoffmann. Influence of microstructure and notch fabrication on impact bending properties of tungsten materials. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 28(6):679–686, 2010.
- [164] J. Reiser. *Duktilisierung von Wolfram: Synthese, Analyse und Charakterisierung von Wolframlaminaten aus Wolframfolie*. PhD thesis, KIT, 2012.
- [165] A.C. Schaffhauser. Chemical vapor deposition of refractory metals, alloys, and compounds. In *Proceedings Conference Gatlinburg, Tenn.* American Nuclear Soc., 1967.

- [166] Q. Flamant, F. G. Marro, J. Rovira, and M. Anglada. Hydrofluoric acid etching of dental zirconia. part 1: etching mechanism and surface characterization. *Journal of the European Ceramic Society*, 36:121–134, 2016.
- [167] E. Gaganidze, D. Rupp, and J. Aktaa. Fracture behaviour of polycrystalline tungsten. *Journal of Nuclear Materials*, 446:240–245, 2014.
- [168] M. Mahler. *Entwicklung einer Auswertemethode für bruchmechanische Versuche an kleinen Proben auf der Basis eines Kohäsivzonenmodells*. PhD thesis, Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe, 2016.
- [169] S. Fünfschilling, T. Fett, R. Oberacker, M.J. Hoffmann, H. Özcoban, H. Jelitto, G.A. Schneider, and J.J. Kruzic. R curves from compliance and optical crack-length measurements. *Journal of the American Ceramic Society*, 93(9):2814–2821, 2010.
- [170] S. Fünfschilling, T. Fett, M.J. Hoffmann, R. Oberacker, T. Schwind, J. Wippler, T. Böhlke, H. Özcoban, G.A. Schneider, and P.F. Becher. Mechanisms of toughening in silicon nitrides: The roles of crack bridging and microstructure. *Acta Materialia*, 59(10):3978–3989, 2011.
- [171] E. Gaganidze and J. Aktaa. Use of the failure assessment diagram to deduce ductile fracture toughness of the RAFM steel EUROFER97. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 86:345–350, 2009.
- [172] J. Reiser, M. Rieth, B. Dafferner, and A. Hoffmann. Charpy impact properties of pure tungsten plate material in as-received and recrystallized condition. *Journal of Nuclear Materials*, 442:204–207, 2013.
- [173] H. Greuner, H. Bolt, B. Böswirth, T. Franke, P. McNeely, S. Obermayer, N. Rust, and R. Süß. Design, performance and construction of a 2 MW ion beam test facility for plasma facing components. *Fusion Engineering and Design*, 75:345–350, 2005.
- [174] H. Greuner, B. Boeswirth, J. Boscary, and P. McNeely. High heat flux facility GLADIS:: Operational characteristics and results of W7-X pre-series target tests. *Journal of Nuclear Materials*, 367:1444–1448, 2007.
- [175] H. Greuner, B. Böswirth, J. Boscary, P. Chaudhuri, J. Schlosser, T. Friedrich, A. Plankensteiner, and R. Tivey. Cyclic heat load testing of improved CFC/Cu bonding for the W7-X divertor targets. *Journal of Nuclear Materials*, 386:772–775, 2009.

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Darstellung von ITER . . . . .	2
1.2	Schematischer Aufbau einer wassergekühlten Divertorkomponente. . . . .	2
1.3	Einsatztemperaturen für $W_f/W$ und für verschiedenen Materialien. . . . .	3
2.1	Spannungs-Dehnungs-Kurven verschiedener Verbundwerkstoffe. . . . .	9
2.2	Kriterium, welches das Ablösen von Faser und Matrix erlaubt. . . . .	11
2.3	Spannungs-Dehnungs-Kurve eines Verbundwerkstoffes mit spröder Matrix. . . . .	12
3.1	Extrinsische Mechanismen zur Steigerung der Zähigkeit in $W_f/W$ . . . . .	13
3.2	Schematische Darstellung von $W_f/W$ . . . . .	14
3.3	Kornstruktur einer K-dotiertem W-Faser im Herstellungszustand. . . . .	15
3.4	Zugkurven von K-dotierten Wolframfasern mit verschiedenen Durchmessern. . . . .	16
3.5	Bruchfläche einer K-dotierten W-Faser ( $\varnothing 150 \mu\text{m}$ ). . . . .	17
3.6	Schematische Darstellung der lagenweisen Herstellung von $W_f/W$ . . . . .	20
3.7	Standard Faservorformherstellungsprozess von $W_f/W$ . . . . .	21
3.8	Beschichtungsaufbau für die lagenweise Beschichtung. . . . .	22
3.9	Kornstruktur von $W_f/W$ . . . . .	23
4.1	Prinzip einer Schützenwebmaschine. . . . .	25
4.2	Prinzipskizze eines Rietes nach DIN ISO 366-2. . . . .	26
4.3	Schuss- und Kettfädenanordnung bei der Leinwandbindung. . . . .	26
4.4	Standard Abzug der Webmaschine. . . . .	28
4.5	Schematische Darstellung der Wolframgewebe. . . . .	28
4.6	Schematische Darstellung eines optimalen Wolframgewebes. . . . .	28
4.7	Modifizierter Abzug der Webmaschine. . . . .	29
4.8	Hergestellte Wolframgewebe mit den zugehörigen gemessenen Kettfaserabständen. . . . .	29
4.9	Schematische Darstellung eines umwickelten W-Garns. . . . .	30
4.10	Darstellung des W-Garnes. . . . .	30
4.11	Theoretische Spannungs-Dehnungs-Kurve eines duktilen Metalls. . . . .	32
4.12	Repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurve eines W-Garns. . . . .	33
4.13	REM Bild der Bruchfläche eines W-Garnes. . . . .	33
5.1	Schematische Darstellung von Push-out und Pull-out Tests. . . . .	36
5.2	Spannungen die während des Push-out Tests auftreten. . . . .	37
5.3	Multiples Matrixversagen von $W_f/W$ . . . . .	40
5.4	REM Aufnahmen einer Probe mit der Zwischenschicht $\text{Er}_2\text{O}_3$ . . . . .	41
5.5	REM Aufnahmen einer Probe mit der Zwischenschicht $\text{Y}_2\text{O}_3$ . . . . .	42
5.6	Repräsentative Kurve eines Push-out Versuches an $\text{Er}_2\text{O}_3$ . . . . .	43
5.7	Ergebnisse der Maximalkraft der Push-out Versuche. . . . .	43
5.8	Ergebnisse der Reibungskraft der Push-out Versuche. . . . .	44

5.9	Ergebnisse der spezifischen Zwischenschichtbruchenergie aus den Push-out Tests. . . . .	45
5.10	Querschliff einer Push-out Probe mit $\text{Er}_2\text{O}_3$ . . . . .	45
5.11	Querschliff einer Push-out Probe mit $\text{Y}_2\text{O}_3$ . . . . .	46
5.12	Versuchsaufbau für die Pull-out Versuche. . . . .	47
5.13	Schematische Darstellung der Präparation des Matrixschliffs. . . . .	48
5.14	Repräsentative Kurve eines Pull-out Versuches an $\text{Er}_2\text{O}_3$ . . . . .	48
5.15	Ergebnisse der Maximalkraft der Pull-out Versuche. . . . .	49
5.16	Ergebnisse der Reibungskraft der Pull-out Versuche. . . . .	49
5.17	Ergebnisse der spezifischen Zwischenschichtbruchenergie aus den Pull-out. . . . .	50
5.18	Querschliff der Matrix einer Pull-out Probe mit $\text{Er}_2\text{O}_3$ . . . . .	51
5.19	Faser einer Pull-out Probe mit $\text{Er}_2\text{O}_3$ . . . . .	51
5.20	Querschliff der Matrix einer Pull-out Probe mit $\text{Y}_2\text{O}_3$ . . . . .	52
5.21	Faser einer Pull-out Probe mit $\text{Y}_2\text{O}_3$ . . . . .	52
6.1	$W_f/W$ -Platte aus drei Lagen des Gewebes 4. . . . .	60
6.2	Optische Mikroskopieaufnahmen von fünf verschiedenen $W_f/W$ Platten. . . . .	61
6.3	Konzept zur kontinuierlichen Herstellung von $W_f/W$ . . . . .	62
6.4	Aufbau von FRED. . . . .	63
6.5	Beschichteter Aufbau von FRED. . . . .	64
6.6	In FRED hergestelltes $W_f/W$ auf dem Heizrohr. . . . .	64
6.7	Kornstruktur des kontinuierlich hergestellten $W_f/W$ s. . . . .	65
6.8	Kristallwachstum $W_f/W$ in FRED. . . . .	65
6.9	Schematische Darstellung der lagenweisen Herstellung von $W_f/W$ . . . . .	67
6.10	Kristallwachstum von $W$ in $W_f/W$ . . . . .	68
6.11	Kontinuierliche $W_f/W$ Herstellung mit einer lokalen Heizung. . . . .	69
7.1	Abmessungen der für die Zugversuche verwendeten Proben. . . . .	72
7.2	Versuchsaufbau für die Zugversuche. . . . .	73
7.3	Spannungs-Dehnungs-Kurven von $W_f/W$ . . . . .	74
7.4	REM Aufnahmen der Bruchfläche der Probe $W_f/W_{\text{Er}_2\text{O}_3}$ -TS1. . . . .	75
7.5	Seitenansicht der gebrochenen Zugprobe $W_f/W_{\text{Er}_2\text{O}_3}$ -TS1. . . . .	76
7.6	Detailansicht der Probe $W_f/W_{\text{Er}_2\text{O}_3}$ -TS1. . . . .	77
7.7	Spannungsverlauf bei einer zyklischen Zugbeanspruchung. . . . .	79
7.8	Spannungs-Dehnungs-Kurven der Probe $W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$ -TS5. . . . .	79
7.9	Spannungs-Dehnungs-Kurven für die Probe $W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$ -TS5 (110 %). . . . .	80
7.10	Rissöffnungsarten. . . . .	81
7.11	Schematische Darstellung eines Dreipunktbiegeversuchs. . . . .	82
7.12	Biegeprobe für die $K_Q$ Ermittlung nach ASTM E399. . . . .	84
7.13	Schematische Darstellung mit SEM Aufnahmen des Kerbgrundes der Biegeproben. . . . .	86
7.14	Kraft-Verschiebungs-Kurve der Probe $W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$ -4I. . . . .	87
7.15	Kraft-Verschiebungs-Kurve der versprödeten Probe $W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$ -2I. . . . .	88
7.16	Verwendeten Kraftwerte für die Bruchzähigkeitberechnung . . . . .	89
7.17	Darstellung der Risslängen, welche für die Bruchzähigkeitberechnung. . . . .	90
7.18	R-Kurve für drei Proben aus $W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$ . . . . .	91
7.19	REM Aufnahmen der Bruchfläche der Probe $W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$ -4I (as-fab). . . . .	92
7.20	REM Aufnahmen der Bruchfläche der Probe $W_f/W_{\text{Y}_2\text{O}_3}$ -2I (emb). . . . .	93
7.21	Darstellung des J-Integrals in einem homogenen Material. . . . .	94

7.22	Darstellung des J-Integrals in einem Faserverbundwerkstoff. . . . .	95
7.23	Schematische Kraft-Weg-Kurve für die Ermittlung einer J-R-Kurve. . . . .	96
7.24	Biegeproben welche für das J-Integral verwendet wurden. . . . .	97
7.25	Kraft-Verschiebungs-Kurve für die Ermittlung der J-R-Kurve. . . . .	98
7.26	Risslängenmessung ( $a_{final}$ ) an der Probe $W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2. . . . .	99
7.27	J-R-Kurven der Proben aus $W_f/W_{Y_2O_3}$ . . . . .	99
7.28	Bruchflächen der Proben $W_f/W_{Y_2O_3}$ -J2. . . . .	100
7.29	Kerbschlagarbeit-Temperatur-Kurve für einen krz Werkstoff. . . . .	102
7.30	Kerbschlagbiegearbeiten für $W_f/W_{Y_2O_3}$ . . . . .	103
7.31	SEM Aufnahmen der Bruchflächen der Kerbschlagbiegeversuche, durchgeführt bei -150°C (a)), -100°C (b),e)), -50°C (c),f)) und 25°C (d)). . . . .	104
7.32	SEM Aufnahmen der Bruchflächen des Kerbschlagbiegeversuches, durchgeführt bei 600°C (a), b)) und 900°C (c), d), e)). . . . .	105
7.33	SEM Aufnahmen der Bruchflächen der Kerbschlagbiegeversuche, durchgeführt bei 1000°C (a), b), c)) und 1000°C mit einer Stunde Haltezeit (d), e), f)). . . . .	106
7.34	Mittelwerte der provisorischen Bruchzähigkeiten. . . . .	112
8.1	Schematische Herstellung und Aufbau einer PFC mit $W_f/W$ . . . . .	120

# Tabellenverzeichnis

2.1	Eigenschaften von polykristallinem Wolfram bei 25°C. . . . .	5
2.2	Vor- und Nachteile von Wolfram für die Nutzung als Werkstoff in der Fusion. . . . .	7
3.1	Zugfestigkeitszusammenhang der Fasern mit dem Faserdurchmesser. . . . .	16
4.1	Spezifikationen der verwendeten Riete. . . . .	27
5.1	Spezifische Bruchenergien der Zwischenschichten aus dem Push-out Test . . . . .	44
5.2	Spezifische Bruchenergien der Zwischenschichten aus dem Pull-out Test. . . . .	50
5.3	Auflistung Charakteristika der Zugproben. . . . .	53
5.4	Ergebnisse der einzelnen Zwischenschichtuntersuchungsmethoden. . . . .	54
5.5	Spezifische Bruchenergien der Zwischenschichten aus Push-out und Pull-out . . . . .	55
5.6	Verhältnis von spezifischer Zwischenschicht- zur Faserbruchenergie (r/R: 1,007, 1,3 und 2,3). . . . .	56
5.7	Verhältnis von spezifischer Zwischenschicht- zur Faserbruchenergie (r/R: 4,6 und 9). . . . .	56
6.1	Verschiedenen Wolframagebe mit den jeweiligen Kettfaserabständen und die Dichte des zugehörigen dreilagigen $W_f/W_s$ . . . . .	60
6.2	Kettfaserabstände der Gewebe, Dichte des $W_f/W_s$ , Faservolumenanteil. . . . .	66
7.1	Auflistung der mechanischen Versuche mit verwendetem $W_f/W$ . . . . .	71
7.2	Spannungs-Dehnungs-Kurven der geprüften $W_f/W$ Proben. . . . .	74
7.3	Charakteristika der Bruchflächen der Zugproben. . . . .	78
7.4	Zyklische Zugbelastung von $W_f/W$ Proben. . . . .	81
7.5	Verwendete Probengrößen für die Dreipunktbiegeversuche nach ASTM E399. . . . .	84
7.6	Bruchzähigkeitswerte für die Proben im Herstellungszustand und nach dem Heizen. . . . .	90
7.7	Probengeometrien für die Biegeproben (J-Integrale). . . . .	97
7.8	Risslängen, Rissstart und J-Integrale. . . . .	100
7.9	Auflistung der Charakteristika der Zugproben: Bruchflächen. . . . .	107
7.10	Auflistung der Charakteristika der Zugproben: Faserfestigkeit. . . . .	108
7.11	Auflistung der Charakteristika der zyklischen Zugproben: Faserfestigkeit. . . . .	108
7.12	Erreichbare Zugfestigkeit für $W_f/W$ mit W-Fasern und W-Garnen. . . . .	109
7.13	Darstellung des Größenkriteriums, welches nach Gl. 7.3 berechnet wurde. . . . .	110
7.14	Rissöffnung der $W_f/W_{Y_2O_3}$ Biegeproben (E399). . . . .	111
7.15	Rissöffnung der $W_f/W_{Y_2O_3}$ Biegeproben (J-Integral). . . . .	113
7.16	Bruchzähigkeitswerte (J-Integral). . . . .	114
7.17	Zusammenfassung der Ergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche. . . . .	115
7.18	Theoretisch berechnete $E_{KV}$ für verschiedene Faservolumenanteil bei RT nach [87] und [58]. . . . .	116

# Abkürzungen, Symbole und Indizierung

## Abkürzungen und Symbole

$\mathcal{G}$	[ $J/m^2$ ]	spezifische Bruchenergie
$\mathcal{D}$	[–]	$\frac{\mathcal{G}_i}{\mathcal{G}_f}$
$E$	[ $MPa$ ]	Elastizitätsmodul
$\nu$	[–]	Poissonzahl
$\alpha$	[–]	$(E_f^* - E_m^*) / (E_f^* + E_m^*)$
$\sigma$	[ $MPa$ ]	Festigkeit, Spannung, Zugfestigkeit
$D, \emptyset$	[ $\mu m$ ]	Durchmesser
$\Delta G$	[ $KJ/mol$ ]	Energiefreisetzung
$K_Q$	[ $MPam^{1/2}$ ]	vorläufige Bruchzähigkeit
$t$	[ $mm$ ]	Blattzahnabstand (Mitte zu Mitte)
$s$	[ $mm$ ]	Blattzahnhöhe
$h_1$	[ $mm$ ]	Riethöhe
$UPM$		Universalprüfmaschine (TIRAtest 2820, Nr. R050/01, TIRA GmbH)
$F, P$	[ $N$ ]	Kraft
$S_0$	[ $mm$ ]	Ausgangsquerschnittsfläche
$\Delta L$	[ $mm$ ]	Längenänderung
$L_0$	[ $mm$ ]	Ausgangsmesslänge
$L$	[ $mm$ ]	Messlänge während oder nach dem Versuch
$\epsilon$	[%]	Dehnung
$R_{p0,2}$	[ $MPa$ ]	Dehngrenze
$R_m$	[ $MPa$ ]	Zugfestigkeit
$A$	[%]	Bruchdehnung
$R_{mM}$	[ $MPa$ ]	Dehngrenze Matrixbruch
$\sigma_a$	[ $MPa$ ]	Spannungsausschlag
$\sigma_m$	[ $MPa$ ]	Mittelspannung
$\sigma_u$	[ $MPa$ ]	Maximalspannung

$\sigma_b$	[MPa]	Biegespannung
$M_b$	[Nm]	Biegemoment
$K_{Ic}$	[MPam <sup>1/2</sup> ]	Spannungsintensitätsfaktor, Bruchzähigkeit
$B$	[mm]	Probenbreite
$a$	[mm]	Anriss-, Startrisslänge
$W$	[mm]	Probenhöhe
$\sigma_{YS}$	[MPa]	Streckgrenze
$S$	[mm]	Spannweite, Auflagerabstand
$J$	[kJ/m <sup>2</sup> ]	J-Integral Wert
$T_i$	[mm]	nach außen gerichteter Belastungsvektor
$\eta_{pl}, \gamma_{pl}$	[-]	Funktionen der Risslänge im Verhältnis zur Ausgangsprobenhöhe
$E$	[J]	Energie
$m$	[kg]	Masse
$g$	[m/s <sup>2</sup> ]	Erdbeschleunigung
$h$	[m]	Ausgangshöhe
$h_i$	[m]	Endhöhe
$\tau$	[MPa]	Schubspannung
$f$	[%]	Faservolumen
$r$	[ $\mu$ m]	Radius
$l$	[mm]	Rissabstand
$\bar{l}$	[mm]	mittlerer Rissabstand
$R$	[mm]	Radialabstand in der Matrix mit Null Schubspannungen

## Indizierung

$i$	Zwischenschicht (Interface)
$f$	Faser
$m$	Matrix
$c, Cr, Q$	kritisch
$Con$	Konservativ
$max$	Maximal
$C$	Verbundwerkstoff (engl.: Composite)

<i>el</i>	elastisch
<i>pl</i>	plastisch
<i>n</i>	Anzahl
<i>i</i>	Zyklusnummer
<i>KV</i>	Kerbschlag
<i>pot</i>	potentiell
<i>ab</i>	Ablösung
<i>re</i>	Reibung



# A Anhang

## A.1 Vakuumdrehdurchführungen von FRED

In Abb. A.1 ist der prinzipielle Aufbau von FRED dargestellt. Detailansichten der Vakuumdrehdurchführungen sind in Abb. A.1 B und C dargestellt.

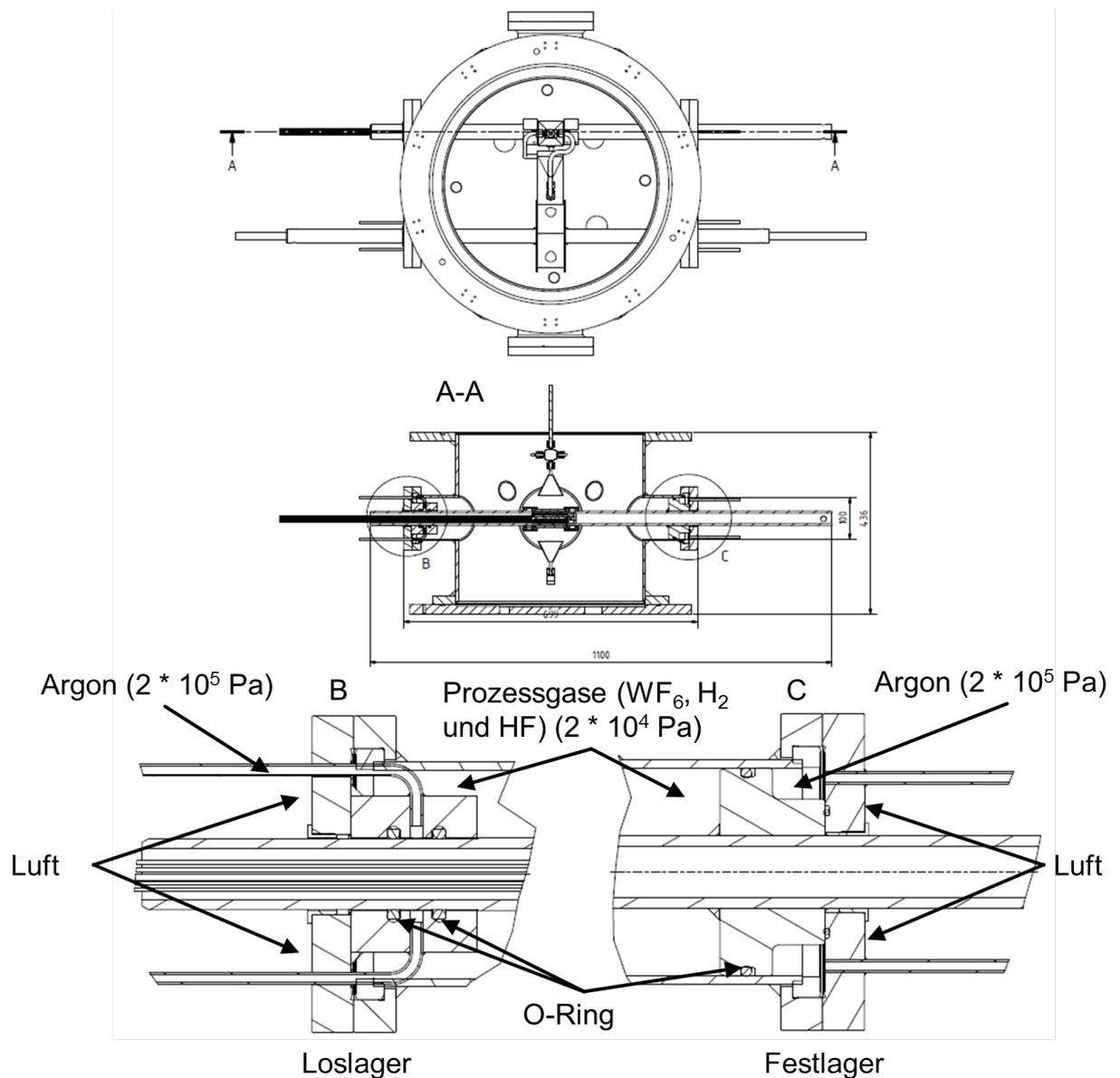


Abbildung A.1: Prinzipieller Aufbau von FRED mit Detailansichten der Vakuumdrehdurchführungen (B und C).

Diese werden im Betrieb mit einem Argonüberdruck beaufschlagt, um ein Entweichen von  $WF_6$  und Flusssäure (HF) zu verhindern. Heiz- und Geweberohr werden von eingefetteten

O-Ringen geführt, welche exakt auf die Laufflächen eingepasst sind, und somit die Dichtigkeit garantieren. Dies verhindert zum einen das Austreten von gesundheitsschädlichen Reaktionsgasen ( $\text{WF}_6$  und HF), und zum anderen das Eindringen von Verunreinigungen (Sauerstoff). Um die Temperaturen und die zu erwartenden Spannungen während der Experimente zu überprüfen, wurde eine Finite Elemente Simulation mit Ansys Workbench 18.1 durchgeführt. Eine Darstellung der Oberflächentemperaturen ist in Abb. A.2 dargestellt. Im Inneren des Rohres wurde eine Heiztemperatur von  $650^\circ\text{C}$  gewählt. Als Umgebungstemperatur an der Rohrinnenfläche wurde eine Temperatur von  $20^\circ\text{C}$  (Umgebungstemperatur) und an der Außenseite eine Temperatur von  $150^\circ\text{C}$  (Hintergrundheizung der Beschichtungskammer) gewählt. Die Simulation zeigte, dass die Maximaltemperaturen von  $200^\circ\text{C}$ , bei welchen die O-Ringe und das Vakuumsfett verwendet werden dürfen, während des Betriebes nicht überschritten werden. Außerdem wird sichergestellt, dass die Temperatur auf der Oberfläche für die W-CVD Abscheidung hoch genug ist.

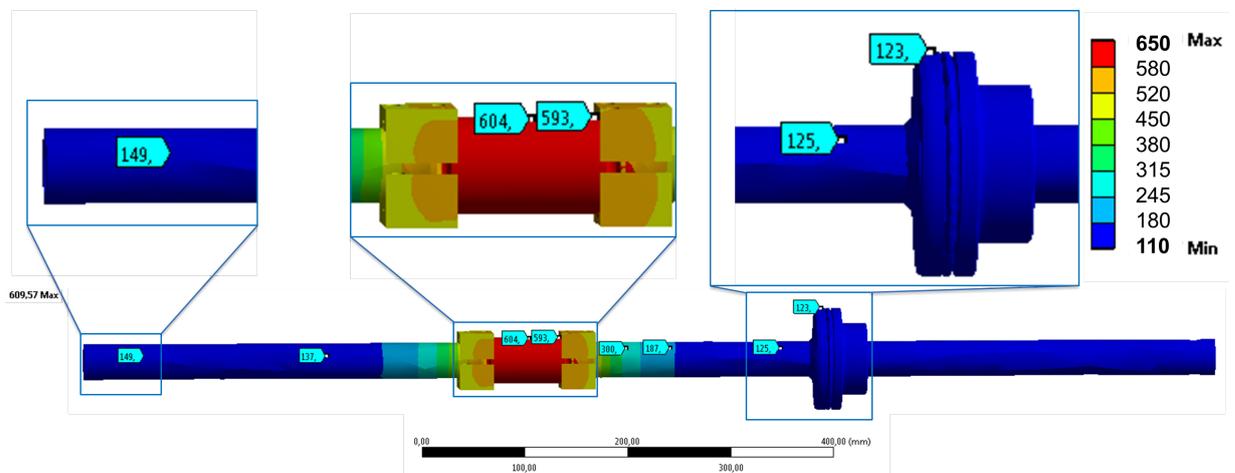


Abbildung A.2: Simulation des Wärmeübergangs durch das Heizrohr.

Die Vakuumdrehdurchführungen und der restliche Aufbau von FRED zeigten während der Experimente (Vakuumtest, Heiztest und Beschichtung) bei einer gesamten Verwendungsdauer von circa 20 Stunden, keinerlei Verschleiß oder Undichtigkeiten.

## A.2 Zugaufnehmer

Für die Auslegung des Zugaufnehmers wurden Simulationen für die  $W_f/W_{Er_2O_3}$  (siehe Abb. A.3) und die  $W_f/W_{Y_2O_3}$  (siehe Abb. A.4) Proben durchgeführt.

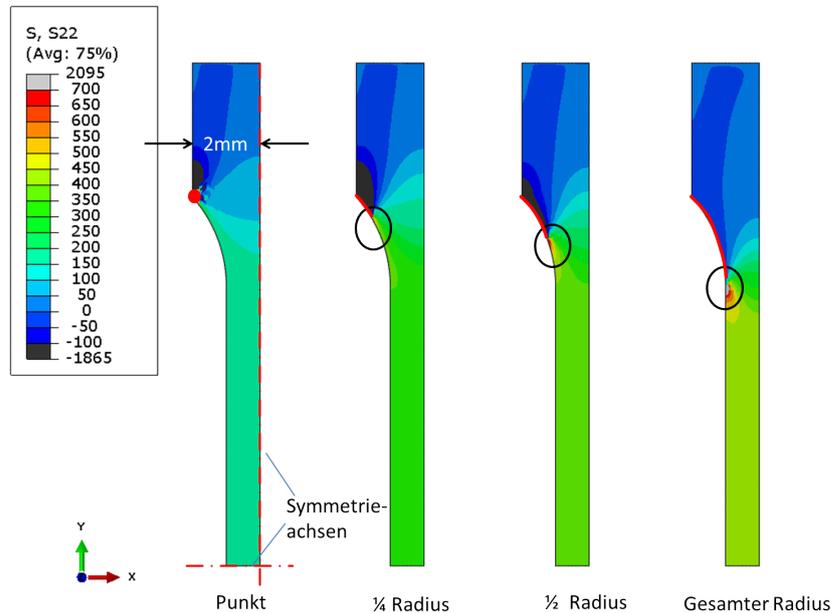


Abbildung A.3: Simulation der Auflageflächen des Zugaufnehmers für die  $W_f/W_{Er_2O_3}$  Proben. Spannungsverteilung entlang der Y-Achse für die vertikale Verschiebung entlang der Y-Achse. Auflageflächen sind die rot markierten Bereiche.

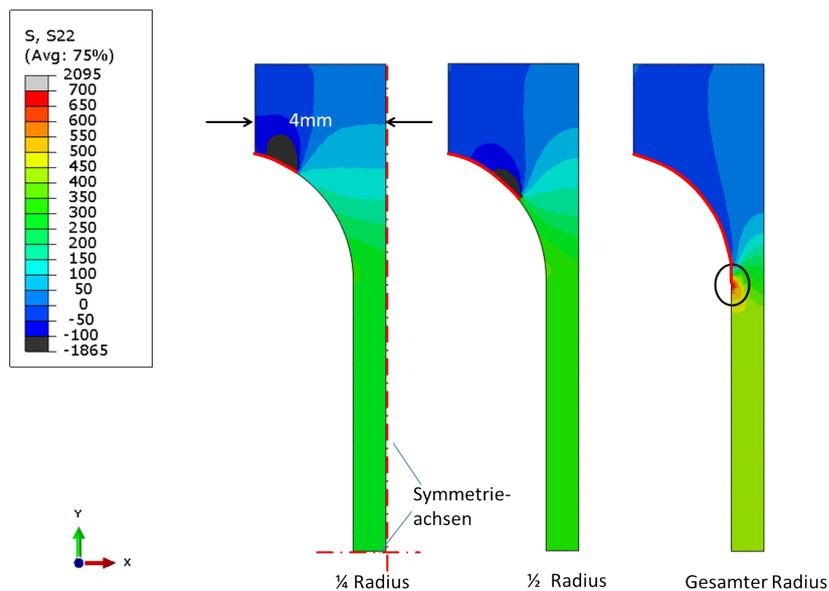


Abbildung A.4: Simulation der Auflageflächen des Zugaufnehmers für die  $W_f/W_{Y_2O_3}$  Proben. Spannungsverteilung entlang der Y-Achse für die vertikale Verschiebung entlang der Y-Achse. Auflageflächen sind die rot markierten Bereiche.

Die in den Abbildungen rot markierten Bereiche stellen die für die Simulation verwendeten Auflagebereiche der Probe dar. Des Weiteren wurden die Bereiche mit an denen eine Spannungskonzentration vorherrscht mit einem schwarzen Kreis markiert. Bei diesen Simulationen konnte festgestellt werden, dass die Auflagefläche der Proben so weit wie möglich vom reduzierten Querschnitt der Probe entfernt sein muss. Durch die Auflage der Proben am äußeren Rand des Radius wird sichergestellt, dass es im reduzierten Querschnitt nicht zu Spannungsspitzen und daher zu einem vorzeitigen Versagen der Proben am Übergang vom Halter zur Probe kommt. Die Breite des Schlitzes, durch die die Probe im Halter geführt wird, müssen nach diesen Simulationen für beide verwendeten Probengeometrien mindestens 3,5 mm sein.

In Abb. A.5 ist der Zugaufnehmer dargestellt, welcher für sämtliche Zugversuche an  $W_f/W$  verwendet wurde. Dieser besteht aus gehärtetem Werkzeugstahl, um den Verschleiß auf den Auflageflächen zu minimieren.

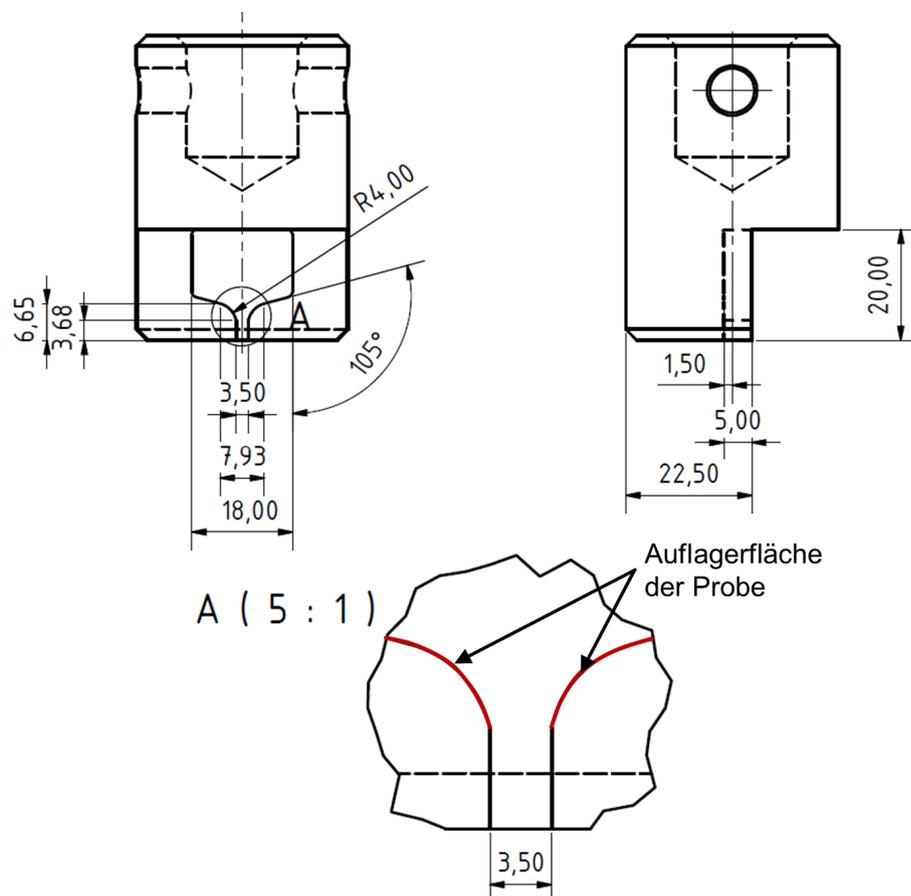


Abbildung A.5: Zugaufnehmer, welcher für alle Zugversuche an  $W_f/W$  verwendet wurde.

### A.3 Biegekurven der Proben zur $K_Q$ Ermittlung (ASTM E399)

In Abb. A.6 und Abb. A.7 sind die gemessenen Biegekurven der Proben, die für die  $K_Q$  Ermittlung (ASTM E399) (Kapitel 7.4.4) getestet wurden, dargestellt (Verschiebung = Maschinenweg).

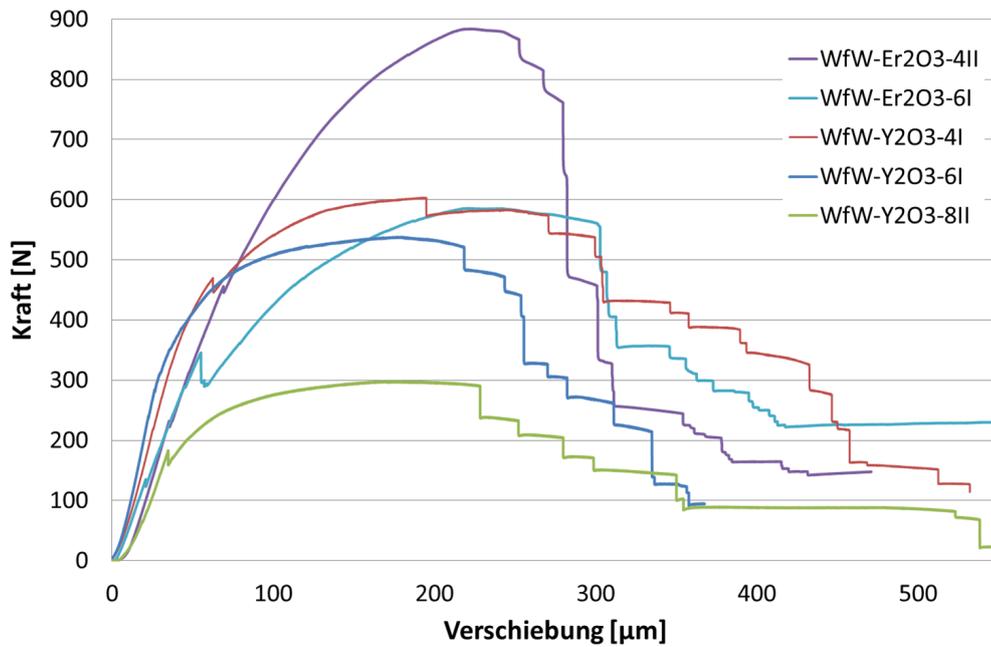


Abbildung A.6: Kraft-Verschiebungs Kurven der Biegeproben im Herstellungszustand.

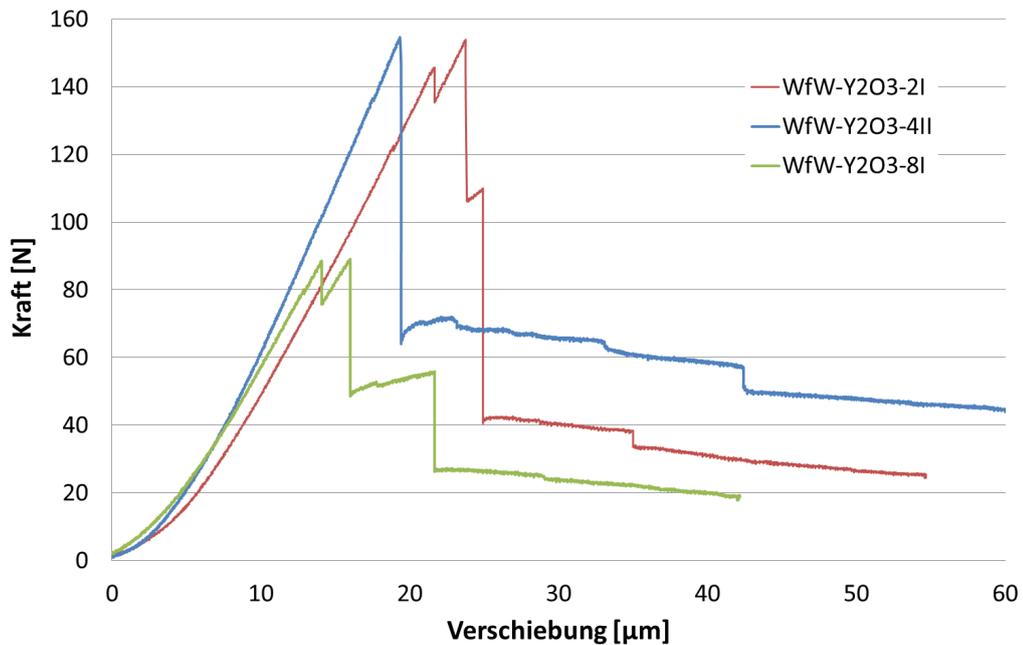


Abbildung A.7: Kraft-Verschiebungs Kurven der Biegeproben im geheizten Zustand.

## A.4 Herstellung der Modellsysteme

Für die Herstellung der Modellsysteme werden die W-Fasern, aus denen sowohl die Push-out wie auch die Pull-out Proben hergestellt wurden, zuerst mit PVD und im Anschluss mit CVD-W beschichtet. Dadurch wird sichergestellt, dass beide Modellsysteme einen identischen Herstellungszustand haben. Der erste Schritt ist das Umwickeln eines Kupferrahmens mit W-Draht. Dadurch erhält man 14 einzeln aufgespannte W-Fasern. Dieser Rahmen wird im Anschluss auf der Vorder- und Rückseite in zwei Durchgängen mittels Magnetronsputtering (Kapitel 3.3.1) mit dem Zwischenschichtmaterial beschichtet. Für die vorliegende Arbeit wird  $\text{Er}_2\text{O}_3$  und  $\text{Y}_2\text{O}_3$  mit jeweils  $1\ \mu\text{m}$  Dicke verwendet. Die Parameter für die Zwischenschichtabscheidung können Kapitel 7.1 entnommen werden.

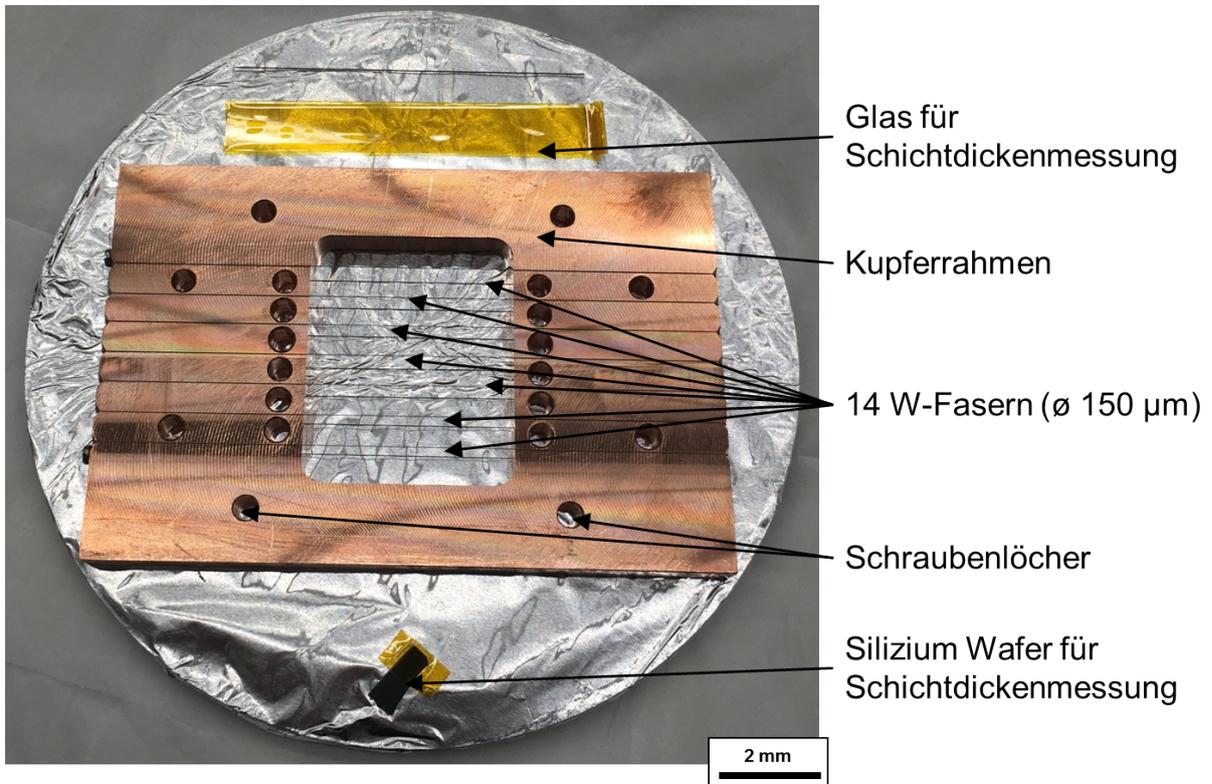


Abbildung A.8: Push- und Pull-out Proben vor der Kathodenerstäubung.

Im Anschluss an die Zwischenschichtherstellung werden auf der Vorder- und Rückseite des Kupferrahmens je eine weitere Kupferplatte und auf der Oberseite ein Edelstahldeckel angebracht. Dieser Aufbau wird auf dem Heiztisch (Abb. 3.8) der Beschichtungsanlage (WILMA) fixiert und geheizt. Für die Beschichtung mit CVD-W werden die Prozessgase (Kapitel 3.5) über den Gaseinlass, welcher sich im Edelstahldeckel befindet, an die zu beschichtenden Fasern geleitet. Für die W-Abscheidung wurde eine Temperatur von  $600^\circ\text{C}$  mit den Abscheidparametern von  $1500\ \text{sccm H}_2$ ,  $400\ \text{sccm WF}_6$  und  $100\ \text{mbar}$  gewählt. Bei einer Beschichtungszeit von 4,5 Stunden resultiert dies in einer W-Schicht von  $0,75\text{-}1,25\ \text{mm}$ .

Nach der Beschichtung wird der obere Teil des Aufbaus mittels Drahterosion abgetrennt. Der beschichtete Aufbau mit entferntem Deckel ist in Abb. A.9 zu sehen.

Im Anschluss werden die Proben aus dem Kupferblock herausgeschnitten (Drahterosion) und es entstehen sog. Sticks für die weitere Probenpräparation. Einer dieser Sticks ist in

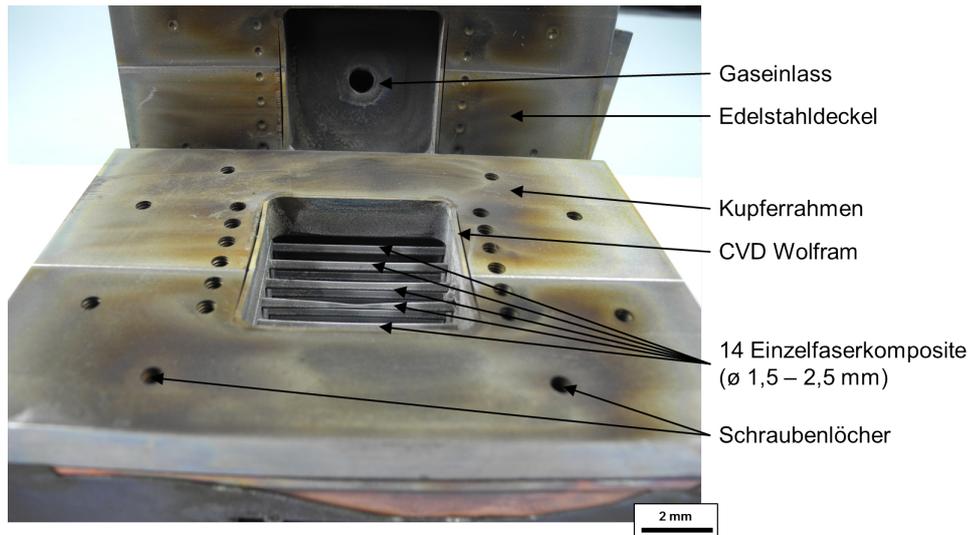


Abbildung A.9: Beschichteter Aufbau für die Herstellung von Pull- und Push-out Proben mit abgetrenntem Deckel.

Abb. A.10 dargestellt. An den Sticks sind auf beiden Seiten W-Verdickungen zu erkennen. Diese entstehen während des Herstellens, da sich an den Seiten der beheizte Kupferblock befindet, an welchem sich W abscheidet. Da nur der mittlere Teil der Fasern beschichtet wurde, haben die Proben auf jeder Seite ein etwa 40 mm langes freies Faserende, welches für den Pull-out Test benötigt wird. Die Pull-out Proben werden mithilfe einer Drahtsäge von den Sticks abgetrennt und auf die Endlänge für die Tests geschliffen und poliert. Diese Teile werden auf eine Länge von 1 bis 1,2 mm gekürzt und ebenfalls für die Tests geschliffen und poliert. Aus dem gesamten Aufbau erhält man maximal 28 Pull-out und pro Stick circa 20, also insgesamt bis zu 280, Push-Out Proben.

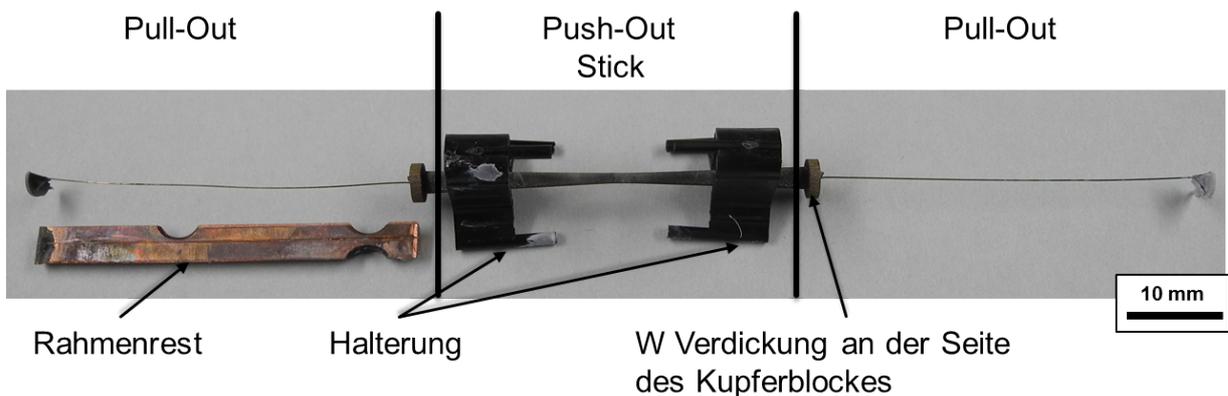


Abbildung A.10: Push- und Pull-Out Aufteilung des Einzelfaserkomposits.

## A.5 Auswertung der Push- und Pull-Out Versuche

Wie in Kapitel 5.2.1 erklärt wurde, sind zwei wichtige Parameter zur Grenzflächencharakterisierung die maximale Scherspannung der Zwischenschicht beim Ablösen ( $\tau_{ab}$ ) und die maximale Reibscherspannung ( $\tau_{re}$ ). Im Folgenden wird die Datenauswertung für  $\tau_{ab}$  eingegangen, die analog auch für  $\tau_{re}$  verwendet wurde. Die Scherspannung  $\tau$  wird allgemein beschrieben durch eine Kraft auf ein dazu parallel liegendes Flächenstück, hier die Scherspannung am Umfang der Faser und einer Dicke:

$$\tau = \frac{F}{A_{\parallel}} = \frac{F}{2\pi \cdot r \cdot D} [MPa] \quad (A.1)$$

wobei  $r$  den Faserradius und  $D$  die Dicke der Probe definiert.

Nach dem Versuch wird, wie in Kapitel 5.2.1.3 beschrieben, die Ablösekraft der Probe bestimmt und in ein Diagramm wie in Abb. A.11 aufgetragen.

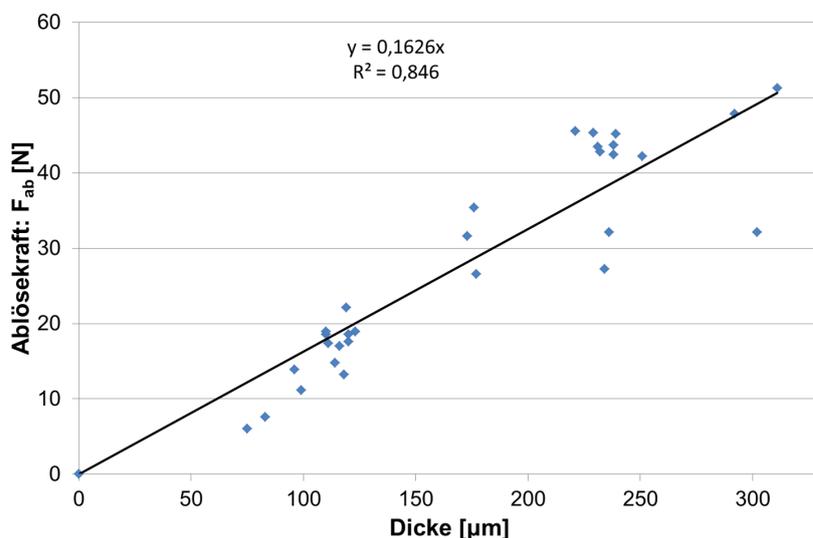


Abbildung A.11: Maximale Kräfte der Push-out Versuche mit  $\text{Er}_2\text{O}_3$  Zwischenschicht, aufgetragen als Funktion der Probendicke.

Die jeweiligen Unsicherheiten rühren auf der statistischen Streuung der Kräfte  $F$  und der Dickenbestimmung der Proben. Allerdings sind in Abb. A.11 deutliche Ausreißer zu erkennen, sodass der *least-square*-Algorithmus, dem eine Gauß- (bzw. Normal-) Verteilung zugrunde liegt, nicht verwendet werden kann. Die Methode kann deshalb nur unter gewissen Voraussetzungen die Wahrscheinlichkeit aller Modellparameter berechnen. Die Voraussetzungen sind die Wahl eines korrekten Modells und die Bildung einer Normalverteilung der Messwerte gegenüber dem Modellsystem. Der zweite Punkt ist für diesen Versuch offensichtlich nicht erfüllt. Das Hauptproblem einer Normalverteilung bei Ausreißern ist ihre schmale Form. Die Werte, die weit von anderen Messpunkten entfernt sind, werden deutlich überbewertet. Die Gewichtung eines Punktes ist proportional zu seinem Abstand. Im Folgenden wird die durchgeführte Herleitung einer Auswertemethode normiert auf den jeweiligen Messfehler beschrieben.

Grundlage der Überlegung liefert der Satz von Bayes (Bayes-Theorem)<sup>1</sup>, der es ermöglicht,

<sup>1</sup> D.S. Sivia. *Data Analysis: A Bayesian Tutorial*. Oxford University Press, 1996.

die bedingte Wahrscheinlichkeit eines Ereignisses X, unter der Bedingung, dass Y eingetreten ist und durch die bedingte Wahrscheinlichkeit des Ereignisses Y unter der Bedingung, dass X eingetreten ist, auszudrücken. Dazu müssen noch die *A-priori*-Wahrscheinlichkeit des Ereignisses X und die des Ereignisses Y berücksichtigt werden.

$$P(X|Y, I) = \frac{P(Y|X, I) \cdot P(X|I)}{P(Y|I)} \quad (\text{A.2})$$

Wobei I für das erwähnte Vorwissen der jeweiligen Wahrscheinlichkeit steht (A-priori-Wissen). Im Fall der Push-Out-Auswertung ist die linke Seite der Gl. A.4 beschrieben durch die Wahrscheinlichkeit für ein bestimmtes  $\tau$  in Abhängigkeit der Messdaten der Kraft F und der Dicke L, sowie erneut dem Vorwissen I und noch einem Faktor a, der prinzipiell nur den Umfang der Faser beschreibt und die Umrechnung auf MPa erlaubt.

$$a = 2\pi \cdot r[m] \quad (\text{A.3})$$

Sodass sich folgender Zusammenhang für die Wahrscheinlichkeit einer bestimmten Scherspannung ergibt:

$$P(\tau|\{F_i, L_i\}, a, I) = \frac{P(\{F_i\}|\{L_i\}, \tau, a, I) \cdot P(\tau|I)}{P(\{F_i\}|\{L_i\}, I)} \quad (\text{A.4})$$

Die Wahrscheinlichkeit des Nenners kann mithilfe der sogenannten Marginalisierungsregel berechnet werden

$$P(X|I) = \int_{-\infty}^{\infty} P(X, Y|I) dY \quad (\text{A.5})$$

Mithilfe der Umformung

$$P(X, Y|I) = P(X|Y, I) \cdot P(Y|I) \quad (\text{A.6})$$

ergibt sich:

$$P(X|I) = \int_{-\infty}^{\infty} P(X|Y, I) \cdot P(Y|I) dY \quad (\text{A.7})$$

Auf das vorliegende Problem übertragen bedeutet das:

$$Z = \left[ P(\{F_i\}|\{L_i\}, I) = \int_{-\infty}^{\infty} P(\{F_i\}|\{L_i\}, \tau, a, I) \cdot P(\tau|I) d\tau \right] \quad (\text{A.8})$$

Im Folgenden wird dieser als Z bezeichnet und dient im späteren Verlauf der Normierung der Wahrscheinlichkeit, um eine Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion zu erhalten. Weiterhin

lässt sich die Wahrscheinlichkeit einer Messreihe der Kräfte  $\{F_i\}$  als Produkt der Wahrscheinlichkeiten einer einzelnen Messung darstellen, solange die Messungen unabhängig sind.

$$P(\{F_i\}|\{L_i\}, \tau, a, I) = \prod_{i=1}^N P(F_i|L_i, \tau, a, I) \quad (\text{A.9})$$

Der nächste Schritt, die Wahl eines geeigneten Modells zur Beschreibung der Messdaten, ist einer der wichtigsten des ganzen Prozesses. Dabei sollen hier Ausreißer weder über- noch unterbewertet werden. Eine passende Möglichkeit bietet die bereits normierte Funktion

$$f(x, b) = \frac{1}{2b} e^{-|x/b|} \quad (\text{A.10})$$

Die Breite der Kurve wird durch den Parameter  $b$  beschrieben, der später implizit auch als Maß für die Unsicherheit der gemessenen Kräfte  $F_i$  verwendet wird. In Abhängigkeit dieses Parameters  $b$  beschreibt die Funktion eine deutlich breitere Verteilung als beispielsweise die Gaußverteilung. (siehe Abb. A.12), was eine viel höhere Toleranz für Ausreißer bedeutet.

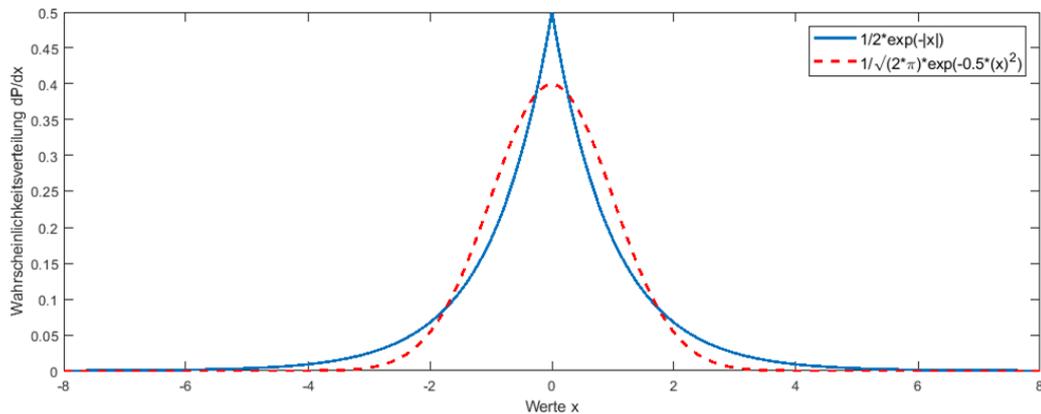


Abbildung A.12: Vergleich der Modellfunktion mit der Normalverteilung für  $b=1$

Der Parameter  $x$  in Gl. A.10 steht für die Abweichung der Messwerte von einem zugehörigen physikalischen Modell. Als Modell dient hier der Zusammenhang zwischen der Kraft  $F$ , der Dicke der Probe  $D$  und der Scherspannung  $\tau$  aus Gl. A.1. Dieser Zusammenhang nach  $F$  aufgelöst und unter der Verwendung der Konstante  $a$  ergibt:

$$F = \tau \cdot D \cdot a \quad (\text{A.11})$$

Die Abweichung der tatsächlichen gemessenen Kraft  $F_i$  und der mithilfe des Modells berechneten Kraft  $F$  in Abhängigkeit von  $\tau$  ist also:

$$x = F_i - \tau \cdot D_i \cdot a \quad (\text{A.12})$$

Aus Gl. A.9, Gl. A.10 und Gl. A.12 folgt:

$$P(\{F_i\}|\{L_i\}, \tau, a, b, I) = \prod_{i=1}^N \frac{1}{2b} \exp\left(-\left|\frac{F_i - \tau \cdot D_i \cdot a}{b}\right|\right) \quad (\text{A.13})$$

Man beachte, dass zu den bisherigen Abhängigkeiten der Wahrscheinlichkeit  $P(\{F_i\}|\{L_i\}, \tau, a, I)$  nun allerdings auch noch der Parameter  $b$  hinzukommt, der für das Ergebnis uninteressant, für die Berechnung jedoch äußerst wichtig ist. Um auf die ursprüngliche, in Gl. A.3 verwendete Abhängigkeit zurückzugelangen, kann erneut die Marginalisierung aus Gl. A.5 verwendet werden, sodass:

$$P(\{F_i\}|\{L_i\}, \tau, a, I) = \int_{-\infty}^{\infty} P(\{F_i\}|\{L_i\}, \tau, a, b, I) \cdot P(b|I) db \quad (\text{A.14})$$

Schließlich errechnet sich für die Wahrscheinlichkeit, dass ein bestimmtes  $\tau$ , das zu einem Datensatz  $F_i, L_i$  passend ist, wie folgt:

$$P(\tau|\{F_i, L_i\}, a, I) = \frac{1}{Z} * \int_{-\infty}^{\infty} \prod_{i=1}^N \frac{1}{2b} \exp\left(-\left|\frac{F_i - \tau \cdot D_i \cdot a}{b}\right|\right) \cdot P(b|I) db \cdot P(\tau|I) \quad (\text{A.15})$$

Da der Parameter  $b$ , wie oben erwähnt eine Darstellung der Unsicherheit in der gemessenen Kraft darstellt, ist das Integral mit den Grenzen  $-\infty$  und  $\infty$  in dieser Form nicht physikalisch. Es ist daher ratsam, sich realistische Grenzen für besagte Unsicherheit mit  $b_{\min} > 0$  und  $b_{\max} < \infty$  zu überlegen. Aufgrund der unbekanntenen Skala von  $b$  ist ein skaleninvarianter a-priori-Term für  $b$  zu wählen. Für skaleninvariante Größen ist *jeffreys prior*<sup>2</sup> anzunehmen, der die Form  $1/b$  hat. Löst man das Integral beispielsweise für alle  $\tau \in [0, 1000]$  in Einerschritten, dann ist  $P(\tau|I) = 1/1000$ . Zur Berechnung der vorerst noch unnormierten Verteilung für verschiedene  $\tau$  wird ein Matlab-Skript verwendet. Mit Hilfe einer Trapezintegration über die errechneten Stützpunkte der Verteilung kann diese im Anschluss normiert werden, und es entsteht die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion in Abb. A.13.

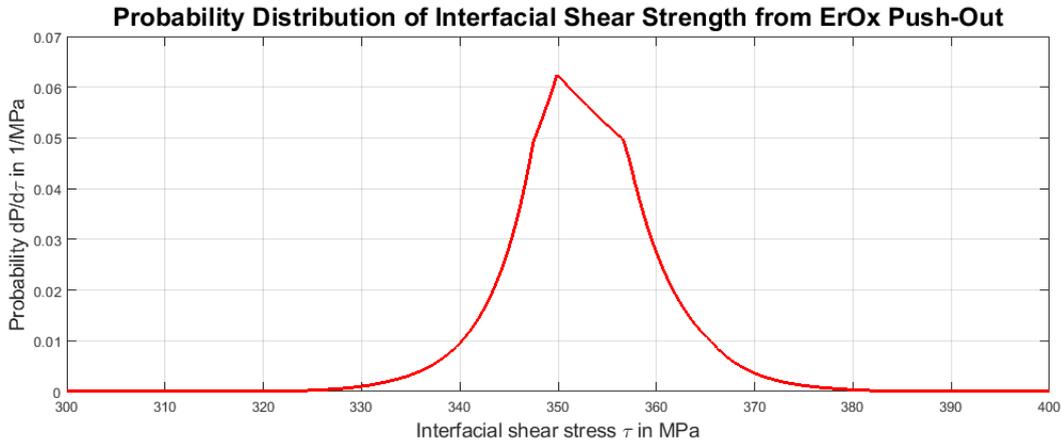


Abbildung A.13: Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion für  $\text{Er}_2\text{O}_3$  Push-Out-Tests

<sup>2</sup>W. Von der Linden, V. Dose and U. Von Toussaint. *Bayesian probability theory: applications in the physical sciences*. Cambridge University Press, 2014.

Zusätzlich werden noch der Erwartungswert und die zugehörige Varianz berechnet und ausgegeben:

- Erwartungswert:

$$\langle \tau \rangle = \int_{\tau_{\min}}^{\tau_{\max}} \tau \cdot P(\tau|\{F_i, d_i\}, a, I) d\tau \quad (\text{A.16})$$

- Varianz:

$$\text{var}(\tau)^2 = \langle \tau^2 \rangle - (\langle \tau \rangle)^2 \quad (\text{A.17})$$

Eine auf diese Weise durchgeführte Auswertung ergibt folgende Werte die auch in Tab. 5.4 in Kapitel 5.3 abgebildet sind und in Kapitel 5.2 ermittelt wurden.

Tabelle A.1: Ergebnisse der einzelnen Interfaceuntersuchungsmethoden

Methode	Schicht	$\tau_{ab}$ [MPa]	$\tau_{re}$ [MPa]
Push-Out	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	352,7 ± 12,0	240,7 ± 13,6
Push-Out	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	441,2 ± 11,9	222,3 ± 6,9
Pull-out Test	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	125,4 ± 12,2	116,2 ± 8,8
Pull-out Test	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	149,3 ± 9,5	123,3 ± 6,8