

TECHNISCHE UNIVERSITÄT MÜNCHEN

**Synthese und Charakterisierung von
SiC_f/Cu-Matrix-Verbundwerkstoffen und ihre
Anwendung in einem Modell einer Divertor-Komponente**

Verena Paffenholz

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: Univ.-Prof. Dr.-Ing. H. Baier

Prüfer der Dissertation:

1. Hon.-Prof. Dr.-Ing., Dr.-Eng. (Univ. Nagoya/Japan) H. H. Bolt
2. Univ.-Prof. Dr. mont. habil. E. Werner

Die Dissertation wurde am 18.03.2010 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät für Maschinenwesen am 30.06.2010 angenommen.

Kurzfassung

Materialien in zukünftigen Fusionsreaktoren sind im Bereich des Divertors besonders hohen Belastungen ausgesetzt, so treten beispielsweise Wärmeflüsse von bis zu 15 MW/m² auf. Um die Effizienz eines späteren Kraftwerks (z. B. DEMO) zu erhöhen, muss die Kühlmitteltemperatur im Vergleich zum Fusionsexperiment ITER von ~150°C auf ~300°C erhöht werden. Dies führt an der Grenzfläche zwischen Wolfram (W) als plasmabelastetes Wandmaterial (PFM: Plasma Facing Material) und einer Kupferlegierung (CuCrZr) als Wärmesenke zu sehr hohen Temperaturen von ~550°C, zudem aufgrund des Temperaturgefälles und der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Materialien zu großen Spannungen. Da das ausscheidungsgehärtete CuCrZr bei diesen Temperaturen nicht mehr die nötige Festigkeit besitzt, muss dieser kritische Bereich verstärkt werden. Hierzu werden Siliciumcarbid-faserverstärkte Kupfermatrix-Verbundwerkstoffe (SiC_f/Cu) aufgrund ihrer hohen Wärmeleitfähigkeit und der gleichzeitig guten mechanischen Festigkeit als MMC-Zwischenschicht (Metall-Matrix-Verbundwerkstoff) zwischen dem PFM und der Wärmesenke in zukünftigen Fusionsreaktoren in Betracht gezogen.

Das Ziel der Arbeit ist die Charakterisierung der mechanischen und thermischen Eigenschaften insbesondere der Zugfestigkeit und der Wärmeleitfähigkeit dieses Werkstoffs, zudem die Synthese des MMC und der Aufbau eines Flachziegel-Mock-ups, um das Verhalten einer MMC-Zwischenschicht unter hoher Wärmelast zu beurteilen. Zur Herstellung eines MMC als Zwischenschicht und zur Messung der relevanten Wärmeleitfähigkeit senkrecht zur Faser wurde das etablierte galvanische Beschichtungsverfahren angepasst. Durch die Neuentwicklung einer zweistufigen aufeinanderfolgenden galvanischen Abscheidung sind unidirektionale MMC-Lagen herstellbar, aus denen mittels Heipresse mehrlagige MMC mit verschiedenen unidirektionalen (UD) Lagen-Orientierungen (0°/0°, 0°/90°) gepresst werden können. Die Variation der Beschichtungszeit erlaubt eine gezielte Einstellung des Faservolumenanteils. Die Probenherstellung für die Charakterisierung der mechanischen Zugfestigkeit in Faserrichtung erfolgte über das HIP-Verfahren (heißisostatisches Pressen). Die Faser-Matrix-Anbindung wurde mit Hilfe einer Ti-Zwischenschicht (SCS6-Faser) und dem Ti-TaC-Schichtsystem (SCS0-Faser) erzielt.

Zugversuche an Kompositproben bei verschiedenen Prüftemperaturen gaben Aufschluss über die Zugfestigkeit des MMC. Diese nimmt mit steigender Temperatur ab und mit höherem Faservolumenanteil zu. Bereits bei einem Faservolumenanteil von 10% wird die geforderte Zugfestigkeit bei Raumtemperatur von 300 MPa übertroffen. Bei Temperaturen ab ~300°C nimmt die Plastizität von Cu zu, die auch bei den TMF-Versuchen (Thermomechanische Ermüdung) und bei Bestimmung des Wärmeausdehnungskoeffizienten sichtbar wurde. Die Schwachstelle des Komposits liegt bei 550°C nicht mehr innerhalb der Faser (zwischen C-Schichten) sondern an der Faser-Matrix-Grenzfläche.

Thermische Untersuchungen zeigen die Abhängigkeit der Temperaturleitfähigkeit und der Wärmeleitfähigkeit des MMC vom Faservolumenanteil, vor allem aber auch von der Faseranordnung und damit dem Abstand der Fasern. Wärmebarrieren, die durch sehr dichte

Faserlagen, aber auch durch Poren und Risse aufgrund von Oxidschichten entstehen, behindern den Wärmetransport. Höhere Presstemperaturen von 800°C wirken sich günstig auf die Wärmeleitfähigkeit aus, da eine gleichmäßigere Faserverteilung erreicht wird. Bei gleichzeitig hohem Druck kann allerdings ein Faserbrechen, insbesondere bei 0°/90°-Orientierung auftreten.

Für Wärmefluss tests am GLADIS-Teststand (IPP) wurden drei Flachziegel-Mock-ups aufgebaut und dazu vierlagige bzw. fünflagige MMC-Zwischenschichten mit einer 0°/0°-Orientierung und einem Faservolumenanteil von ~14% bei 650°C und ~40 MPa Pressdruck hergestellt. Die Wärmeleitfähigkeit bei Raumtemperatur betrug $\sim 180 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Screening-Tests zwischen 0,2 und 10,5 MW/m² für jeweils 30 s und zyklische Tests bei 10,5 MW/m² (Belastungszeit 20 s pro Minute) zeigen das große Potenzial des SiC_f/Cu-Werkstoffs für Temperaturen bis ~550°C und einen möglichen Einsatz als Wärmesenkenmaterial im hoch belasteten Divertor-Bereich zukünftiger Fusionsreaktoren.

Nach 80 Zyklen bei 10,5 MW/m² erfolgte eine Versuchsunterbrechung, um Schadensmechanismen metallographisch zu untersuchen. Innerhalb des MMC fand nur eine geringe Rissbildung und keine Rissausbreitung statt, was einen effizienten Wärmetransport bewirkte. Potentielle Schwachstellen im Material sind Fügestellen, d.h. die Lötung der Mock-up-Bauteile und die Randbereiche des MMC, besonders in der obersten MMC-Lage an der Grenzfläche zum W. Dort treten nach 3D-FEM-Berechnungen die größten Spannungen im Eigenspannungszustand, während des Wärmeflusses und nach der Abkühlung auf. In den Randbereichen herrschen zudem die höchsten Temperaturen. In Kombination mit schlechten Lötverbindungen oder Rissen innerhalb des MMC können diese Spannungen zu einem Aufreißen des MMC oder der Fügestelle führen, und damit zu einem ungenügenden Wärmetransport und zum Versagen bis zum Abfallen des W-Ziegels. Aus diesem Grund ist eine gute Verbindung aller Materialien an den Lötstellen, innerhalb des Cu und an den Faser-Matrix-Grenzen von großer Bedeutung.

Abstract

In future fusion reactors materials are operating under extreme conditions. The fusion plasma leads to heat fluxes to the plasma facing materials (PFM) of 15-20 MW/m² in the divertor region. To increase the thermal efficiency of future fusion power plants like DEMO, a higher coolant temperature of 300°C compared to 150°C at ITER is necessary which leads to an increased temperature of 550°C at the interface between tungsten as PFM and CuCrZr as heat sink material. This will cause high stresses as a result of the temperature gradient and the different coefficients of thermal expansion (CTE). Due to insufficient mechanical properties of the precipitation-hardened CuCrZr at this temperature, SiC_f/Cu composites are considered to strengthen the critical zone with an interlayer between the PFM and the heat sink, as they combine high mechanical strength and a good thermal conductivity.

The aim of this investigation is the preparation and mechanical as well as thermal characterisation (in particular the mechanical strength and thermal conductivity) of SiC_f/Cu composites, and in addition, the manufacture of a metal matrix composite (MMC), as well as the assembly of a flat-tile mock-up to investigate the performance of an MMC interlayer under heat loads. A new method was developed to synthesise an appropriate MMC for the flat-tile mock-up and in addition to enable the measurement of the thermal conductivity perpendicular to fibre direction. Unidirectional (UD) layers were prepared by two subsequent electroplating processes which allow adjusting various fibre volume fractions. The UD layers were stacked with different fibre orientations (0°/0°, 0°/90°) and consolidated by vacuum hot pressing to form a multilayer MMC. In addition, MMC specimens were prepared by hot isostatic pressing (HIP) in order to measure the mechanical properties. To improve the bonding between fibre and matrix, the fibres were coated with thin titanium (SCS6) and Ti-TaC (SCS0) interlayers.

Tensile tests of MMC specimens gave information about the tensile strength at different temperatures. A higher fibre volume fraction leads to an increased tensile strength, whereas higher temperatures reduce the tensile strength. The required tensile strength of 300 MPa was obtained with a fibre volume fraction of ~10%. At temperatures above ~300°C tensile tests, thermo mechanical fatigue tests, and the determination of the CTE showed an increased ductility of Cu. Contrary to tensile tests at room temperature – the weak point is the layered structure of the fibre – the failure occurred at the interface between fibre and matrix at temperatures of 550°C.

Thermal investigations showed the dependence of the thermal diffusivity and thermal conductivity on the fibre volume fraction, the fibre arrangement, and the fibre distance. Narrow fibre distances as well as pores and cracks due to oxide layers within the MMC, will cause thermal barriers and reduce the heat transport. High consolidation temperatures (800°C) lead to a more uniform fibre arrangement and an increased thermal conductivity. However, a high pressure at high temperatures during consolidation can cause fibre rupture, in particular for the 0°/90° fibre orientation.

MMC interlayers were synthesised at a pressure of ~ 40 MPa and a temperature of 650°C to assemble three flat-tile mock-ups for high heat flux tests at the facility GLADIS at IPP. The MMC consisting of 4 and 5 layers, a fibre volume fraction of 14% and a heat conductivity of $\sim 180 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ were loaded with heat loads of $0.2\text{-}10.5 \text{ MW/m}^2$ for a duration of 30 s. Additional cyclic tests at 10.5 MW/m^2 for 20 s every minute showed a high potential of SiC_f/Cu up to a temperature of $\sim 550^\circ\text{C}$ and as heat sink material in future fusion reactors. For metallographic investigations the heat flux tests were stopped after 80 cycles at 10.5 MW/m^2 . Microscopic investigations showed a good bonding, few cracks and no crack propagation within the MMC which indicates a sufficient heat transport. The weak point is the bonding between the components, e.g. the brazing and the boundary area within the MMC at the edge of the mock-up. The highest stresses (residual, during heat load and after cooling) occur at the interface between tungsten and the MMC at the edge of a mock-up. In interaction with an insufficient brazing or small cracks within the MMC, high stresses can lead to distinguish cracks between the components or within the MMC which will result in an insufficient heat transport and to a local failure, followed by a loss of tungsten tiles. Hence, a good bonding between the components and within the copper matrix and the fibre matrix interface is essential for a good performance of the flat-tile mock-up.

Inhaltsverzeichnis

Abbildungen	ix
Tabellen	xiii
Abkürzungen	xv
1. Einleitung	1
2. Grundlagen und Stand der Technik	5
2.1 Verbundwerkstoff.....	5
2.1.1 Grundlagen und Einteilung.....	5
2.1.2 Metallmatrix	6
2.1.3 Faserverstärkung.....	7
2.1.4 Faser-Matrix-Grenzfläche	8
2.2 Versagensmechanismen eines Verbundwerkstoffs	9
2.3 Grundlagen der Wärmeübertragung	11
3. Synthese des Metall-Matrix-Verbundwerkstoffs (MMC)	13
3.1 SiC-Fasern	13
3.2 Faser-Matrix-Anbindung – die Zwischenschicht	15
3.3 Abscheidung der Matrix und Synthese des MMC	16
4. Charakterisierung des Metall-Matrix-Verbundwerkstoffs	23
4.1 Mikroskopie.....	23
4.2 Mechanische Charakterisierung	24
4.2.1 Grundlagen des Zugversuchs	24
4.2.2 Einzelfaserzugversuche	27
4.2.3 Zugversuche an MMC	28
4.2.4 Thermomechanische Ermüdungsversuche	30
4.3 Thermische Charakterisierung.....	34
4.3.1 Temperaturverhalten von Verbundwerkstoffen.....	35
4.3.2 Wärmeleitfähigkeit – LFA-Messungen	36
4.3.3 Spezifische Wärmekapazität – DSC-Messungen	41
4.3.4 Wärmeausdehnungskoeffizient – Dilatometer-Messungen.....	42
5. Charakterisierung eines Flachziegel-Mock-ups	45
5.1 Wärmeflussteststand GLADIS	45
5.2 Thermoschocktest.....	45
5.3 Wärmeflusstests.....	47
5.3.1 Aufbau eines Flachziegel-Mock-ups.....	47
5.3.2 Wärmeflusstests GLADIS	49
5.3.3 Modellierung	49

6. Untersuchungsergebnisse zum SiC_f/Cu-Verbundwerkstoff	55
6.1 Mechanische Eigenschaften	55
6.1.1 Einzelfaserzugversuche	55
6.1.2 Komposit-Zugversuche	57
6.1.3 Vergleich unterschiedlicher Faserarten – SCS6 und SCS0	63
6.1.4 Thermomechanische Ermüdungsfestigkeit	66
6.2 Thermische Eigenschaften	72
6.2.1 Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit – LFA-Messungen	72
6.2.2 Spezifische Wärmekapazität – Vergleich LFA- und DSC-Messungen	80
6.2.3 Wärmeausdehnungskoeffizient	80
6.3 Untersuchung von Faserbrüchen	83
7. Untersuchungsergebnisse zum MMC im Flachziegel-Mock-up	87
7.1 Vorversuch – Thermoschocktests	87
7.2 Flachziegel-Mock-up mit SiC/Cu – Wärmefluss tests	88
7.2.1 Mock-up B	88
7.2.2 Mock-up A und Mock-up C	94
8. Gesamtdiskussion	95
8.1 Herstellungsverfahren der SiC/Cu-MMC	95
8.2 Festigkeit des SiC/Cu-Werkstoffs	97
8.3 Thermische Eigenschaften des SiC/Cu-Werkstoffs	100
8.4 Verhalten des MMC im Flachziegel-Mock-up unter Wärmelast	102
9. Zusammenfassung	107
Anhang	111
Anhang A Probenpräparation für Querschliffe	111
Anhang B Technische Zeichnungen	112
Veröffentlichungen, Vorträge und Poster	113
Literaturverzeichnis	115

Abbildungen

Abb. 1-1: DEMO und Aufbau eines Divertors (entnommen aus [20]).....	2
Abb. 1-2: Schematische Darstellung des Flachziegel-Designs	3
Abb. 1-3: Strategie der Arbeit	4
Abb. 2-1: Versagensmechanismen eines UD-Verbundwerkstoffs	10
Abb. 3-1: Aufbau der SCS6-Faser [90]	13
Abb. 3-2: a) Faserrahmen für die Sputter-Beschichtung, b) Rahmen in der Magnetron-Sputteranlage.....	15
Abb. 3-3: Schematische Darstellung der Herstellung von zylindrischen MMC-Proben.....	18
Abb. 3-4: a) Galvanisch beschichtete Faser, b) Cu-Kapsel	18
Abb. 3-5: a) und b) Querschliffe einer MMC-Probe für mechanische Tests.....	19
Abb. 3-6: Schematische Darstellung der Herstellung von MMC-Flachproben	20
Abb. 3-7: UD-Lage nach dem zweiten galvanischen Schritt.....	21
Abb. 3-8: Schematischer Aufbau der Presse für flache MMC-Proben	21
Abb. 3-9: a) und b) Querschliffe einer MMC-Flachprobe	22
Abb. 4-1: Spannungs-Dehnungs-Diagramm aus Zugversuch mit a) ausgeprägter Streckgrenze und b) Dehngrenze	24
Abb. 4-2: Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines UD-Verbundwerkstoffs aus einem Zugversuch für $\varepsilon_{f,max} < \varepsilon_{m,max}$	26
Abb. 4-3: Einspannung Einzelfaserzugversuch	27
Abb. 4-4: MMC-Probe für Zugversuche bei RT und 300°C.....	28
Abb. 4-5: Einspannung der Zugproben mit (Bild a) und ohne (Bild b) Induktionsspule	29
Abb. 4-6: MMC-Probe für Zugversuche bei 550°C.....	29
Abb. 4-7: TMF-Versuch: mechanische Dehnung und Temperatur gegenüber der Zeit.....	33
Abb. 4-8: a) Prinzipskizze einer LFA-Anlage von NETZSCH (Quelle: LFA 427 [127]), b) Temperaturanstieg mit Wärmeverlust.....	36
Abb. 5-1: a) schematischer Aufbau der Komponente für die Thermoschocktests, b) Materialien für die Thermoschock-Testkomponente.....	46
Abb. 5-2: Bauteile für ein Flachziegel-Mock-up a) W-Ziegel, b) MMC, c) CuCrZr.....	47
Abb. 5-3: Flachziegel-Mock-up	48
Abb. 5-4: a) GLADIS-Vakuumkammer, b) eingebauter Mock-up	49
Abb. 5-5: Wärmetransport durch Konvektion und teilweises Sieden	52
Abb. 6-1: Zugfestigkeit der Einzelfaser in Abhängigkeit vom Faservolumenanteil - lineare Mischungsregel zum Vergleich	56

<i>Abb. 6-2: Zugfestigkeit in Abhängigkeit vom Faservolumenanteil.....</i>	<i>58</i>
<i>Abb. 6-3: Bruchflächen nach Zugversuch bei 300°C:</i>	
<i>a) K41K44 ($R_m=466$ MPa, $V_f=15,8\%$) – gute Verbindung,</i>	
<i>b) K53K50 ($R_m=471$ MPa, $V_f=21,8\%$) – Poren,</i>	
<i>c) K54K51 ($R_m=197$ MPa, $V_f=11,7\%$) – schlechte Verbindung.....</i>	<i>59</i>
<i>Abb. 6-4: Zugfestigkeit in Abhängigkeit vom Faservolumenanteil und von der Temperatur.....</i>	<i>60</i>
<i>Abb. 6-5: Bruchflächen einer bei a) RT und b) 550°C getesteten Zugprobe,</i>	
<i>c) Wabenstruktur der Matrix einer bei 550°C getesteten Zugprobe.....</i>	<i>61</i>
<i>Abb. 6-6: E-Modul in Abhängigkeit vom Faservolumenanteil und von der Temperatur</i>	<i>62</i>
<i>Abb. 6-7: E-Modul in Abhängigkeit von der Temperatur</i>	<i>63</i>
<i>Abb. 6-8: Vergleich der Zugfestigkeiten bei RT der MMC mit SCS6- und SCS0-Faser.....</i>	<i>64</i>
<i>Abb. 6-9: a) und b) Bruchfläche einer SCS6-Probe – C-Schicht verbleibt am Cu,</i>	
<i>c) und d) Bruchfläche einer SCS0-Probe – sehr gute Faser-Matrix-Haftung,</i>	
<i>kein Faser-Pull-out</i>	<i>65</i>
<i>Abb. 6-10: Vergleich Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit Schallemission von MMC mit a) SCS6- und b) SCS0-Faser.....</i>	<i>66</i>
<i>Abb. 6-11: a) Spannung und Temperatur gegenüber Zeit bei Zyklus 700,</i>	
<i>b) Maschinenweg und Dehnung (Dehnungsaufnehmer) gegenüber</i>	
<i>Zyklenanzahl</i>	<i>67</i>
<i>Abb. 6-12: a) Spannung und Maschinenweg gegenüber Zyklenanzahl,</i>	
<i>b) Thermische und mechanische Dehnung und Temperatur gegenüber Zeit</i>	<i>68</i>
<i>Abb. 6-13: Spannung gegenüber Temperatur: offene Hysterese</i>	<i>69</i>
<i>Abb. 6-14: Probe K47 nach TMF-Versuch.....</i>	<i>69</i>
<i>Abb. 6-15: REM-Bilder der Probe K47 an der unteren Versagenseinleitung</i>	<i>70</i>
<i>Abb. 6-16: Querschliffe der Probe K47 nach TMF-Versuch:</i>	
<i>a) und b) Risse an Grenzfläche (Sechsecke) an der Außenseite der Zugprobe,</i>	
<i>c) intakte Faser-Matrix-Anbindung in der Mitte der Probe,</i>	
<i>d) Faser-Matrix-Ablösung an der Außenseite der Probe</i>	<i>71</i>
<i>Abb. 6-17: Wärmeleitfähigkeit der MMC aus Serie 1 in Abhängigkeit von der Temperatur.....</i>	<i>73</i>
<i>Abb. 6-18: Querschliffe zweier MMC-Proben: a) MMC18 – $V_f\sim 13\%$,</i>	
<i>Lagenorientierung $0^\circ/0^\circ$ b) MMC23 – $V_f\sim 16\%$, Lagenorientierung $0^\circ/90^\circ$.....</i>	<i>74</i>
<i>Abb. 6-19: Wärmeleitfähigkeit der MMC aus Serie 2 abhängig von der Temperatur.....</i>	<i>75</i>
<i>Abb. 6-20: Gleichmäßige und ungleichmäßige Faseranordnung des MMC20</i>	<i>75</i>
<i>Abb. 6-21: Poren und Grenzflächen im MMC21 ($0^\circ/90^\circ$-Lagenorientierung).....</i>	<i>76</i>
<i>Abb. 6-22: Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur.....</i>	<i>77</i>

<i>Abb. 6-23: Querschliffe von a) MMC7-4 mit Grenzflächen bzw. Poren, b) MMC9-1 Kornwachstum über Grenzflächen, c) gleichmäßige Verteilung der Fasern im MMC11-1.....</i>	<i>78</i>
<i>Abb. 6-24: Spezifische Wärmekapazität, ermittelt aus DSC- und LFA-Messungen.....</i>	<i>80</i>
<i>Abb. 6-25: Thermischer Ausdehnungskoeffizient der MMC für verschiedene Temperaturen, mit Vergleichswerten (galv. Cu, SCS6-Faser).....</i>	<i>81</i>
<i>Abb. 6-26: Untersuchungen zu Faserbrüchen a) HIP-Probe, b) Zugprobe spanend bearbeitet und zyklert (K1-2), c) Faserbruch einer zyklerten Probe</i>	<i>84</i>
<i>Abb. 6-27: a) Verdrehung des Faserbündels in einer HIP-Kapsel, b) MMC mit Faserrissen beim Zyklieren (entnommen aus [157, 158]).....</i>	<i>85</i>
<i>Abb. 6-28: Untersuchung zu Faserbrüchen – MMC-Probe 0°/90°</i>	<i>86</i>
<i>Abb. 7-1: Querschliffe nach Thermoschocktests: a) wenige Risse in MMC11, b) viele Risse in MMC4</i>	<i>87</i>
<i>Abb. 7-2: FEM Simulation: a) Eigenspannungszustand nach dem Löten, b) Spannungsverteilung während des Wärmeflusses, c) Spannungsverteilung nach Abkühlung</i>	<i>88</i>
<i>Abb. 7-3: a) Temperaturvergleich zwischen gemessenen und berechneten Werten, b) FEM-Temperatursimulation bei 10,5 MW/m².....</i>	<i>89</i>
<i>Abb. 7-4: IR-Bilder bei 3, 8 und 10,5 MW/m² der Screening-Tests.....</i>	<i>90</i>
<i>Abb. 7-5: IR-Bilder nach 2, 40, 41 und 80 Zyklen bei 10,5 MW/m².....</i>	<i>90</i>
<i>Abb. 7-6: 80. Zyklus bei 10,5 MW/m² des Mock-up B</i>	<i>91</i>
<i>Abb. 7-7: Mock-up B – Querschliffe nach dem Wärmeflusstest.....</i>	<i>92</i>
<i>Abb. 7-8: Mock-up B – MMC an überhitztem W-Ziegel.....</i>	<i>93</i>
<i>Abb. 9-1: Technische Zeichnung des Flachziegel-Mock-ups und des Anschlusses an das Kühlsystem</i>	<i>112</i>

Tabellen

<i>Tab. 3-1: Eigenschaften der SCS6- und SCS0-Faser</i>	14
<i>Tab. 4-1: TMF-Proben</i>	34
<i>Tab. 4-2: Berechnete Wärmeleitfähigkeit auf Basis der Wärmeleitfähigkeit des Cu und der SiC-Fasern</i>	40
<i>Tab. 4-3: Proben für die Messung des Wärmeausdehnungskoeffizienten</i>	43
<i>Tab. 5-1: MMC für die Komponenten der Thermoschocktests</i>	46
<i>Tab. 5-2: Mock-ups – Zusammensetzung der MMC</i>	48
<i>Tab. 5-3: Materialdaten, Wolfram und CuCrZr und SiC bei RT und 500°C</i>	53
<i>Tab. 6-1: Zugfestigkeit, E-Modul und Bruchdehnung der Einzelfaser abhängig von V_f</i>	55
<i>Tab. 6-2: Zugfestigkeit und E-Modul der Verbundproben, abhängig von T und V_f</i>	58
<i>Tab. 6-3: E-Modul bei RT, 300°C, 550°C der TMF-Proben</i>	62
<i>Tab. 6-4: E-Modul in Abhängigkeit der Temperatur für eine Probe mit $V_f = 20\%$</i>	63
<i>Tab. 6-5: Zugfestigkeit R_m und E-Modul bei RT der MMC mit SCS0-Faser</i>	64
<i>Tab. 6-6: Zyklanzahl der TMF-Proben</i>	66
<i>Tab. 6-7: Temperaturleitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität von galvanischem Cu als Referenz</i>	72
<i>Tab. 6-8: Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit der MMC-Proben bei RT</i>	73
<i>Tab. 6-9: Temperaturleitfähigkeit a und Wärmeleitfähigkeit λ bei Raumtemperatur</i>	77
<i>Tab. 6-10: Thermischer Ausdehnungskoeffizient für verschiedene Temperaturen</i>	81

Abkürzungen

A	Querschnittsfläche
A_0	Anfangsquerschnittsfläche
BSE	Rückstreuelektronen
c_p	spezifische Wärmekapazität
CMC	Ceramic Matrix Composite – Keramik-Verbundwerkstoff
Cu	Kupfer
CVD	Chemical Vapour Deposition
d	Rohrdurchmesser
D	Deuterium
DSC	Differential Scanning Calorimetry – dynamische Differenzkalorimetrie
E	E-Modul, Elastizitätsmodul
F	Kraft
F_m	Höchstkraft
LFA	Laser Flash Apparatur
h	Wärmeübergangskoeffizient
He	Helium
l	Dicke der LFA-Probe
$l_{Faser,krit}$	kritische Faserlänge
L_0	Anfangslänge
ΔL	Längenänderung
MMC	Metal Matrix Composite – Metall-Matrix-Verbundwerkstoff
Nu	Nusseltzahl
p	Wasserdruck
PMC	Polymer Matrix Composite – Kunststoff-Verbundwerkstoff
Pr	Prandlzahl
PVD	Physical Vapour Deposition

q	Wärmequellenfunktion
\dot{q}	Wärmestromdichte
\dot{Q}	Wärmefluss, Wärmestrom
Re	Reynoldszahl
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RT	Raumtemperatur
R_e	Streckgrenze
R_m	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$	0,2% Dehngrenze
SE	Sekundärelektronen
SiC	Siliciumcarbid
$t_{0,5}$	Zeit bei Erreichen von 50% des theoretisch maximalen Temperaturanstiegs
T	Temperatur
T	Tritium
ΔT	Temperaturdifferenz
TC	Thermocouple – Thermofühler
TiC	Titancarbid
TMF	Thermo-mechanical Fatigue – Thermomechanische Ermüdung
UD	unidirektional
V_f	Faservolumenanteil
$V_{Faser,krit}$	kritischer Faservolumenanteil
V_{ges}	Gesamtvolumen
V_m	Volumenanteil der Matrix
wb	Wärmebehandlung

a	Temperaturleitfähigkeit
α	Wärmeausdehnungskoeffizient (CTE – coefficient of thermal expansion)
ε	Dehnung
ε_{ges}	Gesamtdehnung
ε_{mech}	mechanische Dehnung
ε_{th}	thermische Dehnung
λ	Wärmeleitfähigkeit
ν	Querkontraktionszahl
ν_{Wasser}	Geschwindigkeit von Wasser
ξ	Widerstandsbeiwert
ρ	Dichte
ρ_{eff}	effektive Dichte
σ	Spannung
Φ	Winkel zwischen Temperatur und Dehnungszyklus
Index 1	in Faserrichtung
Index 2	quer zur Faser
Index c	Verbundwerkstoff (composite)
Index f	Faser
Index m	Matrix

1. Einleitung

Der weltweite Energiebedarf ist in den letzten Jahren immer weiter angestiegen; der Bevölkerungszuwachs und die begrenzten fossilen Brennstoffe verschärfen die Situation. Alternative Energien, so auch die Kernfusion, bei der aus der Verschmelzung von Wasserstoffkernen Energie gewonnen wird, rücken zur Lösung der Energieversorgungsprobleme weiter ins Blickfeld [1]. Aufgrund günstiger Sicherheitseigenschaften und einer nahezu unbegrenzten weltweiten Verfügbarkeit der benötigten Grundstoffe bietet die Kernfusion eine interessante Alternative zu anderen Energiequellen [2]. Bedeutende Herausforderungen der Fusionsforschung liegen dabei vor allem auch im Bereich der Materialforschung, da die eingesetzten Werkstoffe sehr hohe Anforderungen erfüllen müssen. Dazu zählen, neben einem geringen Aktivierungspotenzial, unter anderem die Beständigkeit gegenüber Neutronenstrahlung und dem Beschuss mit hochenergetischen Teilchen, dem das plasmabelastete Wandmaterial (PFM: Plasma Facing Material) ausgesetzt ist, sowie die Fähigkeit, hohe Wärmeflüsse effektiv in den Kühlkreislauf abzuführen (Wärmesenke) [3, 4]. Seit Anfang der 50iger Jahre wurde die Fusionsforschung Schritt für Schritt dem Ziel eines kommerziellen Fusionskraftwerks zur Stromerzeugung näher gebracht. Zu diesem Zweck befassen sich verschiedene Fusionsexperimente (ASDEX Upgrade, JET) mit der Untersuchung der physikalischen und technischen Grundprinzipien, z. B. Reinhaltung des Plasmas, Heizung, Wärmeisolation, Plasmaeigenschaften und Materialien. Die nächste Herausforderung und ein weiterer Schritt in Richtung Kraftwerk ist der Bau des Fusionsexperiments ITER in Cadarache (Frankreich). Mit diesem Experiment, die erwartete Fertigstellung ist 2018, soll der „Break-Even“-Punkt, ab dem mehr Energie erzeugt wird als für die Aufrechterhaltung der Fusion nötig ist, überschritten und eine Leistungsverstärkung Q von 10 erzielt werden [5]. Aufbauend auf den Ergebnissen bisheriger Fusionsexperimente, allen voran ITER, befindet sich das erste Fusionskraftwerk DEMO bereits in Planung (Stromerzeugung ab ~2035) und gilt als letzter Schritt auf dem Weg zu einem kommerziellen Kraftwerk, mit dem ab Mitte des Jahrhunderts gerechnet wird [6].

Während des Fusionsprozesses verschmelzen die Wasserstoffisotope Deuterium (D) und Tritium (T) zu Helium (He). Zusätzlich entsteht ein Neutron und eine Energiemenge von ~17,5 MeV [7]:



Das Deuterium-Tritium-Plasma mit einer Temperatur von ~100 Mio. °C ist in dem Torusgefäß magnetisch eingeschlossen [2]. Das plasmabelastete Wandmaterial des Torusgefäßes kommt in direkten Kontakt mit hochenergetischen Teilchen und Neutronenstrahlung. Dabei ist der Divertor, der sich im unteren Teil des Torusgefäßes befindet, den höchsten Wärmeflüssen ausgesetzt (vgl. Abb. 1-1). Bei DEMO treten Wärmeflüsse von 15-20 MW/m² auf [8, 9]. Die Hauptaufgabe des Divertors, der aus mehreren Komponenten – dem „Dome“, den „Inner und Outer Vertical Targets“ – besteht, liegt in der Abfuhr der Wärmeleistung und in der Beseitigung der „Fusionsasche“ (Helium, unverbranntes Deuterium, Tritium sowie Verunreinigungen) aus dem Fusionsplasma [9-12]. Etwa 15-20% der gesamten

Wärmeleistung des Plasmas wird im Bereich des Divertors abgeführt [13-15]. Aufgrund der hohen auftretenden Belastungen und Anforderungen (thermomechanische, physikalische und chemische Anforderungen, Aktivierung der Materialien, Erosion, Herstellung, Kosten, Sicherheitsfragen, usw.) ist die Auswahl an geeigneten Materialien sehr begrenzt [16-19].

Abb. 1-1 zeigt das geplante Demonstrationskraftwerk DEMO sowie den Aufbau eines Divertors.

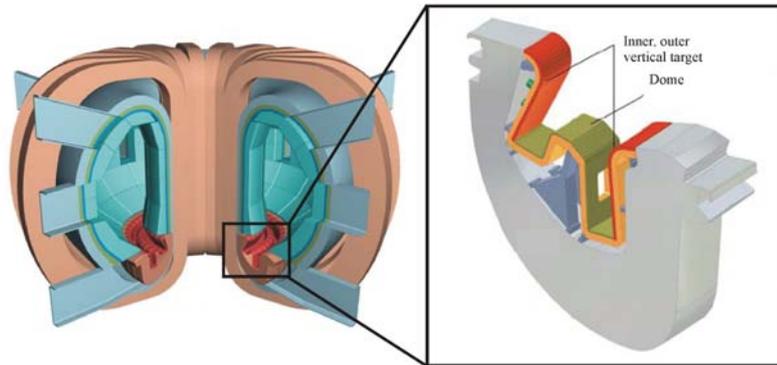


Abb. 1-1: DEMO und Aufbau eines Divertors (entnommen aus [20])

Die Wärme muss effizient über das plasmabelastete Wandmaterial und die Wärmesenke in den Kühlkreislauf zur Energienutzung abgeführt werden [20]. Dazu stehen mehrere Konzepte zur Verfügung, beispielsweise das wassergekühlte Flachziegel-Modell nach dem ITER-Design oder der Monoblock [16], bei denen das plasmabelastete Wandmaterial an einer Fügestelle (z. B. durch Lötung) mit der Wärmesenke verbunden ist (vgl. Abb. 1-2) [10, 21-24]. Bei dem Monoblock-Design besteht das Kühlrohr aus dem Wärmesenkenmaterial und wird von dem PFM umschlossen [15]. Dadurch wird eine sehr hohe Festigkeit, ein gutes thermisches Ermüdungsverhalten und eine große Toleranz an der Fügestelle zwischen den Materialien erzielt [8, 25, 26]. Das in dieser Arbeit verwendete Flachziegel-Konzept besteht aus Wolfram als PFM und dem sehr gut wärmeleitfähigen Material CuCrZr als Wärmesenke, welche mit einem Kühlkanal versehen wird (Abb. 1-2).

Im Gegensatz zu ITER, bei dem eine Kühlmitteltemperatur von 150°C vorliegt, soll die Kühlmitteltemperatur bei DEMO auf ~300°C gesteigert werden, um die Effizienz des Reaktors zu erhöhen. Dies hat eine Temperatur von ~550°C an der Grenzfläche zwischen plasmabelastetem Wandmaterial und Wärmesenke zur Folge [27]. Die Einsatztemperatur des verwendeten ausscheidungsgehärteten CuCrZr ist allerdings auf 350°C beschränkt, da bei höheren Temperaturen ein Alterungsprozess und damit eine Festigkeitsreduzierung einsetzen [18, 28-35]. Durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der Materialien W und CuCrZr und den starken Temperaturgradienten entstehen an der Grenzfläche PFM/Wärmesenke große thermisch induzierte Spannungen. Aufgrund dessen wird eine Verstärkung der Grenzfläche PFM/Wärmesenke erforderlich [36-38]. Eine Möglichkeit, den kritischen Bereich zu verstärken, liegt in dem Einbau eines ~2-3 mm dicken Metall-Matrix-Verbundwerkstoffs (MMC), bestehend aus einer Kupfer-Matrix und Siliciumcarbidfasern (SiC-Fasern) [29, 39-42]. Die Eigenschaften verschiedener Werkstoffe im Bezug auf die

Anwendbarkeit in der Fusion und im Divertor wurde in [43] dargestellt. In Abb. 1-2 ist das Flachziegel-Design, ein aktiv gekühlter Flachziegel-Mock-up, veranschaulicht.

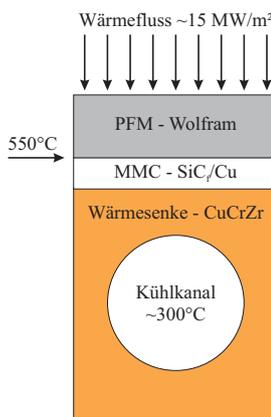


Abb. 1-2: Schematische Darstellung des Flachziegel-Designs

Das Einbetten der auch bei extremen Temperaturen hochfesten SiC-Fasern – SiC_f/SiC wird auch als Strukturmaterial in Fusionsreaktoren diskutiert [44-50] – soll eine Festigkeitssteigerung des Matrixmaterials Kupfer (Cu) bewirken, um die großen thermisch induzierten Spannungen aufgrund des Temperaturgradienten und der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten aufnehmen zu können. Bei Raumtemperatur und 300°C ist eine Festigkeit von mindestens 300 MPa gefordert. Gleichzeitig muss zur Abführung der auftretenden Wärmelasten vom PFM in den Kühlkreislauf, eine hohe Wärmeleitfähigkeit des MMC von $\sim 200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ gewährleistet werden. Deshalb wurde Cu als Matrix-Material gewählt.

Ziel und Strategie der Arbeit

In Vorarbeiten von Köck und Popescu [43, 51] wurde die Faser-Matrix-Anbindung des Materials SiC_f/Cu entwickelt, um eine sehr gute Haftung zwischen Matrix und Faser zu erzielen.

Das Ziel dieser Arbeit ist die Synthese, die makro-/mikroskopische Charakterisierung und die Weiterentwicklung eines SiC_f/Cu-MMC als Wärmesenkenmaterial für wassergekühlte Flachziegel-Divertor-Komponenten (Flachziegel-Mock-ups) zukünftiger Fusionskraftwerke, wie z. B. DEMO. Die Charakterisierung erfolgt im Hinblick auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften. Dabei stehen folgenden Kernfragen im Mittelpunkt:

- Wie lassen sich geeignete MMC-Proben herstellen, insbesondere flache mehrlagige MMC-Proben, die für die Bestimmung der thermischen Eigenschaften senkrecht zur Faserrichtung und für den Aufbau einer MMC-Zwischenschicht notwendig sind?
- Welche Einflüsse haben Faservolumenanteil, Temperatur und Faser-Matrix-Haftung auf das Festigkeitsverhalten des SiC_f/Cu-MMC? Wie ist das thermomechanische Ermüdungsverhalten des MMC? Ist die Festigkeit der Cu-Matrix durch Einbringen von SiC-Fasern im Hinblick auf die Anforderungen (Festigkeit 300 MPa) bei einem Einsatz als Wärmesenkenmaterial bei DEMO ausreichend?

- Welchen Einfluss hat das Einbringen der SiC-Fasern in die Cu-Matrix auf die thermischen Eigenschaften des MMC, insbesondere auf die Wärmeleitfähigkeit und die Wärmeausdehnung? Wird eine Wärmeleitfähigkeit des MMC von $\sim 200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ erzielt?
- Wie verhält sich ein Flachziegel-Mock-up mit MMC-Zwischenschicht unter Wärmelast? Ist das Material SiC_f/Cu für Fusionsanwendungen geeignet, auch bei Temperaturen von 550°C?

Aufbauend auf der mechanischen und thermischen Eigenschaftsbestimmung des Werkstoffs SiC_f/Cu soll ein hinsichtlich Festigkeit und Wärmeleitfähigkeit geeignetes MMC ausgewählt, hergestellt und anschließend als MMC-Zwischenschicht in einen Flachziegel-Mock-up nach ITER-Design zwischen PFM und Wärmesenke eingebracht werden. Anschließend soll das Verhalten der MMC-Zwischenschicht innerhalb dieser Prototypen unter Wärmelast und die Eignung bzw. die Anwendbarkeit des Materials für den Einsatz in einer Divertor-Komponente untersucht werden.

In Abb. 1-3 ist die Strategie der Arbeit dargestellt.

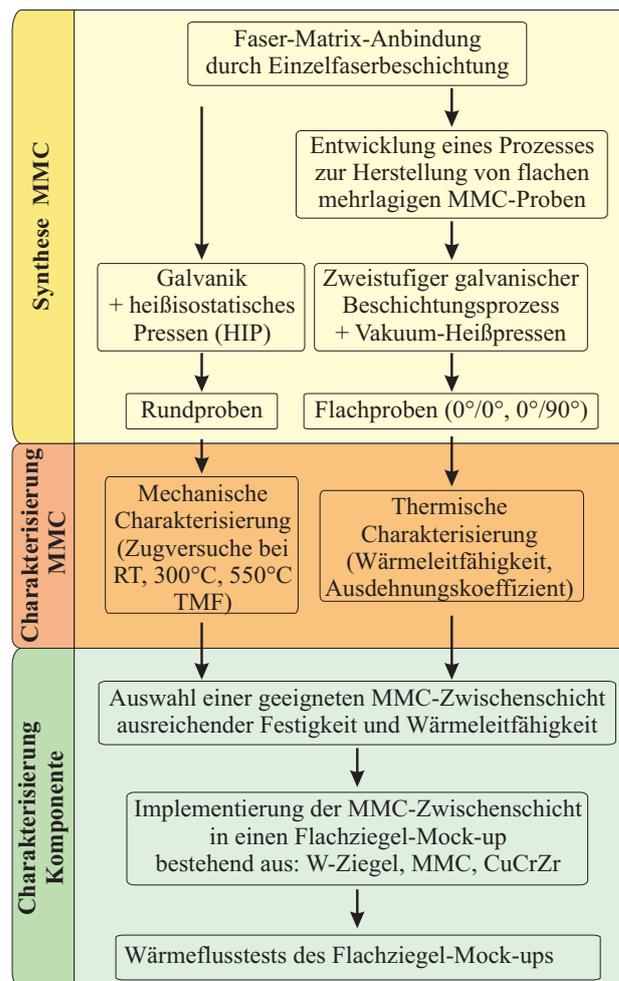


Abb. 1-3: Strategie der Arbeit

2. Grundlagen und Stand der Technik

2.1 Verbundwerkstoff

Ein Verbundwerkstoff ist ein Struktur- oder Funktionsmaterial, das mindestens aus zwei oder aus mehreren Komponenten besteht, bei dem das mechanische Verhalten des Gesamtwerkstoffs besser als das der einzelnen Komponenten ist. Dabei wird ein Material als Verstärkungselement bezeichnet, das in einem zweiten Material, der sogenannten Matrix, eingebettet ist [52, 53]. Es gibt verschiedene Arten von Verbundwerkstoffen. Die Spanne reicht von kohlefaserverstärktem Kunststoff, der beispielsweise in der Luft- und Raumfahrt oder bei Sportgeräten eine große Rolle spielt, bis hin zu biologischen und natürlichen Materialien wie z. B. Knochen und Holz [52, 54].

2.1.1 Grundlagen und Einteilung

Die Verbundwerkstoffe (Komposite) werden anhand der Matrix in drei Hauptklassen unterteilt [54]. Verbundwerkstoffe mit:

- Kunststoffmatrix (PMC - Polymer Matrix Composite)
- Keramikmatrix (CMC - Ceramic Matrix Composite)
- Metallmatrix (MMC - Metal Matrix Composite)

Als Verstärkungselemente der Matrix werden Fasern und Partikel eingesetzt. Wird die Matrix mit Fasern (Kurzfasern, Langfasern) verstärkt, wird der Werkstoff als Faserverbundwerkstoff bezeichnet [52, 53]. Eine Übersicht über die Klassifizierung der Verbundwerkstoffe zeigt Daniel [55].

Zu den Vorteilen von Verbundwerkstoffen gegenüber konventionellen Materialien zählen [52]:

- hohe Festigkeit und Steifigkeit im Vergleich zur Dichte
- hohe Ermüdungsfestigkeit und Schlagfestigkeit
- Korrosionsbeständigkeit
- hohe Wärmeleitfähigkeit

Meistens können nur gezielte Materialkombinationen die an das Bauteil gestellten Anforderungen erfüllen. Um also ein gewünschtes Eigenschaftsspektrum zu erzielen, das von jeder einzelnen Komponente nicht erreicht werden kann, werden geeignete Werkstoffe mit zweckmäßiger räumlicher Verteilung miteinander kombiniert [56]. Die Kombination verschiedener Materialien kann zu einer starken Orts- und Richtungsabhängigkeit führen, d.h. zu einer Anisotropie der Eigenschaften, insbesondere bei Faserverbundwerkstoffen. Das hat zur Folge, dass z. B. die Festigkeit quer zur Faserrichtung in Faserverbundwerkstoffen deutlich geringer ist als in Faserrichtung [52, 57, 58]. Die Eigenschaften eines Verbundwerkstoffs hängen also von den einzelnen Materialien, von der geometrischen

Verteilung und von der Wechselbeziehung der einzelnen Materialien ab [53]. Das mechanische Verhalten eines Faserverbundwerkstoffs wird durch die Faser, die Matrix und die Faser-Matrix-Grenzfläche beeinflusst [52, 54, 59]. Dabei gilt in erster Näherung für die Festigkeit eines Komposits die lineare Mischungsregel:

$$\sigma_c = V_f \cdot \sigma_f + (1 - V_f) \cdot \sigma_m \quad (2-1)$$

Die Spannung des Verbundwerkstoffs σ_c ist das Produkt aus der Spannung der Faser σ_f multipliziert mit ihrem Faservolumenanteil V_f und der Spannung der Matrix σ_m multipliziert mit dem Volumenanteil der Matrix $V_m = 1 - V_f$. Das bedeutet, dass für eine kontinuierliche Faserverstärkung und bei einem Faservolumenanteil von 100% die Zugfestigkeit des Komposits theoretisch der Zugfestigkeit der Faser entspricht. Um die lineare Mischungsregel anwenden zu können, wird von einer idealen Haftung zwischen Faser und Matrix, einer exakten Faserausrichtung und einer gleichmäßigen Faserverteilung ausgegangen. Näheres hierzu ist in [35, 60, 61] beschrieben. Weitere Einzelheiten zur linearen Mischungsregel sind beim Zugversuch in Kapitel 4.2.1 dargestellt.

Nachteilig bei Faserverbundwerkstoffen sind oft die hohen Kosten bei der Herstellung [54]. In [43] wird auf verschiedene mögliche Herstellungsverfahren eines Verbundwerkstoffs eingegangen. Die verschiedenen Verfahren können grob in zwei Gruppen eingeteilt werden. Zu der Herstellung über eine Flüssigphase werden beispielsweise die Verfahren Sprühabscheidung und Schmelzinfiltration gezählt. Bei den Verfahren „Diffusion Bonding“ (Festkörperdiffusion), Pulvermetallurgie und Einzelfaserbeschichtung handelt es sich hingegen um eine Verbundwerkstoffherstellung aus Feststoffen. Nähere Informationen zu den einzelnen Verfahren werden in [43, 54, 58, 62] gegeben. In dieser Arbeit wird bei der Einzelfaserbeschichtung [63] ein PVD-Prozess (physical vapour deposition) und ein galvanischer Prozess (in Teilbereichen neu entwickelt) zum Aufbringen der Matrix mit einem anschließenden Konsolidierungsprozess (z. B. heiß-isostatisches Pressen) verwendet. Durch dieses Verfahren können Verbundwerkstoffe aus verschiedensten Materialien mit einer sehr gleichmäßigen Faserverteilung hergestellt werden. Als Nachteile sind die hohen Kosten des PVD-Prozesses und die langen Produktionszeiten zu nennen. In Kapitel 3 ist der Herstellungsprozess für die Materialkombination SiC_f/Cu im Einzelnen beschrieben.

2.1.2 Metallmatrix

MMC sind Verbundwerkstoffe mit einer metallischen, meist duktilen und isotropen Matrix [54]. Beispielsweise werden Aluminium-, Titan-, Magnesium- und Kupferlegierungen verwendet. Metallmatrix-Verbundwerkstoffe können sehr viel temperaturbeständiger als unverstärkte Legierungen sein [57]. Dadurch werden sie vor allem bei Hochtemperaturanwendungen, z. B. im Automobilbau (Motor) sowie in der Raumfahrt (Space Shuttles) eingesetzt [52, 59, 64]. Als weitere Vorteile gegenüber unverstärkten Legierungen sind die im Allgemeinen bessere Schwingfestigkeit, höhere Ermüdungsfestigkeit und höhere spezifische mechanische Eigenschaften zu nennen [65]. Kupfer wird als Matrixmaterial oft in Niob-basierten Supraleitern verwendet. Des Weiteren werden Cu-basierte Verbundwerkstoffe mit

einer diskontinuierlichen zweiten Phase (z. B. Nb, Cr) für Anwendungen eingesetzt, bei denen eine hohe Wärmeleitfähigkeit und eine hohe Festigkeit erforderlich sind [58].

Ebenso können thermische und mechanische Behandlungen die Mikrostruktur der Matrix ändern und die Eigenschaften des MMC beeinflussen [54]. Es lassen sich hohe Festigkeiten und Steifigkeiten, hohe Bruchdehnung, hohe Riss- und Schlagzähigkeit und eine hohe elektrische und thermische Leitfähigkeit erzielen [57].

Die Matrix hat im Vergleich zu den Fasern oft eine geringe mechanische Festigkeit. Bei MMC wird meist eine duktile Matrix mit festen, harten Fasern kombiniert [59]. Die Fasern dienen dabei als Verstärkungselement der Matrix. Diese hat wiederum die Aufgabe, die Fasern an ihrer Position zu halten und die Kraft von einer in die nächste Faser zu übertragen. Diese Kraftübertragung zwischen den einzelnen Fasern ist eine der Hauptaufgaben der Matrix. Die Kraft wird an der Grenzfläche Faser/Matrix von der Matrix durch Schubkräfte auf die Faser weitergeleitet [65]. Des Weiteren schützt die Matrix die Fasern vor Umwelteinflüssen und vor Schäden durch Handhabung. So beeinflusst trotz teilweise ungünstigerer mechanischer Eigenschaften die Matrix die Eigenschaften des Komposits, z. B. Steifigkeit und Festigkeit quer zur Faser, Scher- und Druckfestigkeit, Wärmeausdehnungskoeffizient, Wärmeleitung, Hitzebeständigkeit und die Ermüdungsfestigkeit. Die Schadenstoleranz des Komposits wird bei einer duktilen Matrix hauptsächlich durch ihre Elastizität erreicht [60].

In dieser Arbeit wird eine Kupfer-Matrix verwendet, da Kupfer die geforderte Wärmeleitfähigkeit besitzt und andere Materialien z. B. Silber und Aluminium für Fusionsanwendungen nicht geeignet sind. Je nach Reinheit und Legierungsbestandteilen erreicht Kupfer bei Raumtemperatur eine Wärmeleitfähigkeit von bis zu $393 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ [66]. Kupfer hat eine kubisch flächenzentrierte Struktur und ist einfach zu bearbeiten [58]. In [43] sind verschiedene Matrix-Materialien und auch die Gründe für die Wahl einer Kupfermatrix näher dargestellt.

2.1.3 Faserverstärkung

In Faserverbundwerkstoffen werden sowohl Kurz- als auch Langfasern verwendet. Es gibt viele verschiedene Fasern, zum Beispiel Kohlenstofffasern, Glasfasern, Borfasern, Siliciumcarbidfasern (SiC-Fasern) bis hin zu Naturfasern wie Hanf und Flachs [52, 57]. Typische Fasern für Metallmatrizen sind Kohlenstofffasern und Siliciumcarbidfasern [52]. In dieser Arbeit wurden Siliciumcarbidfasern als Verstärkungselement für die Kupfermatrix ausgewählt. Die Vorteile dieses Fasertyps gegenüber anderen Faserarten sind in [43] beschrieben. Neben einer hohen Steifigkeit, Festigkeit und Kriechbeständigkeit besitzen Siliciumcarbidfasern vor allem auch eine hohe thermische Stabilität und Temperaturfestigkeit [54, 58, 67], die sie für den Einsatz als Wärmesenkenmaterial in einem Fusionsreaktor interessant machen. Die induzierte Radioaktivität ist bei Siliciumcarbid sehr gering, und das Schwellen des Werkstoffs nimmt mit zunehmender Temperatur stark ab [47, 50, 68, 69]. Zusätzlich wird die Bruchfestigkeit von mit dem CVD-Verfahren (chemical vapour deposition) hergestellten Siliciumcarbid erst ab einer Neutronenstrahlung von über $3 \cdot 10^{25} \text{ n/m}^2$ deutlich reduziert [43, 70]. Die Wärmeleitfähigkeit von SiC ist abhängig von der

Mikrostruktur und variiert bei Raumtemperatur von $1 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (z. B. nanokristalline Fasern) bis hin zu $490 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ für hochreine Einkristallfasern [68].

Siliciumcarbidfasern werden entweder über ein CVD-Verfahren (z. B. SCS6, Specialty Materials) oder über einen polymerbasierten Prozess (z. B. Nicalon, Nippon Carbon) hergestellt. Mit dem CVD-Verfahren können derzeit nur große Durchmesser erzielt werden, die Fasern (beispielsweise SCS6) besitzen durch die β -SiC Struktur eine große thermomechanische Stabilität. Kleinere Faserdurchmesser sind über polymerbasierte Prozesse herzustellen [58].

Die Faser, das Verstärkungselement, trägt die Hauptlast des Komposits [60] und hat einen erheblichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Allen voran ist das Fasermaterial zu nennen, das die grundsätzlichen Eigenschaften der Faser und somit auch des Verbundwerkstoffs vorgibt. Zu beachten ist, dass die Zugfestigkeit der keramischen Faser einem großen Streubereich unterliegt, d.h. die Faserfestigkeit variiert von Stelle zu Stelle der Faser und von Faser zu Faser [55]. Des Weiteren spielt die Faserorientierung eine entscheidende Rolle, da vor allem die Fasern zu einer hohen Steifigkeit und Festigkeit des Verbundwerkstoffs beitragen. Durch eine geeignete Anordnung der Fasern bzw. der unidirektionalen Faserlagen (UD-Faserlagen), beispielsweise eine $0^\circ/90^\circ$ -Orientierung, können Verbundwerkstoffe mit gezielten bzw. gerichteten Eigenschaften hergestellt werden. Ein weiterer Punkt betrifft die Länge der Fasern. Langfasern sind einfach zu orientieren und dimensionsstabil, während Kurzfasern kostengünstig und einfach in der Handhabung sind. Zudem haben sie weniger Defekte. Bei Kurzfasern gestalten sich eine Orientierung und damit eine gerichtete Festigkeitssteigerung schwierig. Die Form der Fasern spielt ebenso eine Rolle. Heutzutage werden aufgrund der einfacheren Handhabung und Herstellung meistens kreisrunde Fasern verwendet.

Bei faserverstärkten Werkstoffen wird ausgenutzt, dass Werkstoffe in Faserform eine höhere Festigkeit als in kompakter Form besitzen, und zwar umso höher, je dünner der Faserdurchmesser ist. Dieser Effekt, auch als „Faserparadoxon“ bekannt, beruht auf einer geringeren Defektdichte mit abnehmendem Faserdurchmesser [52, 60, 61]. Damit bei idealer Haftung die Faserfestigkeit voll ausgenutzt werden kann, muss ferner die Faserlänge betrachtet werden. Erst ab einer bestimmten kritischen Faserlänge $l_{Faser, krit}$ kommt es zu einem Verstärkungseffekt. Die Faser würde sonst ohne Bruch aus der Matrix herausgezogen. Bei zunehmender Belastung brechen beispielsweise spröde Fasern genau mit einer Länge, die der kritischen Faserlänge entspricht. Ebenso gibt es bei Faserverbundwerkstoffen einen kritischen Faservolumenanteil $V_{Faser, krit}$. Erst ab diesem Wert gilt die lineare Mischungsregel (vgl. Kapitel 4.2.1).

2.1.4 Faser-Matrix-Grenzfläche

Die Eigenschaften von MMC werden außer durch die Materialkombination an sich (Faser/Matrix) vor allem durch eine gute Haftung zwischen Faser und Matrix bestimmt, d.h. die Grenzfläche spielt eine entscheidende Rolle [57, 58].

Die Haftung zwischen Faser und Matrix ist ein wichtiger Aspekt für das Verhalten eines Verbundwerkstoffs. Sie bestimmt, wie gut die Matrix die Kraft in die Fasern leiten kann. Es

existieren verschiedene Formen der Haftung zwischen Faser und Matrix [58]. Je nach Material kann eine chemische Bindung zwischen Faser und Matrix auftreten. Teilweise werden Haftvermittler eingesetzt, um eine chemische Bindung zu erzielen. Durch Rauigkeit der Oberflächen oder Ätzprozesse kann es zu einer mechanischen Verbindung kommen. Ist der Wärmeausdehnungskoeffizient der Matrix deutlich höher als der der Faser, und sind die Herstellungstemperaturen höher als die Einsatztemperaturen, kann dies durch die größere Schrumpfung der Matrix ebenfalls zu einer mechanischen Verzahnung führen. Beispielsweise wurde in [71] das Grenzflächenverhalten für die Materialkomponente Wolframfaserverstärktes Kupfer näher untersucht und optimiert. Beim Reaktionsbinden, bei dem Diffusion zwischen den Materialien stattfindet, wird oft eine sogenannte Interphase mit von Faser und Matrix unterschiedlichen Eigenschaften gebildet. Diese Interphase trägt zu einer guten Haftung zwischen Faser und Matrix bei. Es können aber auch Mikrorisse entstehen, die die Festigkeit der Faser und damit auch des Komposits herabsetzen (vgl. [43]).

Im Allgemeinen ist eine sehr gute Haftung zwischen Faser und Matrix notwendig, damit die Matrix ihre Aufgabe als Kraftüberträger wahrnehmen kann und gute mechanische Eigenschaften eines Verbundwerkstoffs erzielt werden. Ist keine Verbindung zwischen Faser und Matrix vorhanden, verhält sich der Komposit wie ein Faserbündel [62]. „Bei den Faserverbundwerkstoffen mit duktiler Matrix soll die Faserverstärkung eine Festigkeits- und Steifigkeitserhöhung sowie bessere thermomechanische Eigenschaften gegenüber dem reinen Matrixmaterial bewirken. Dies erfordert eine gute Faser-Matrix-Haftung“ [60]. In manchen Fällen kann eine Reduzierung der Haftung von Vorteil sein, damit Risse an der Grenzfläche abgeleitet werden, also ein Risswachstum durch die Fasern vermieden wird. Dabei wird durch Grenzflächenablösung, Faserbruch und Faser-Pullout Energie absorbiert und die Rissausbreitung vermindert [59]. Der Effekt einer schwachen Grenzfläche wird bei keramischen Faserverbundwerkstoffen (CMC) angewendet, um eine Schadenstoleranz, also ein quasiduktilen Verhalten, zu erzielen. Für den MMC-Verbund SiC/CuCrZr mit einer Ti-Zwischenschicht wird dieser Effekt auch von Peters [33, 35] beschrieben. Risse in der Matrix können durch intakte Fasern überbrückt werden, da die Risse an der Faseroberfläche abgezweigt werden. Ein Risswachstum kann so verlangsamt bzw. sogar gestoppt werden. Suresh [62] beschreibt, dass das Fließen der Matrix an einem Riss der Faser zu einem Spannungsabbau führt und weiterem Versagen benachbarter Fasern vorgebeugt wird.

2.2 Versagensmechanismen eines Verbundwerkstoffs

Da ein Verbundwerkstoff aus mindestens zwei Komponenten besteht, können viele verschiedene Versagensmechanismen auftreten. Die gängigsten sind hier kurz dargestellt [53, 57]. In einer unidirektionalen (UD) Schicht kann es zu folgenden Versagensformen kommen:

- Faserbruch
- transversaler Riss der Matrix
- longitudinaler Riss der Matrix
- Versagen (Ablösung) der Faser-Matrix-Grenzfläche

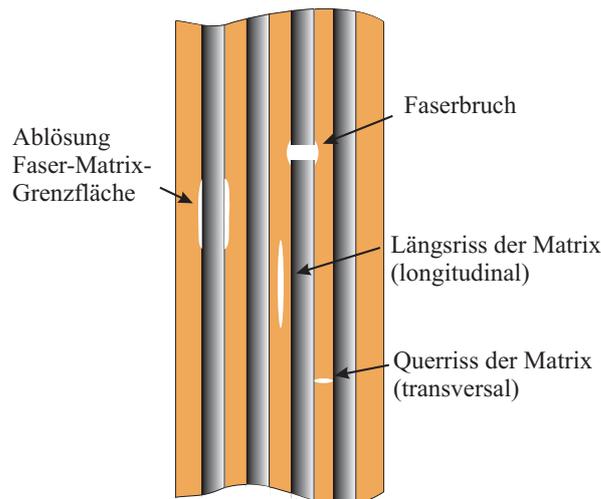


Abb. 2-1: Versagensmechanismen eines UD-Verbundwerkstoffs

Unter Zugbelastung reißen Fasern, wenn die Zugspannung oberhalb der Zugfestigkeit der Faser liegt. Durch Fehlstellen wird die Faserzugfestigkeit herabgesetzt. Reißt eine Faser, wird dieser Lastanteil durch Schubbeanspruchung in einem Komposit an andere Fasern übertragen. Ist durch diese Spannungserhöhung ihre maximale Festigkeit ebenfalls erreicht, kann es zu einem Versagen weiterer Fasern und zu einer Kettenreaktion kommen. Der weitere Versagensverlauf nach einem Faserbruch hängt von der Bruchspannung der Fasern, von den Eigenschaften der Faser-Matrix-Grenzfläche und von der Fähigkeit der Matrix ab, die freigesetzte Energie zu absorbieren. Ein Schubbruch, ein Quer- und Längsriss der Matrix und ein Ablösen der Faser-Matrix-Grenzfläche können die Folge sein. Bei einer Zugbelastung quer zur Faserrichtung können ein reines Matrixversagen oder auch ein Versagen der Verbindung zwischen Matrix und Faser auftreten. In seltenen Fällen werden Fasern quer zu ihrer Längsrichtung aufgerissen. Bei Druckbelastungen quer zur Faserrichtung können Gleitbrüche in der Matrix oder an der Grenzfläche Faser/Matrix, meist unter 45° , auftreten. Bei einer guten Haftung sind örtliches Knicken, Schubbruch und Querkzug bei longitudinaler Druckbelastung die Folge. Dabei knicken Fasern mit einem großen Faserdurchmesser nicht so leicht wie dünne Fasern [54].

Bei einer zweiachsigen Beanspruchung werden verschiedene Pauschalbruchkriterien, die von isotropen Werkstoffen abgeleitet wurden, angewendet. Dazu gehören die Hypothese der maximalen Spannung, die Hypothese der maximalen Dehnung und die Gestaltänderungshypothese (auch bekannt als Tsai-Hill-Kriterium). Als eine weitere Bruchhypothese ist noch das physikalisch begründete Bruchkriterium nach Puck zu nennen. Nähere Informationen werden in [54, 57] gegeben.

Bei einem Komplettversagen eines UD-Verbundmaterials treten meistens mehrere Versagensmechanismen gleichzeitig auf. Der Beginn und auch der weitere Verlauf, z. B. eine Rissausbreitung, hängen dabei von den Eigenschaften der Faser, der Matrix, der Faser-Matrix-Grenzfläche, des Faservolumenanteils und natürlich von der eingebrachten Belastung ab.

Bruchverhalten ganzer Lamine

Neben den bereits beschriebenen Versagensmechanismen – Matrixriss, Faserbruch und Faser-Matrix-Ablösung – kann es auch zu einem Versagen zwischen einzelnen UD-Schichten kommen. Das Versagen der Verbindung zwischen Einzelschichten wird als Delamination bezeichnet und tritt auf, wenn die Schubbeanspruchung die interlaminare Scherfestigkeit oder Schubfestigkeit überschreitet. Delamination kann auch bei einer Normalbeanspruchung senkrecht zur Verbindung Faser/Matrix auftreten, wenn die Beanspruchung die sogenannte Schälfestigkeit überschreitet. Versagt eine UD-Schicht innerhalb eines Komposits, so folgt eine Lastumlagerung auf die noch intakten UD-Schichten, solange diese noch nicht ihre Versagensgrenze erreicht haben. Durch diese Lastumlagerung wird auch von einer gewissen „Schadenstoleranz bei Verbundwerkstoffen“ gesprochen.

Zu beachten ist, dass das Festigkeitsverhalten faserverstärkter Werkstoffe darüber hinaus von weiteren Faktoren, z. B. der Temperatur, abhängt. Aufgrund der bei der Herstellung oft benötigten höheren Temperaturen führen die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Werkstoffe bei der Abkühlung zu Eigenspannungen innerhalb des Komposits. Auch unterschiedliche Einsatztemperaturen haben einen Einfluss auf das Festigkeitsverhalten. So nimmt die Festigkeit bei höherer Einsatztemperatur ab, je näher sie sich dem Erweichungspunkt der Matrix annähert.

Für weitere oder detaillierte Informationen zu Versagensmechanismen und Bruchmechanik wird auf Literatur [52-58, 62] verwiesen.

2.3 Grundlagen der Wärmeübertragung

Im Allgemeinen kann die Wärmeübertragung in folgende drei Arten gegliedert werden [72]:

- Konvektion – Wärmetransport erfolgt von einer Oberfläche auf ein strömendes Fluid (Flüssigkeit oder Gas)
- Strahlung – Wärme wird über elektromagnetische Wellen transportiert
- Wärmeleitung – Wärme wird über Gitterschwingungen (Phononen), kinetische Interaktion zwischen Atomen oder bei Metallen über freie Elektronen übertragen

Konvektion

Ein Beispiel für eine Wärmeübertragung mittels Konvektion ist eine wassergekühlte Kupferleitung durch den äußeren Mantel eines Ofens oder einer Wandkomponente. Die Wärme wird durch Konvektion kontinuierlich an das Wasser abgegeben und dadurch abgeführt [72].

Für den Wärmefluss \dot{Q} [W] gilt das Fouriersche Gesetz bzw. der Newton'sche Ansatz:

$$\dot{Q} = h \cdot A \cdot (T_w - T_\infty) \quad (2-2)$$

T_w ist die Temperatur an der inneren Wand des Rohrs, T_∞ die des strömenden Fluids, h der Wärmeübergangskoeffizient und A die Fläche.

Strahlung

Wärmestrahlung ist ein Mechanismus zum Transport von Wärme durch elektromagnetische Wellen. Dabei ist kein Medium zum Transport erforderlich, d.h. die Wärme kann auch durch Vakuum transportiert werden. Wärmestrahlung wird beispielsweise bei der berührungslosen Temperaturmessung genutzt, da jeder Körper oberhalb des absoluten Nullpunktes (0 K) elektromagnetische Strahlung aussendet. Als wichtige physikalische Gesetze sind das Planck'sche Gesetz, das Wien'sche Verschiebungsgesetz, das Stefan-Boltzmann'sche Strahlungsgesetz und das Kirchhoff'sche Gesetz zu nennen [72]. In [73] sind die Gesetzmäßigkeiten im Hinblick auf die Temperaturmessung hinreichend zusammengefasst.

Eine wichtige Rolle bei der berührungslosen Temperaturmessung (IR-Thermometrie) spielt der Emissionskoeffizient. Dieser ist von der Temperatur, der Oberflächenbeschaffenheit, der Wellenlänge und dem Material abhängig [74, 75].

Wärmeleitung

Die Wärmeleitung in Materialien wird durch freie Elektronen und Phononen bestimmt. Der Wärmefluss in einem Material ist proportional zu einem Temperaturgradienten, d.h. er ist ein Resultat einer Temperaturdifferenz (Fourier'sches Gesetz):

$$\dot{Q} = -\lambda \cdot A \frac{dT}{dx} \quad (2-3)$$

mit dem Wärmefluss \dot{Q} , der Querschnittsfläche A , der Wärmeleitfähigkeit λ und dem Temperaturgradienten $\frac{dT}{dx}$. Das Fourier'sche Gesetz gilt bei einem stationärem Zustand und einem eindimensionalen Wärmetransport [72, 76].

Die Wärmeleitfähigkeit in Verbindung mit der Temperatur ist stark materialabhängig [72]. Die gute Wärmeleitfähigkeit von Metallen ist auf die gute Beweglichkeit von vorhandenen Elektronen zurückzuführen. Mit zunehmender Temperatur nimmt die Wärmeleitfähigkeit ab. Das bedeutet, dass andere Wärmetransportmechanismen, z. B. Weitergabe des Impulses von Wärmeschwingungen, eine eher untergeordnete Rolle spielen [77]. In [72] wird die Abnahme der Wärmeleitfähigkeit bei Metallen durch die zunehmende Elektron-Elektron-Streuung bei steigender Temperatur erklärt. Die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit wird in Kapitel 4.3.1 genauer beschrieben.

3. Synthese des Metall-Matrix-Verbundwerkstoffs (MMC)

Der SiC_f/Cu-Verbundwerkstoff besteht aus Siliciumcarbidfasern, die in einer galvanischen Kupfermatrix eingebettet werden. Die verwendeten Siliciumcarbidfasern wurden nach dem Aufbringen einer Zwischenschicht mit einer galvanischen Kupferschicht beschichtet und konsolidiert, um einen Verbundwerkstoff herzustellen. Die detaillierte Herstellung des MMC-Verbundwerkstoffs ist in den folgenden Abschnitten beschrieben.

3.1 SiC-Fasern

Es wurden zwei unterschiedliche, kommerziell erhältliche Siliciumcarbidfasern des Herstellers Specialty Materials Inc. (Lowell, USA) untersucht. Der in dieser Arbeit hauptsächlich verwendete Fasertyp ist die so genannte SCS6-Faser. Für die mechanischen Untersuchungen – Komponenten-Zugversuche bei verschiedenen Temperaturen (4.2.3) – wurden zusätzlich die von Köck [43] eingehend untersuchten SCS0-Fasern als Vergleich herangezogen.

Die SCS6-Faser

Die SCS6-Faser wurde vor allem für Titan- und keramische Matrixwerkstoffe entwickelt [78]. In der Literatur ist die Materialkombination SCS6-Faser mit einer Titanmatrix, die beispielsweise für Hochtemperaturanwendungen zum Einsatz kommt, bereits eingehend untersucht und beschrieben worden. Nähere Informationen werden in [79-89] gegeben.

Der Aufbau der SCS6-Faser ist in Abb. 3-1 dargestellt.

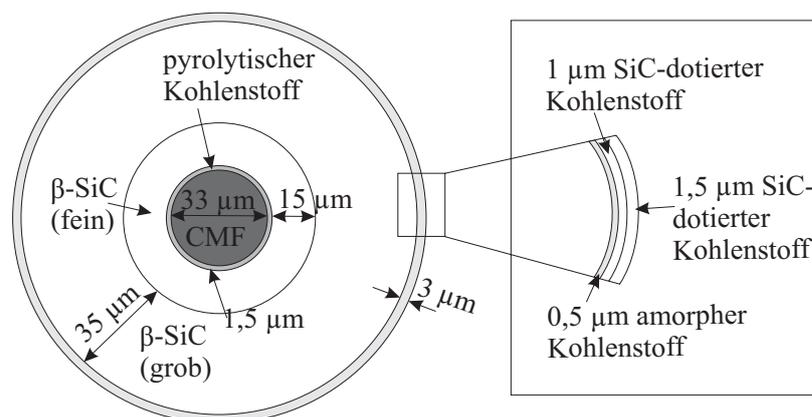


Abb. 3-1: Aufbau der SCS6-Faser [90]

Die Faser mit einem Gesamtdurchmesser von 142 µm ist in mehreren Schichten aufgebaut. Im Inneren der Faser befindet sich eine Kohlenstoffseele, die aus einem 33 µm Kohlenstoff-Monofilament (CMF) und einer Schicht aus pyrolytischem Kohlenstoff besteht. Auf diesem Kern wird über ein chemisches Gasphasen-Abscheidungsverfahren (CVD-Verfahren) eine Siliciumcarbidschicht aufgetragen. Diese β-SiC Schicht ist radial säulenartig aufgebaut und kann wiederum in zwei Bereiche unterteilt werden. Zum Kern hin befindet sich eine

feinkörnigere Schicht, währenddessen der zweite Bereich in Richtung Faseroberfläche grobkörniger ist. An der Außenseite der Faser befinden sich drei kohlenstoffreiche Schichten mit einer Dicke von insgesamt 3 μm . Die innere Schicht besteht aus amorphem Kohlenstoff, die beiden äußeren Schichten aus SiC-dotiertem Kohlenstoff. Die kohlenstoffreiche Oberfläche schützt die Fasern während der Handhabung. Gleichzeitig dient sie als Diffusionsbarriere von Silicium in Ti (Bildung von Ti-Siliciden). Die Faser ist also unempfindlicher gegenüber chemischen Reaktionen, die z. B. bei Titan-Matrizen eine Festigkeitsreduzierung zur Folge hätten. Durch die Bildung von Titancarbid (TiC) wird die Haftung zwischen Matrix und Faser verbessert. Der schichtweise Aufbau bewirkt ein Versagen innerhalb der C-Schichten und ermöglicht dadurch einen gezielten „Pull-out“ (SiC aus C) und eine gewisse Schadenstoleranz.

Die Eigenschaften der SCS6-Faser sind Tab. 3-1 zu entnehmen. Für weitere Informationen über die Herstellung, Eigenschaften und den Aufbau der Faser wird auf Literatur [58, 76, 78, 90-93] verwiesen.

SCS0-Faser

Der Aufbau der SCS0-Faser ähnelt dem der SCS6-Faser, lediglich die Oberfläche der Fasern unterscheidet sich. Bei der SCS0-Faser fehlen die äußeren kohlenstoffreichen Schichten, die für eine Cu-Matrix nicht nötig sind. Dies hat den Vorteil, dass ein Versagen innerhalb der Faser an der Grenze zu den Kohlenstoffschichten bzw. innerhalb der Kohlenstoffschichten vermieden werden kann. Allerdings fehlt der Schutz der Kohlenstoffschicht. Die Faser hat eine geringere Zugfestigkeit (Tab. 3-1) und ist durch die fehlende C-Oberfläche spröder, d.h. eine Handhabung ist erschwert. Durch die C-Schicht werden Oberflächendefekte des SiC ausgeheilt. Weniger Defekte sind gleichbedeutend mit weniger Anrissen in der SiC-Schicht, was wiederum eine höhere Zugfestigkeit zur Folge hat. Die Eigenschaften der SCS0-Faser sind von Köck [43] übernommen und zusammen mit den Eigenschaften der SCS6-Faser in Tab. 3-1 dargestellt.

	SCS6	SCS0
Durchmesser [μm]	142	140
Zugfestigkeit [MPa]	3900	2300
E-Modul [GPa]	380-400	390
Dichte [g/cm^3]	3,048	k. A.
Wärmeausdehnungskoeffizient [10^{-6}K^{-1}]	4,1-4,2	4,3

Tab. 3-1: Eigenschaften der SCS6- und SCS0-Faser

3.2 Faser-Matrix-Anbindung – die Zwischenschicht

Die Anbindung der Faser an die Matrix ist für die Eigenschaften des Verbundwerkstoffs entscheidend (vgl. 2.1.4). Je nach Materialkombination und Anforderungen müssen eine oder mehrere geeignete Zwischenschichten aufgebracht werden, um optimale Grenzflächeneigenschaften zu erzielen. So mussten für die unterschiedlichen Fasertypen SCS6 und SCS0 auch unterschiedliche Grenzflächen entwickelt werden. Diese wurden zusammen mit den Grenzflächen-Eigenschaften in [43, 51] näher untersucht.

Für die Beschichtung der Fasern stand am IPP eine Magnetron- Sputteranlage (Discovery 18, Denton Vacuum) zur Verfügung. Mit dieser Anlage können bis zu drei Materialien gleichzeitig beschichtet werden, zwei im DC-Modus (Gleichspannungsmodus) und eine im RF-Modus (Wechselspannungsmodus). Die Fasern werden, wie in Abb. 3-2 a) dargestellt, auf einen Rahmen aufgeklebt und dieser senkrecht in einen Halter auf den rotierenden Substratteller gestellt, so dass die Fasern von allen Seiten in der Sputteranlage beschichtet werden können (Abb. 3-2 b).

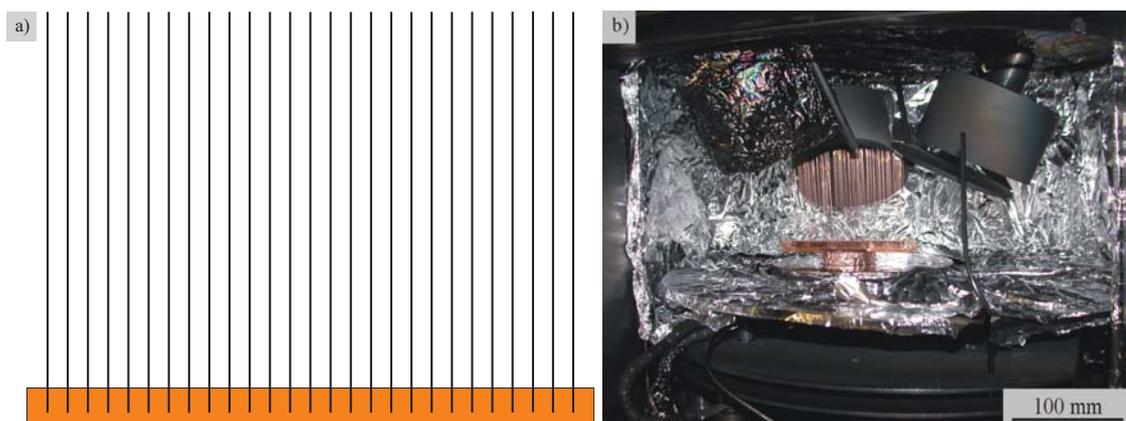


Abb. 3-2: a) Faserrahmen für die Sputter-Beschichtung,
b) Rahmen in der Magnetron-Sputteranlage

Die Beschichtung auf den Fasern ist nicht gleichmäßig; dies kann aber, wie in der bereits genannten Literatur [43, 51] behandelt, als vernachlässigbar angesehen werden. Vor dem eigentlichen Abscheidungsprozess werden die Substrate durch Ionenätzen gereinigt. Der nachfolgende Presputterprozess, in dem die Kathoden mit Blenden abgedeckt sind und von Oberflächenverunreinigungen befreit werden, wird vor dem eigentlichen Sputterprozess durchgeführt.

SCS6/Cu-Zwischenschichtsystem

Die Grenzfläche zwischen Faser und Matrix ist im SCS6/Cu-System eine dünne Titan-Zwischenschicht. Diese führt zu einer sehr guten Haftung zwischen Faser und Matrix. In der oben erwähnten Magnetron-Sputteranlage wurden die Fasern zunächst durch Ionenätzen bei 200 W für zwei Minuten gereinigt. Der folgende Presputterprozess wurde mit den Parametern

150 W Leistung für zwei Minuten durchgeführt. Anschließend erfolgte die Beschichtung mit der Titanschicht bei 300 W und 10 Minuten Beschichtungszeit. Mit einer Kathodenfläche von 41,6 cm² werden damit Leistungsdichten von 3,6 W/cm² im Presputterprozess und 7,2 W/cm² im Sputterprozess erreicht. Die Ti-Schichtdicke beträgt ca. 200 nm. Mit den gleichen Einstellungen für den Presputter- und den Sputterprozess wurde im Anschluss an die Titanbeschichtung eine ~500 nm dicke Kupferschicht aufgebracht. Die Kupferschicht verhindert eine Oxidation der Titanoberfläche und dient gleichzeitig als mechanischer Schutz. Zudem wird eine bessere Anbindung an das galvanische Cu erzielt. Bei der gesamten Beschichtungszeit war ein Argon-Gasfluss von 25 sccm eingestellt, was einem Kammerdruck von $\sim 4 \cdot 10^{-3}$ mbar entspricht.

Weitere Informationen über das SCS6/Cu System und die Faser-Matrix-Grenzfläche sind in den Literaturstellen [39, 94-97] zu finden.

SCS0/Cu-Zwischenschichtsystem

Die Anbindung des Cu an die SCS0-Faser erfolgt über ein Ti-TaC-Schichtsystem [43, 98]. Die SCS0-Faser wurde zuerst mit einer 40 nm dünnen Tantal-Schicht, die als Opferschicht dient, beschichtet, um eine gute Anbindung an das SiC zu erzielen. Unter Wärmebehandlung findet eine chemische Reaktion zwischen Ta und SiC statt. Anschließend folgte eine Kodeponierung von Ta und TiC, bei der sich eine Mischung aus TaC und TiC einstellt. Als weitere Schichten wurden eine TiC-Schicht, eine Ti-Schicht und eine Cu-Schicht aufgebracht, um die Anbindung an Cu zu gewährleisten. Die Gesamtschichtdicke beträgt ~570 nm. Mit diesem Schichtsystem wurde ebenfalls eine sehr gute Faser-Matrix-Haftung erzielt. Genaue Informationen über die Zwischenschicht des Systems SCS0/Cu werden in [43, 98] gegeben.

3.3 Abscheidung der Matrix und Synthese des MMC

Die Synthese des MMC kann nach der Beschichtung der Fasern mit der Zwischenschicht in zwei Prozessschritte unterteilt werden:

- Aufbringen der Matrix (Kupfer) auf die Fasern mit Hilfe der Galvanik
- Konsolidierung zum MMC durch Heiß-Pressen der galvanisch beschichteten Fasern

Im ersten Schritt wurde das Kupfer in einem elektrochemischen Abscheideprozess auf die Fasern aufgebracht. Dieser galvanische Prozess wird auch als Elektroplattieren bezeichnet. Dazu wurden die auf einem Cu-Rahmen leitfähig angebrachten Fasern bei Raumtemperatur in ein Kupfersulfatbad (CuSO₄) gehängt. Durch Anlegen einer Spannung und einen geschlossenen Stromkreis wandern die Metallionen von der Cu-Anode zu den Fasern, die als Kathode geschaltet sind und lagern sich dort ab. Bei allen Beschichtungen wurde eine Spannung von 0,8 V verwendet. Über die Beschichtungszeit kann die Schichtdicke und damit der Faservolumenanteil im MMC variiert werden.

Nach der galvanischen Cu-Abscheidung sind zusätzlich zwei weitere Schritte notwendig, um der unten beschriebenen Wasserstoffkrankheit des Cu vorzubeugen und eine chemische

Reaktion der Ti-Zwischenschicht mit der SiC-Faser zu ermöglichen sowie die Oxidschicht zu entfernen:

- Wärmebehandlung
- Ätzschritt

Die Wärmebehandlung wurde nach der galvanischen Beschichtung durchgeführt. Der Werkstoff wurde mit einer sehr langsamen Aufheizrate von 20 K/h bis zu einer Temperatur von 550°C aufgeheizt. Die Haltezeit bei 550°C betrug 30 min. Untersuchungen [51] haben gezeigt, dass durch die langsame Aufheizrate Wasserstoff aus dem Kupfer diffundiert und folglich weniger Poren im Werkstoff entstehen, die durch die Reaktion von Wasserstoff mit in Cu vorhandenem Sauerstoff (Wasserstoffkrankheit) gebildet werden können. Des Weiteren bildet sich ab einer Temperatur von 350°C TiC, das eine gute Anbindung der Ti-Schicht an die äußeren C-Schichten der SCS6-Faser ermöglicht [95, 96, 99].

Der Ätzschritt wurde direkt vor dem Pressen durchgeführt, um die Oxidschicht auf der Cu-Oberfläche zu entfernen. Kupfer reagiert an Luft und bildet eine Oxidschicht. Damit sich die galvanisch beschichteten Fasern beim Konsolidierungsschritt miteinander verbinden und sich keine Grenzschicht ausbildet, musste die Oxidschicht vor dem Pressen entfernt werden. Dazu wurden die beschichteten Fasern für 20 s bzw. die Faserlagen bis 1 min in eine Säuremischung gelegt. Die Säuremischung besteht aus 55% Phosphorsäure, 25% Essigsäure und 20% Salpetersäure [100]. Im Anschluss wurden die Proben mehrmals gespült und mit Aceton bzw. Isopropanol im Ultraschall-Bad gereinigt. Die Zeit an Luft vor der Weiterverarbeitung sollte so kurz wie möglich gehalten werden.

Die eigentliche Herstellung des MMC erfolgte in einem zweiten Prozessschritt, dem Pressen. Dabei wurden zwei unterschiedliche Herstellungsverfahren verwendet:

- Die MMC-Proben für die mechanische Charakterisierung wurden nach der galvanischen Einzelbeschichtung der Fasern durch heißisostatisches Pressen (HIP-Prozess) synthetisiert.
- Die MMC-Proben für die thermische Charakterisierung wurden nach der galvanischen Beschichtung unter hohem Druck und hoher Temperatur im Vakuum gepresst.

Bei beiden Verfahren müssen also die genannten Prozesse nach Art der geforderten Proben angepasst bzw. unterschieden werden. Es werden zwei verschiedene Abläufe benötigt, um Proben sowohl für die mechanische als auch die thermische Charakterisierung herzustellen.

Im Folgenden ist die Herstellung der verschiedenartigen MMC-Proben detaillierter beschrieben.

Herstellung der MMC-Proben für die mechanische Charakterisierung

Für die mechanische Charakterisierung sind zylindrische MMC-Proben erforderlich. Diese wurden in den folgenden Schritten (Abb. 3-3) hergestellt.

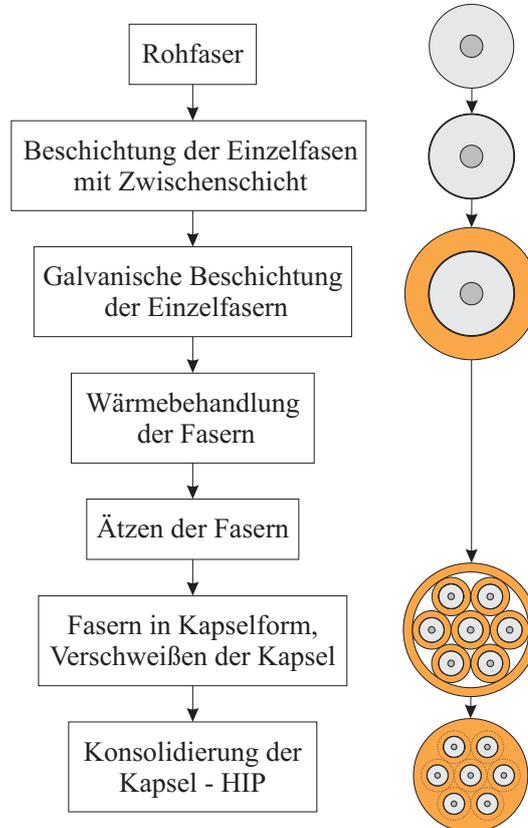


Abb. 3-3: Schematische Darstellung der Herstellung von zylindrischen MMC-Proben

Die Rohfaser wurde zunächst mit der Zwischenschicht, also im Fall der SCS6-Faser mit einer Ti-Zwischenschicht, beschichtet. Anschließend folgte die galvanische Beschichtung. Die Fasern wurden für drei Stunden bei Raumtemperatur beschichtet; dies entspricht je nach Fläche (Faseranzahl) und Kontakt einer Schichtdicke von ca. 50-80 μm . Nach der Wärmebehandlung wurden die galvanisch beschichteten Fasern geätzt und gleich im Anschluss so dicht wie möglich in Kupfer-Kapseln gepackt (Abb. 3-4).



Abb. 3-4: a) Galvanisch beschichtete Faser,
b) Cu-Kapsel

Die Kapseln wurden unter Vakuum mit Elektronenstrahlschweißen luftdicht verschlossen und unter hohem Druck von 100 MPa und einer Temperatur von 650°C in Zusammenarbeit mit EADS (EADS Deutschland GmbH, Ottobrunn) heißisostatisch gepresst. Das heißisostatische Pressen (HIP) wurde bereits für SCS6-faserverstärkte Titan-Matrix-Verbundwerkstoffe angewendet und vom DLR (Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V.) für die Matrix CuCrZr angepasst [101-103]. Abb. 3-5 gibt Querschliffe eines MMC wieder, das durch heißisostatisches Pressen hergestellt wurde.

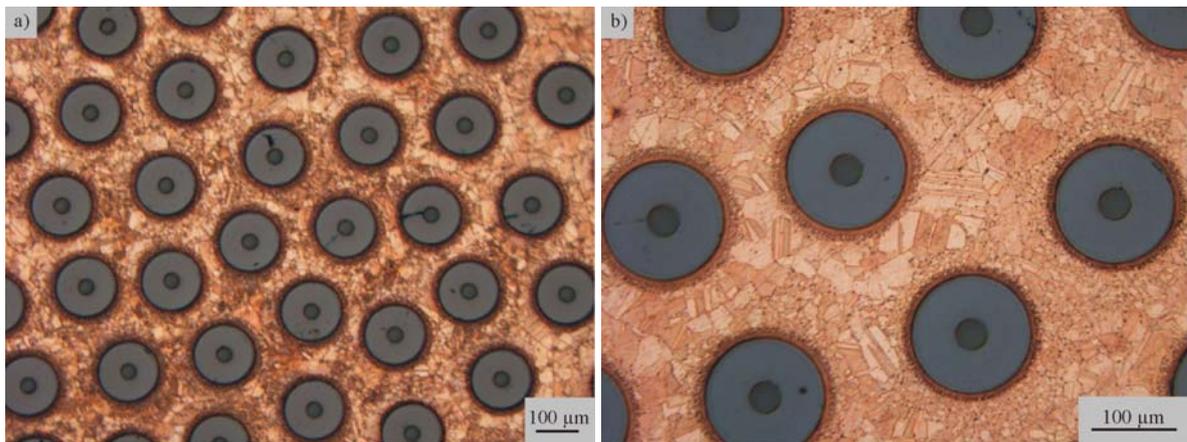


Abb. 3-5: a) und b) Querschliffe einer MMC-Probe für mechanische Tests

Die Querschliffe zeigen eine, durch die galvanische Vorbeschichtung bewirkte, gleichmäßige Verteilung der Fasern; eine mögliche Schwachstelle, sich berührende Fasern, wird so vermieden. Durch den Ätzschritt wird eine gute Verbindung der einzelnen, mit Kupfer beschichteten Fasern ohne Grenzflächen erreicht.

Herstellung der MMC-Proben für die thermische Charakterisierung

Für die Bestimmung der thermischen Eigenschaften, insbesondere der thermischen Eigenschaften quer zur Faser, waren flache und plane Proben erforderlich. Zu diesem Zweck wurde ein neuartiger Prozessablauf entwickelt. Mit diesem war es möglich, flache MMC-Proben zu synthetisieren, mit denen beispielsweise die Wärmeleitfähigkeit senkrecht zur Faser, die auch im späteren Anwendungsfall (Flachziegel-Mock-up) eine wichtige Rolle spielt, bestimmt werden kann. In Abb. 3-6 sind die Prozessschritte zur Herstellung von flachen Proben mit 0°/0°- und 0°/90°-Orientierung für die thermische Charakterisierung schematisch dargestellt.

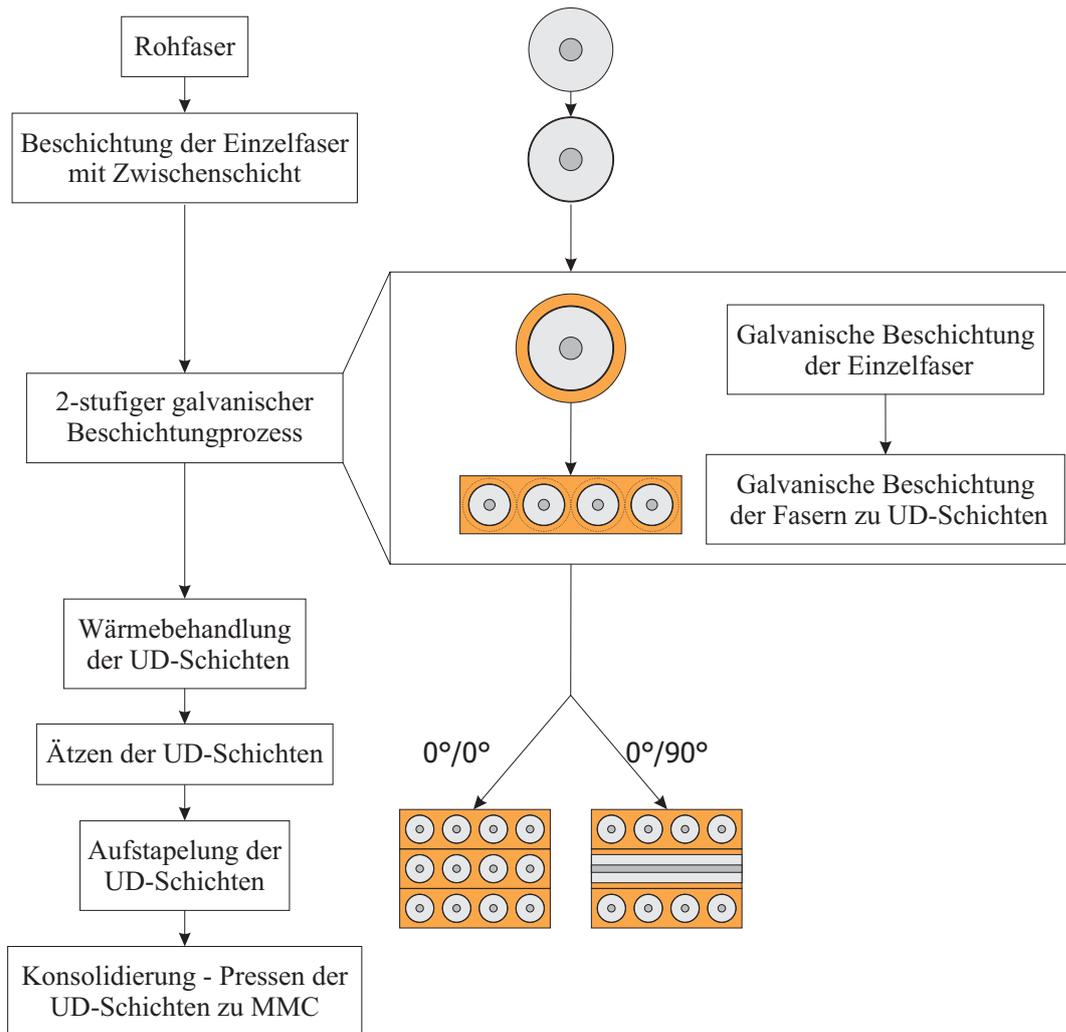


Abb. 3-6: Schematische Darstellung der Herstellung von MMC-Flachproben

Die thermischen Eigenschaften wurden in dieser Arbeit für das System SCS6/Cu mit Tit-Zwischenschicht untersucht. Wie bei der Probenherstellung für die mechanischen Prüfungen, wurden die Fasern zunächst mit der Ti-Zwischenschicht beschichtet. Darauf folgte ein neu entwickelter zweistufiger galvanischer Beschichtungsprozess. In der ersten Stufe wurden die Einzelfasern für 0,5 bis 2 Stunden beschichtet. Anschließend wurden die beschichteten Fasern eng nebeneinander auf einen Rahmen aufgebracht und für weitere 10 bis 15 Stunden galvanisiert (Abb. 3-7). Das Kupfer wächst um die Fasern herum auf und schließt die Lücken zwischen den Fasern. Es kann also von einem „Zusammenwachsen“ der Fasern gesprochen werden [104]. Durch Ausnutzung der ätzenden Wirkung der CuSO_4 -Lösung wird die Oberfläche der Proben vor der Galvanisierung leicht angeätzt und die Beschichtung kann ohne weiteren Kontakt mit der Luft begonnen werden. Somit entfällt der Ätzschritt für die einzelnen Fasern, lediglich die UD-Lagen müssen vor dem Pressen geätzt werden. Über die Veränderung der Beschichtungszeit lässt sich die Dicke der Cu-Schicht und somit der Faservolumenanteil variieren. Der Abstand der Fasern in einer Faserlage (UD-Lage) wird durch den ersten Galvanikprozess bestimmt. Der zweite Schritt bestimmt den Abstand zwischen den Faserlagen. Eine Mindestzeit dieses Schritts von ungefähr 8 Stunden ist

erforderlich, damit die Fasern zusammenhalten. Aus diesem Grund wurde vorwiegend die Zeit des ersten Galvanikschritts verändert.



Abb. 3-7: UD-Lage nach dem zweiten galvanischen Schritt

Die UD-Lagen wurden wärmebehandelt und für ungefähr 45 Sekunden in der Säuremischung geätzt, um die Oxidschicht zu entfernen. Anschließend wurden die einzelnen Lagen mit der gewünschten Orientierung ($0^\circ/0^\circ$, $0^\circ/90^\circ$) und Lagenanzahl übereinander geschichtet (Abb. 3-8). Auf der Ober- und der Unterseite des Schichtstapels wurde eine dünne (0,2 mm) Cu-Folie aus E-Cu (E-CU 57) gelegt, um eine gleichmäßige Oberfläche zu erzielen. Ein Cu-Rahmen (in Abb. 3-8 nicht dargestellt) gab die nötige seitliche Stabilisierung. Als Trennfolie zu den Molybdän-Platten der Presse wurde eine Wolfram-Folie gewählt, da Wolfram und Kupfer bei den gewählten Pressbedingungen (s.u.) nicht miteinander reagieren. Das Pressen zu einem MMC erfolgte in Kooperation mit der MTU Aero Engines (München) in einer Heißpresse im Vakuum bei einer Temperatur von 650°C und einem Druck von $\sim 40\text{ MPa}$. Abb. 3-8 zeigt den schematischen Aufbau für das Heißpressen eines MMC mit $0^\circ/0^\circ$ -Faserorientierung.

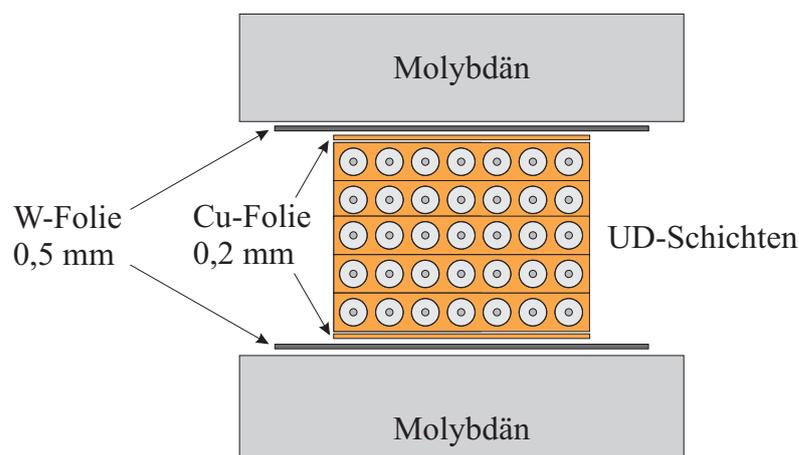


Abb. 3-8: Schematischer Aufbau der Presse für flache MMC-Proben

Ein Querschliff eines MMC mit $0^\circ/0^\circ$ -Faserorientierung und drei UD-Lagen ist in Abb. 3-9 wiedergegeben.

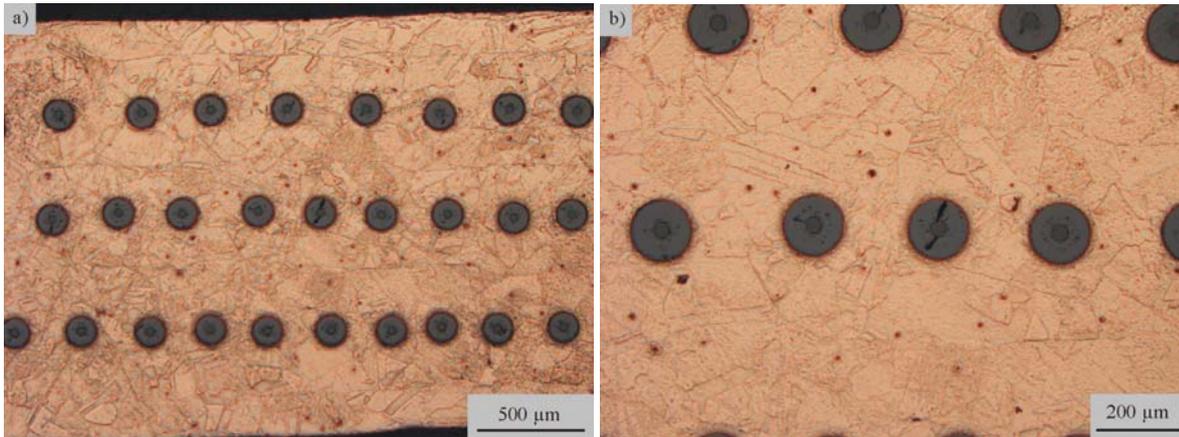


Abb. 3-9: a) und b) Querschliffe einer MMC-Flachprobe

Die Querschliffe der flachen MMC-Proben zeigen eine gleichmäßige Verteilung der Fasern mit einer guten Verbindung zwischen den einzelnen Fasern. Zudem sind keine Poren sichtbar. Durch die galvanische Vorbeschichtung werden Berührungspunkte der Fasern vermieden. Durch die Ätzung der einzelnen UD-Schichten wird nach der Konsolidierung eine gute Verbindung zwischen den Lagen erreicht; es sind nur wenige Grenzschichten erkennbar.

Dieser zweistufige galvanische Beschichtungsprozess ermöglicht somit die Untersuchung verschiedener Faservolumenanteile sowie den Einfluss der Anordnung der einzelnen UD-Lagen von Schichtsystemen mit verschiedenen Faserlagen-Orientierungen, wie z. B. $0^\circ/90^\circ$ und den Aufbau eines Divertorkomponentenmodells.

4. Charakterisierung des Metall-Matrix-Verbundwerkstoffs

Für die Charakterisierung eines Verbundwerkstoffs ist es wichtig, die Faser, die Matrix, die Faser-Matrix-Zwischenschicht und das Verhalten des Materials unter bestimmten Belastungen zu betrachten [55]. Die Zwischenschichten für beide Fasertypen wurden bereits erörtert [43, 51]. In diesem Kapitel werden die mechanischen Eigenschaften der Einzelfaser (SCS6) und des Komposits (SCS6/Cu und SCS0/Cu) unter verschiedenen Bedingungen bestimmt. Mittels Zugversuch (Kapitel 4.2.3) und thermomechanischem Ermüdungsversuch (TMF-Versuch; Kapitel 4.2.4) können Eigenschaften wie Festigkeit unter Zugbelastung oder das Verhalten des MMC bei gleichzeitiger mechanischer und thermischer Belastung analysiert werden. Zudem wurde das System SCS6/Cu auf thermische Eigenschaften hin untersucht, wie z. B. Wärmeleitfähigkeit (Kapitel 4.3.2) und Wärmeausdehnungskoeffizient (Kapitel 4.3.4). Dazu wurden LFA (Laser Flash Apparatur), DSC (Differential Scanning Calorimetry) und Dilatometer verwendet. Neben der mechanischen und thermischen Charakterisierung ist die Mikroskopie (Kapitel 4.1) zu erwähnen, mit der beispielsweise Bruchflächen von Zugproben oder Querschliffe von LFA-Proben untersucht wurden.

4.1 Mikroskopie

Die Mikroskopie wird zur Analyse von Oberflächenstrukturen eingesetzt. Mit einem Lichtmikroskop können Strukturen bis zu einer Auflösung von ca. 300 nm analysiert werden. Sind höhere Auflösungen erforderlich, werden Elektronenmikroskope verwendet. Rasterelektronenmikroskope (REM) besitzen eine sehr hohe Auflösung von wenigen nm und eine große Schärfentiefe. Durch die scheinbare Beleuchtung der Probe vom Detektor entsteht der Eindruck einer dreidimensionalen Darstellung der REM-Bilder. Zudem bietet das REM durch Detektieren der entstehenden charakteristischen Röntgenstrahlung (EDX-Detektor) die Möglichkeit, die Elementzusammensetzung der Oberfläche zu bestimmen.

Bei einem Rasterelektronenmikroskop wird die Probenoberfläche im Vakuum mit einem fokussierten Elektronenstrahl abgerastert. Dort finden Wechselwirkungen zwischen den Elektronen und der Probenoberfläche statt. Das REM-Bild entsteht durch die Detektierung der erzeugten Sekundärelektronen (SE) und Rückstreuerelektronen (BSE), die je nach Anzahl eine Signalstärke, die durch unterschiedliche Helligkeiten dargestellt wird, erzeugen. Eine Probenstelle mit hoher Elektronenemission erscheint auf dem Bild als heller Punkt. Rückstreuerelektronen sind zurückgestreute Primärelektronen. Die Anzahl ist dabei von der Ordnungszahl des rückstreuenden Materials abhängig. Dadurch gibt ein BSE-Bild einen Elementkontrast wieder. SE sind Elektronen, die bei Eintritt der Primärelektronen und Austritt der rückgestreuten Elektronen durch Anregung emittiert werden. SE besitzen ~50 eV. Die Anzahl der SE hängt von der Beschaffenheit der Oberfläche ab, wie z. B. Rauigkeit, geneigte Flächen, Kanten und Nadelstruktur. SE ermöglichen daher hauptsächlich Topographie-Kontrast.

In dieser Arbeit wurden das Auflichtmikroskop Olympus BX 60M (Olympus Deutschland GmbH) und zwei verschiedene Rasterelektronenmikroskope (REM XL 30 ESEM und Helios NanoLab 600 der Fa. FEI) verwendet. Das Lichtmikroskop ermöglicht eine gute Darstellung von Querschliffen der Verbundproben. Für Topographie-Darstellungen, also beispielsweise für Bruchflächenuntersuchungen, wurden die Rasterelektronenmikroskope der Fa. FEI verwendet. Das REM XL 30 ESEM der Fa. FEI erreicht eine Auflösung von ~ 6 nm. Eine noch höhere Auflösung von 1 nm wird durch das Gerät Helios NanoLab 600 erzielt.

Für weitere und detaillierte Informationen über die verschiedenen Methoden und Geräte wird auf die Literatur [105, 106] verwiesen.

4.2 Mechanische Charakterisierung

Gegenstand der Untersuchungen unter mechanischer Belastung waren die Einzelfaser und der UD-Komposit. Hierzu wurden Einzelfaserzugversuche mit beschichteten und unbeschichteten Fasern, außerdem Zugversuche von Verbundproben bei Raumtemperatur (RT) und bei erhöhter Temperatur durchgeführt. TMF-Versuche gaben Aufschluss über das Verhalten der MMC-Proben bei gleichzeitiger mechanischer und thermischer Belastung.

4.2.1 Grundlagen des Zugversuchs

Mit dem Zugversuch werden die mechanischen Werkstoffeigenschaften unter einachsigen Zugspannungen bestimmt. Er zählt zu den sogenannten zerstörenden Prüfverfahren. Dabei wird eine Probe bis zum Bruch gedehnt und die Änderungen der Spannung und Dehnung ermittelt. Typische Spannungs-Dehnungs-Diagramme sind in Abb. 4-1 abgebildet [107-109].

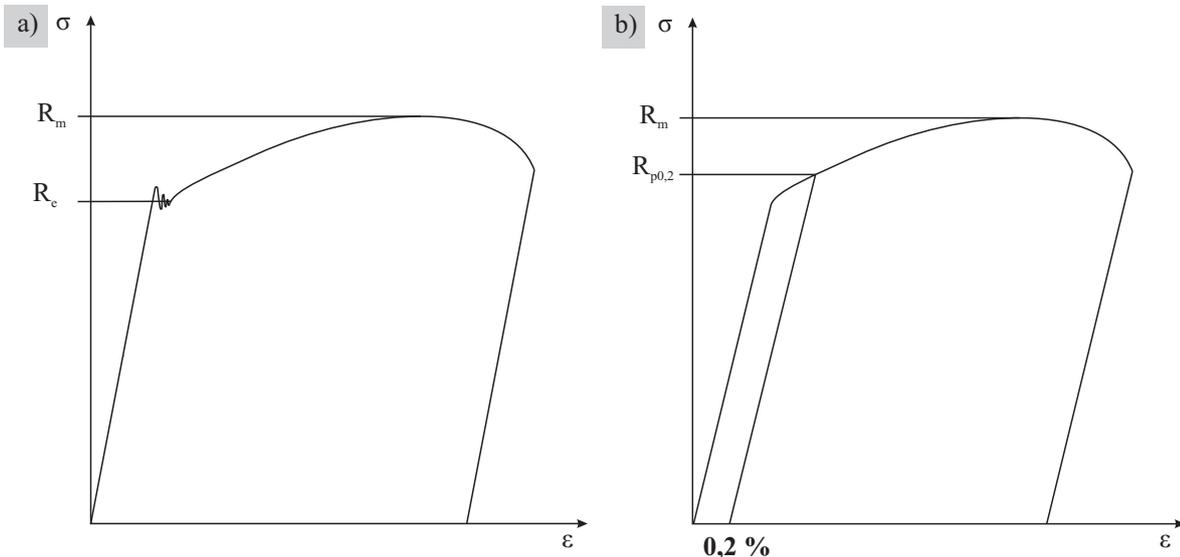


Abb. 4-1: Spannungs-Dehnungs-Diagramm aus Zugversuch mit
a) ausgeprägter Streckgrenze und b) Dehngrenze

Das linke Diagramm zeigt eine Spannungs-Dehnungs-Kurve mit einer ausgeprägten Streckgrenze R_e . Die Streckgrenze bildet den Übergang vom linear-elastischen Bereich in den

plastischen Bereich, d.h. ab der Streckgrenze setzt eine plastische Deformation ein. Bei einem stetigen Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich wird die 0,2% Dehngrenze $R_{p0,2}$ ermittelt (vgl. hierzu [107]). Bei spröden Materialien kann es plötzlich, ohne Deformation, zu einem Bruch kommen [110]. Aus dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm lässt sich die Zugfestigkeit R_m eines Materials ableiten. Die Zugspannung σ errechnet sich aus dem Quotienten aus der Zugkraft F und der Anfangsquerschnittsfläche A_0 :

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (4-1)$$

Somit ergibt sich für die Zugfestigkeit R_m mit der Höchstkraft F_m :

$$R_m = \frac{F_m}{A_0} \quad (4-2)$$

Ab diesem Zeitpunkt beginnt sich die Probe einzuschnüren, bis es schließlich zum Bruch kommt. Der E-Modul E kann im elastischen Bereich nach dem Hooke'schen Gesetz berechnet werden und ist der Quotient aus Spannung σ und Dehnung ε :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (4-3)$$

Die Dehnung ist dabei die Änderung der Länge ΔL bezogen auf die Anfangslänge L_0 [110]:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (4-4)$$

In einem Verbundwerkstoff spielt nicht nur ein einzelner Werkstoff eine Rolle, sondern es müssen sowohl Faser als auch Matrix sowie die Gesamtwerkstoffeigenschaften betrachtet werden. Die Festigkeit der Faser ist mit Hilfe von Einzelfaserzugversuchen zu untersuchen. Dabei können – beispielsweise bei einer mit Metallmatrix beschichteten Einzelfaser – Rückschlüsse auf eventuelle Faser-Matrix-Reaktionen, insbesondere nach Wärmebehandlungen, gezogen werden [61]. Abb. 4-2 zeigt ein aus dem Zugversuch ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm für einen UD-Verbundwerkstoff und dessen Einzelkomponenten.

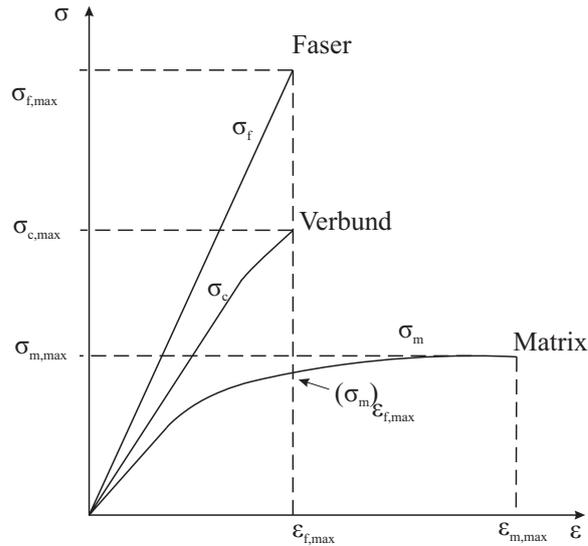


Abb. 4-2: Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines UD-Verbundwerkstoffs aus einem Zugversuch für $\varepsilon_{f,max} < \varepsilon_{m,max}$

Nach der linearen Mischungsregel (vgl. 2.1.1) gilt für die Gesamtspannung des Verbundwerkstoffs σ_c :

$$\sigma_c = \sigma_f \cdot V_f + \sigma_m \cdot V_m = \sigma_f \cdot V_f + \sigma_m \cdot (1 - V_f) \quad (4-5)$$

Da die Fasern die meiste Last tragen, wird angenommen, dass, sobald die Faser versagt, auch der gesamte Komposit versagt. Für den Fall, dass die Bruchdehnung der Faser kleiner ist als die Bruchdehnung der Matrix $\varepsilon_{f,max} < \varepsilon_{m,max}$, errechnet sich die maximale Spannung $\sigma_{c,max}$ durch:

$$\sigma_{c,max} = \sigma_{f,max} \cdot V_f + (\sigma_m)_{\varepsilon_{f,max}} \cdot (1 - V_f) \quad (4-6)$$

Dabei ist $(\sigma_m)_{\varepsilon_{f,max}}$ die Spannung der Matrix zu dem Zeitpunkt, an dem die Dehnung der Matrix der Bruchdehnung der Faser entspricht. Da $(\sigma_m)_{\varepsilon_{f,max}} < \sigma_{m,max}$ ist, gilt:

$$\sigma_{c,max} \leq \sigma_{f,max} \cdot V_f + \sigma_{m,max} \cdot (1 - V_f) \quad (4-7)$$

Ist die Bruchdehnung der Faser größer als die Bruchdehnung der Matrix, so wird die maximale Spannung des Komposit folgendermaßen berechnet:

$$\sigma_{c,max} = (\sigma_f)_{\varepsilon_{m,max}} \cdot V_f + \sigma_{m,max} \cdot (1 - V_f) \quad (4-8)$$

$(\sigma_f)_{\varepsilon_{m,max}}$ ist hierbei die Spannung der Faser zu dem Zeitpunkt, an dem die Dehnung der Faser gleich der Bruchdehnung der Matrix ist [52-55].

4.2.2 Einzelfaserzugversuche

Einzelfaserzugversuche wurden an SCS6-Fasern mit einer Universalprüfmaschine (Tira Test 2820, TIRA GmbH) durchgeführt. Die Einspannung ist in Abb. 4-3 dargestellt.

Die Fasern hatten eine Gesamtlänge von 60 mm und eine Einspannlänge von jeweils 10 mm. Zum Schutz der Fasern, d.h. um ein Brechen der Fasern an der Einspannung zu verhindern, wurde zwischen der Faser und der Einspannung ein Papier gelegt [76].

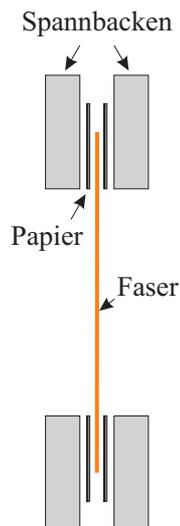


Abb. 4-3: Einspannung Einzelfaserzugversuch

Es wurden folgende SCS6-Fasern (jeweils 10 Fasern) getestet:

- Rohfasern
- Sputt: Fasern mit Ti-Cu-Zwischenschicht (Sputterprozess)
- Sputt-wb: Fasern mit Ti-Cu-Zwischenschicht (Sputterprozess)
+ Wärmebehandlung
- Sputt-1h: Fasern mit Ti-Cu-Zwischenschicht (Sputterprozess)
+ 1 Stunde galvanische Beschichtung
- Sputt-1h-wb: Fasern mit Ti-Cu-Zwischenschicht (Sputterprozess)
+ 1 Stunde galvanische Beschichtung + Wärmebehandlung
- Sputt-2h: Fasern mit Ti-Cu-Zwischenschicht (Sputterprozess)
+ 2 Stunden galvanische Beschichtung
- Sputt-2h-wb: Fasern mit Ti-Cu-Zwischenschicht (Sputterprozess)
+ 2 Stunden galvanische Beschichtung + Wärmebehandlung

Die auf die Kraft bezogene Längenänderung wurde berührungslos mit dem Laser-Speckle-Extensiomter LSE-4000 DE gemessen. Die Wegrate betrug bei allen Versuchen 0,06 mm/min.

4.2.3 Zugversuche an MMC

In Zusammenarbeit mit MTU Aero Engines wurden Zugversuche von MMC-Proben bei Raumtemperatur (RT) und bei erhöhter Temperatur (300°C und 550°C) durchgeführt, um die Zugfestigkeit und den E-Modul bei unterschiedlichen Temperaturen und unterschiedlichen Faservolumenanteilen zu bestimmen. Eine zusätzliche E-Modul-Messung erlaubte die Bestimmung des E-Moduls einer Probe bei verschiedenen Temperaturen bis 550°C. Mit Hilfe von Schallemissionsmessungen während der RT-Zugversuche konnte das Bruchverhalten von MMC mit SCS6- und SCS0-Fasern miteinander verglichen werden. Im Anschluss an die Versuche wurden die Bruchflächen der Proben mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie untersucht.

Zugversuche bei Raumtemperatur und 300°C

Aus den nach dem HIP-Verfahren behandelten MMC-Kapseln wurden die Zugproben für die mechanische Charakterisierung spanend hergestellt. Im Vergleich zu vorangegangenen Untersuchungen [43, 51] wurde die Probengeometrie angepasst und weiterentwickelt. Um zu vermeiden, dass die Fasern aus der Matrix gezogen werden, wurde ein sehr großer Verrundungsradius gewählt, der sich aus zwei Radien (R2 und R9) zusammensetzt. Abb. 4-4 zeigt die gewählte Geometrie mit den Abmessungen für die Zugversuche bei Raumtemperatur und bei 300°C (44 mm-Proben).

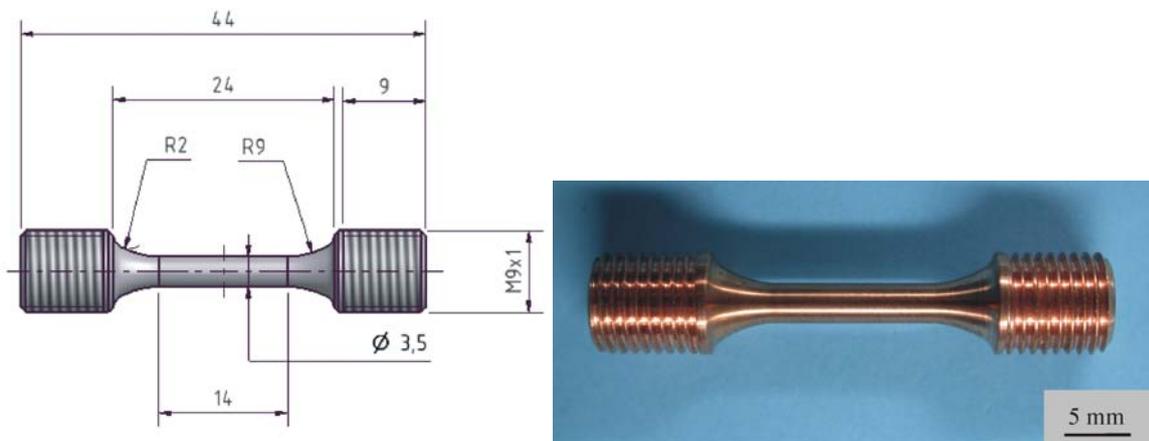


Abb. 4-4: MMC-Probe für Zugversuche bei RT und 300°C

Mit Hilfe eines speziellen Adapters, der auch radiale Einspannkkräfte erlaubt, wurden die Zugproben, wie in Abb. 4-5 dargestellt, eingespannt. Für die Zugversuche bei 300°C wurden die Zugproben über die gesamte Probenlänge an Luft mit Hilfe einer Induktionsspule aufgeheizt (Abb. 4-5 b)). Die Aufheizrate betrug 3 K/min.

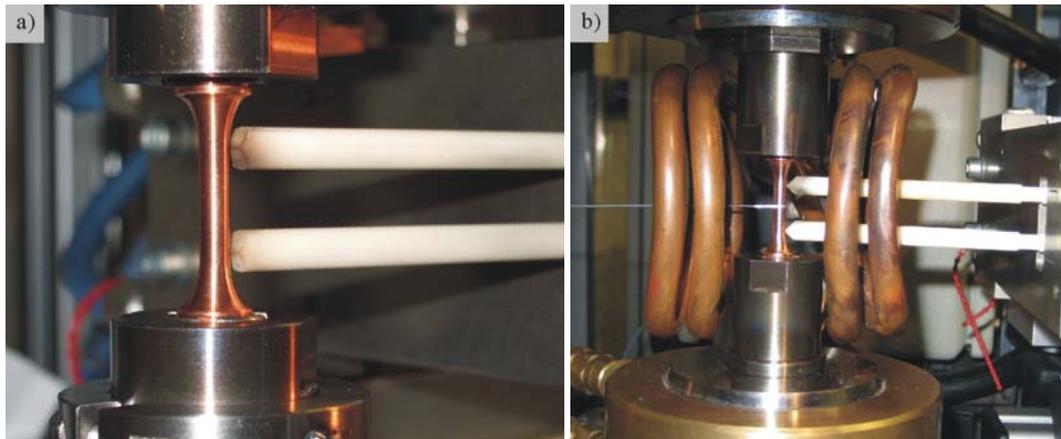


Abb. 4-5: Einspannung der Zugproben mit (Bild a) und ohne (Bild b) Induktionsspule

Die Steuerung der Versuche erfolgte weggeregelt mit einer Wegrate von 1 mm/min. Dabei wurde die Dehnung über einen Hochtemperatur-Axialdehnungsaufnehmer gemessen.

Zugversuche bei 550°C

Die Versuche bei 550°C wurden in einem Drei-Zonen-Widerstandsofen an Luft durchgeführt. Die Aufheizdauer lag bei ca. einer Stunde.

Für die Tests bei 550°C war die Probengeometrie noch weiter anzupassen, da Versuche bei 550°C mit den 44 mm-Proben gezeigt haben, dass ein Versagen am Verrundungsradius auftritt. Eine deutlich größere Probenlänge ermöglichte einen noch größeren Radius am Übergang von Gewinde zur Messlänge. Die Abmessungen dieser Geometrie sind Abb. 4-6 zu entnehmen.

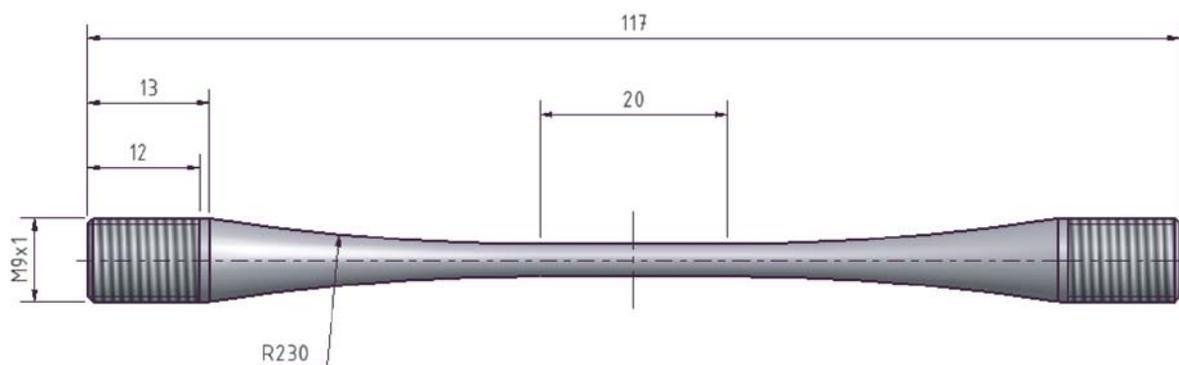


Abb. 4-6: MMC-Probe für Zugversuche bei 550°C

Die Oberfläche der Zugproben sollte möglichst glatt und frei von Kerben sein, um eine Kerbwirkung und eine damit verbundene Risseinleitung zu vermeiden. Eine galvanische Vernickelung der Proben – die Schichtdicke lag bei ca. 1 µm – verhinderte eine Oxidation der Proben bei erhöhter Temperatur.

E-Modul-Messung bis 550°C

Mit der RT- und 300°C-Probengeometrie ist zusätzlich eine E-Modul-Messung (Probe K12) bei verschiedenen Temperaturen bis 550°C durchgeführt worden. Dazu wurde die Probe bei jedem Temperaturschritt im elastischen Bereich mit einer Spannungsamplitude (Sinuskurve) von 30 MPa und 0,5 Hz belastet. Über jeweils fünf Zyklen wurde gemittelt und der E-Modul bestimmt. Insgesamt erfolgten zwei Messungen, bei RT, 20°C, 50°C, 150°C, 250°C, 350°C, 450°C und 550°C.

Schallemissionsanalyse

Zusätzlich zu einer mechanischen Untersuchung, z. B. einem Zugversuch, kann zeitgleich eine Schallemissionsanalyse durchgeführt werden. Defekte, die während des Versuchs aufgrund der mechanischen Belastung entstehen, lassen sich als Schallereignisse aufnehmen und zusammen mit dem zeitlichen Ablauf des Zugversuchs erfassen [60]. Dadurch können am Anfang der Belastung, also weit bevor es zu einem Bruch kommt, einzelne Schallereignisse detektiert werden. Im weiteren Verlauf nimmt die Intensität und Häufigkeit der Schallereignisse bis zu einem vollständigen Versagen des Werkstoffs zu. Die Schallemissionsuntersuchungen bieten eine gute Möglichkeit, Defekte wie z. B. Grenzflächeneffekte, Risse sowie Faser- und Matrixbrüche frühzeitig zu erkennen. Durch das komplexe Bruchverhalten von Verbundwerkstoffen ist es allerdings schwierig, Schallereignisse bestimmten Defekten zuzuordnen [60]. In der Literatur [45, 111-119] sind viele verschiedene Verbundwerkstoffsysteme beschrieben, bei denen mit Hilfe von Schallemissionsmessungen während einer mechanischen Belastung die unterschiedlichen Versagensmechanismen, wie z. B. Grenzflächenablösung, Delamination, Faserbruch, Matrixbruch eingehender untersucht wurden.

In dieser Arbeit wurden bei einigen Zugversuchen bei Raumtemperatur zusätzlich Schallemissionsmessungen durchgeführt und das Bruchverhalten der SCS6- und der SCS0-Fasern im MMC untersucht und miteinander verglichen. Die Geometrie und der Ablauf des Versuchs entsprachen dem RT- und 300°C-Zugversuch. Die über Mikrofone aufgenommenen Schallereignisse wurden zeitlich aufgelöst detektiert und aufgezeichnet. Anschließend erfolgte eine zeitliche Korrelation der Schallereignisse mit dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Die Anzahl der Schallereignisse war also genauen Zeitpunkten bzw. Spannungswerten zuzuordnen.

4.2.4 Thermomechanische Ermüdungsversuche

Thermomechanische Ermüdungsversuche (TMF-Versuche) geben Aufschluss über das Verhalten von MMC-Proben bei gleichzeitiger mechanischer und thermischer Belastung. Durch die bei einem Fusionsreaktor auftretenden thermischen Belastungen werden in den entsprechenden Bauteilen – wegen der unterschiedlichen thermischen Ausdehnung der Werkstoffe – mechanische Spannungen induziert. Aus diesem Grund bieten TMF-Versuche eine gute Möglichkeit, diese Schadensmechanismen bei gleichzeitigen thermischen und mechanischen Belastungen zu untersuchen.

Grundlagen

Bauteile werden im Einsatz häufig nicht nur mechanischen sondern auch thermischen Belastungen ausgesetzt. Ebenso können durch transiente Temperaturgradienten Spannungen in einem Bauteil induziert werden [59]. Mittels des TMF-Versuchs ist das Verhalten eines Materials auf diese Beanspruchungen unter idealisierten Bedingungen besser zu beurteilen. Dazu wird eine uniaxiale Probe gleichzeitig mechanisch und thermisch belastet. Der TMF-Versuch ist also eine Überlagerung einer thermisch-zyklischen mit einer mechanisch-zyklischen Belastung.

Da die Versuchsdurchführung einen erheblichen Einfluss auf die Versuchsergebnisse hat [120], werden zurzeit Normen für den TMF-Versuch entwickelt. Die Normen [121, 122] geben Informationen über den Versuchsablauf eines dehnungskontrollierten TMF-Versuchs von uniaxialen metallischen Proben. Die Standardprobe hat eine zylindrische Form. Dabei sollte die Geometrie der Probe so gewählt werden, dass ein Ausknicken während des Versuchs vermieden wird. Gleichzeitig ist auf eine gleichmäßige Verteilung der Spannungen, Dehnungen und der Temperatur innerhalb der Probe zu achten. Da durch die Bearbeitung der Probenoberfläche Eigenspannungen auftreten und diese die Testergebnisse beeinflussen können, muss die Oberfläche der Probe möglichst glatt sein. Während des Versuchs sind der Temperaturzyklus und der mechanische Dehnungszyklus konstant zu halten. Für die mechanische Dehnung ε_{mech} gilt:

$$\varepsilon_{mech} = \varepsilon_{ges} - \varepsilon_{th} \quad (4-9)$$

mit der Gesamtdehnung ε_{ges} und der thermischen Dehnung ε_{th} . Um die gewünschte mechanische Dehnung zu erzielen, muss die thermische Dehnung während des Tests kompensiert werden. Die thermische Dehnung wird vor dem TMF-Versuch bestimmt. Die freie thermische Ausdehnung kann als Funktion der Temperatur oder als Funktion der Zykluszeit ermittelt werden. Dabei ist ein gleicher Temperaturzyklus (Kraft $F=0$) wie beim folgenden TMF-Versuch erforderlich. Der Temperaturzyklus und der mechanische Dehnungszyklus sind um einen Winkel Φ zueinander phasenversetzt. Typische Phasenverschiebungen sind der „In-Phase-Test“ (IP, $\Phi=0^\circ$), bei dem die Probe bei gleichzeitiger thermischer Dehnung unter Zug belastet wird, und der „Out-of-Phase-Test“ (OP, $\Phi=180^\circ$), bei dem die Probe bei thermischer Ausdehnung durch Erwärmen gestaucht wird. Das Ende des Tests wird durch den Bruch der Probe, einem vorgegebenen Spannungsabfall oder einer Rissbildung an der Probe festgelegt. Weitere Informationen sind in der Literatur [121, 122] gegeben.

Versuchsdurchführung

Anwendung fanden für die thermomechanischen Ermüdungsversuche die 44 mm-Geometrie der Zugversuche. Die Versuche wurden an der Prüfanlage B160 mit einer maximalen Nennlast von 160 kN in der Werkstoffprüfabteilung der MTU Aero Engines durchgeführt.

Bei einem TMF-Versuch werden ein Temperatur- und ein überlagerter Dehnungszyklus vorgegeben. In Anlehnung an die erwarteten bzw. abgeschätzten Belastungen in einem Fusionsreaktor, die auf einen Flachziegel-Mock-up aus Wolfram, MMC und CuCrZr wirken

[27, 123], wurde als Temperaturzyklus eine Dreiecksfunktion zwischen 250°C (Kühltemperatur) und 550°C (Temperatur Oberseite MMC) gewählt. Die Aufheiz- und Abkühlrate beträgt wie bei den Zugversuchen 3 K/s. Die mechanische Last wird im Versuch dehnungsgeregelt aufgebracht, d.h. eine mechanische Dehnung wird vorgegeben und die Anlage danach gesteuert. Um den Dehnungszyklus vorgeben zu können, ist es wichtig, den spannungsfreien Zustand der MMC-Proben zu kennen. Die Proben wurden bei 650°C heißisostatisch gepresst. Es konnte daher angenommen werden, dass bei dieser Temperatur ein spannungsfreier Zustand herrscht. Für die TMF-Versuche wurde weiterhin vorausgesetzt, dass sich auch bei 550°C die Proben in einem spannungsfreien Zustand befinden, da Zugversuche bei 550°C zeigten, dass sich das Kupfer bei dieser Temperatur sehr plastisch und weich verhält (vgl. 6.1). Daher fanden die thermischen Ausdehnungskoeffizienten, die für eine Temperatur bis 550°C gemessen worden sind (vgl. Kapitel 6.2.3 Dilatometermessungen, MMC20-1), für die Berechnung Verwendung.

Auf Grundlage dieser Annahmen konnte die Dehnung wie folgt bestimmt werden:

Wird eine MMC-Probe von dem spannungsfreien Zustand bei 550°C auf Raumtemperatur (20°C) abgekühlt, so kommt es zu einem thermischen Ausdehnungsunterschied und zu induzierten Spannungen zwischen den Materialien MMC und Wolfram (PFM). Dabei gilt für die Längenänderung im Vergleich zur Ausgangslänge $\frac{\Delta L}{L_0}$:

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \cdot \Delta T \quad (4-10)$$

Mit $\Delta T = -530 \text{ K}$ und $\alpha_{W,550^\circ\text{C}} = 4,6 \cdot 10^{-6} \frac{1}{\text{K}}$ (Wärmeausdehnungskoeffizient für Wolfram bei 550°C) beträgt die Dehnung für Wolfram:

$$\left(\frac{\Delta L}{L_0} \right)_{W,550^\circ\text{C-RT}} = -0,24\%$$

Mit demselben Temperaturunterschied und einem Ausdehnungskoeffizienten von

$\alpha_{MMC,550^\circ\text{C}} = 10,05 \cdot 10^{-6} \frac{1}{\text{K}}$ berechnet sich $\frac{\Delta L}{L_0}$ des MMC zu:

$$\left(\frac{\Delta L}{L_0} \right)_{MMC,550^\circ\text{C-RT}} = -0,53\%$$

Durch das Abkühlen auf RT wird ein Dehnungsunterschied von 0,29% erzeugt.

Wird nun die Probe wieder auf 250°C aufgeheizt ($\Delta T = 230 \text{ K}$), so ergibt sich mit

$\alpha_{W,250^\circ\text{C}} = 4,6 \cdot 10^{-6} \frac{1}{\text{K}}$ eine Dehnung für Wolfram von:

$$\left(\frac{\Delta L}{L_0} \right)_{W, RT-250^\circ C} = 0,10\%$$

Die Dehnung für das MMC beträgt mit $\alpha_{MMC, 250^\circ C} = 12,17 \cdot 10^{-6} \frac{1}{K}$:

$$\left(\frac{\Delta L}{L_0} \right)_{MMC, RT-250^\circ C} = 0,28\%$$

Für das Aufheizen auf 250°C beträgt die Dehnungsdifferenz folglich 0,18%.

Dieser Dehnungsunterschied wirkt dem Dehnungsunterschied bei der Abkühlung entgegen, so dass der gesamte Dehnungsunterschied bei 0,11% (0,29% - 0,18%) liegt. Würde die Probe noch weiter auf 550°C aufgeheizt werden, würde wieder ein spannungsfreier Zustand herrschen. Bei den Messwerten der Dilatometermessungen wurde vernachlässigt, dass der thermische Ausdehnungskoeffizient der Proben nicht exakt von RT, sondern von etwa 40°C ausgehend bestimmt worden ist. Der berechnete Dehnungsunterschied von 0,11% entspricht der mechanischen Dehnung ϵ_{mech} , der bei einer Temperatur von 250°C im Werkstoff induziert wird. Bei 550°C liegt ein spannungsfreier Zustand, also eine mechanische Dehnung von $\epsilon_{mech} = 0\%$ vor.

Aufgrund dieser Annahmen wurde für die TMF-Versuche eine Dehnung bei 250°C von 0,2% festgelegt. Damit ergibt sich eine Dreiecks-Signalforn mit den Eckpunkten $\epsilon_{mech} = 0,2\%$ bei 250°C und $\epsilon_{mech} = 0\%$ bei 550°C. Es handelt sich hierbei um einen „Out-of-Phase“ TMF-Versuch. Bei der Aufheizrate von 3 K/s beträgt die Zykluszeit 200 s. Die aufgebrachten Belastungen sind aus Abb. 4-7 ersichtlich.

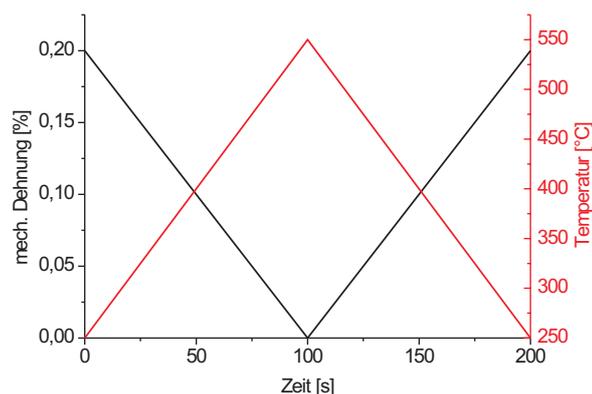


Abb. 4-7: TMF-Versuch: mechanische Dehnung und Temperatur gegenüber der Zeit

Da die Gesamtdehnung ϵ_{ges} gleich der Summe der mechanischen Dehnung ϵ_{mech} und der thermischen Dehnung ϵ_{th} ist, muss die thermische Dehnung, die aus einem Vorversuch bestimmt wurde, mit berücksichtigt werden, so dass die vorgegebene mechanische Dehnung erreicht wird. Der Vorversuch besteht aus fünf Zyklen von 250°C bis 550°C, bei dem für jeden Zeitpunkt bzw. für jede Temperatur die thermische Dehnung $\epsilon_{th}(T)$ bestimmt wird. Die

Werte aus den verschiedenen Zyklen werden anschließend gemittelt. Damit ergibt sich für die Gesamtdehnung:

$$\varepsilon_{ges}(T) = \varepsilon_{mech}(T) + \varepsilon_{th}(T) \quad (4-11)$$

Der Maschinenweg bzw. die Gesamtdehnung kann damit so gesteuert werden, dass zu jedem Zeitpunkt bzw. jeder Temperatur im Zyklus die vorgegebene mechanische Dehnung erreicht wird. Folgende Proben wurden getestet (Tab. 4-1):

Probe	V_f [%]	Bestimmung thermische Dehnung ε_{th}	TMF-Zyklus
K40	14,4	thermischer Dehnungs-Vorversuch	thermisches Zyklieren (T : 250-550°C ε_{mech} : 0%)
K39	14,6	kein Vorversuch, ε_{th} aus K40	TMF-Zyklus (s. Abb. 4-7)
K47	15,0	kein Vorversuch, ε_{th} aus K40	TMF-Zyklus (s. Abb. 4-7)
K52K42	16,5	thermischer Dehnungs-Vorversuch	TMF-Zyklus (s. Abb. 4-7)

Tab. 4-1: TMF-Proben

Bei K40 war der TMF-Versuch mit angegebenem Temperaturzyklus kraftfrei geregelt, d.h. es kann auch von einem thermischen Zyklieren gesprochen werden. Damit wird festgestellt, ob bereits ohne Last, nur durch den Temperaturzyklus und dem dadurch hervorgerufenen thermischen Ausdehnungsunterschied eine Längenänderung der Probe eintritt. Die Proben K39, K47 und K52 waren dem in Abb. 4-7 beschriebenen Dehnungs- und Temperaturzyklus unterworfen.

Bei Probe K40, K47 und K52K42 ist im elastischen Bereich ein E-Modul-Vorversuch bei verschiedenen Temperaturen vorgenommen worden. Die Temperaturen betragen 20°C, 50°C, 150°C, 250°C, 350°C, 450°C und 550°C. Bei jedem Temperaturschritt waren die Proben mit einer Sinus-Spannungsamplitude von 30 MPa mit 0,5 Hz beaufschlagt. Der E-Modul wurde über fünf Zyklen gemittelt (vgl. 4.2.3).

4.3 Thermische Charakterisierung

Im späteren Einsatzbereich im Divertor sind die thermischen Eigenschaften von entscheidender Bedeutung. Eine gute Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit ist essentiell, um die Wärme von dem plasmabelasteten Wandmaterial in den Kühlkreislauf abzuführen. Mit Hilfe der Messmethoden LFA (Laser Flash Apparatur) und DSC (Differential Scanning Calorimetry) lassen sich die Temperaturleitfähigkeit, die Wärmeleitfähigkeit und die spezifische Wärmekapazität eines Materials bestimmen. Dilatometer-Messungen ermöglichen die Bestimmung des Wärmeausdehnungskoeffizienten. Die thermischen Eigenschaften wurden aus Proben des Systems SCS6/Cu ermittelt, die aus den MMC-Flachproben hergestellt wurden.

4.3.1 Temperaturverhalten von Verbundwerkstoffen

Die Wärmeleitfähigkeit λ [$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$] eines Materials kann über verschiedene stationäre und instationäre Messmethoden bestimmt werden. Für den instationären Fall gilt [72, 124]:

$$\lambda = a \cdot \rho \cdot c_p \quad (4-12)$$

mit der Temperaturleitfähigkeit a , der Dichte ρ und der spezifischen Wärmekapazität c_p . Die Temperaturleitfähigkeit a definiert die Rate, mit der sich ein Material dem thermischen Gleichgewicht annähert (instationärer Zustand). Es gilt [54]:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \cdot \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) \quad (4-13)$$

Im eindimensionalen Fall bleibt nur die zweite Ableitung nach der Ortskoordinate x stehen (Gleichung 4-20). Die spezifische Wärmekapazität c_p ist der Betrag an Wärme, der benötigt wird, um einen Festkörper von 1 kg um 1 K zu erwärmen. Das bedeutet, dass die Wärmemenge ΔQ benötigt wird, um einen Körper um eine Temperatur ΔT zu erwärmen [125, 126]. Für Feststoffe und Flüssigkeiten wird die spezifische Wärmekapazität c_p [$\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$], also die Wärmekapazität pro Masse, unter konstantem Druck gemessen:

$$c_p = \frac{\Delta Q}{\Delta T} \quad (4-14)$$

Die Wärmeleitfähigkeit in einem UD-Verbundwerkstoff in Faserrichtung λ_1 (Index 1) kann unter Annahme einer idealen Faser-Matrix-Anbindung wie folgt berechnet werden [54, 76]:

$$\lambda_1 = \lambda_{f1} \cdot V_f + \lambda_m V_m \quad (4-15)$$

mit Wärmeleitfähigkeit λ_f und Volumenanteil V_f der Faser sowie Wärmeleitfähigkeit λ_m und Volumenanteil V_m der Matrix. Bei einer parallelen Faserrichtung kann eine lineare Mischungsregel angewendet werden, um die Gesamtwärmeleitfähigkeit des Komposits zu berechnen (Gleichung 4-15).

In transversaler Richtung (Index 2) gilt für die Wärmeleitfähigkeit λ_2 :

$$\lambda_2 = \frac{\lambda_{f2} \cdot \lambda_m}{\lambda_{f2} \cdot V_f + \lambda_m \cdot V_m} \quad (4-16)$$

In [54] ist beschrieben, dass diese Gleichung vor allem bei Verbundwerkstoffen mit Fasern einer sehr geringen Wärmeleitfähigkeit zu großen Fehlern führt. Nach Clyne und Withers (1993) und nach Hatta und Taya (1986) [54, 72] ist Gleichung 4-17 eine gute Näherung für langfaserverstärkte Verbundwerkstoffe:

$$\lambda_2 = \lambda_m + \frac{\lambda_m (\lambda_f - \lambda_m) V_f}{\lambda_m + (1 - V_f)(\lambda_f - \lambda_m)/2} \quad (4-17)$$

Wie bereits erwähnt, basieren die Näherungen für die Wärmeleitfähigkeit auf einer idealen Faser-Matrix-Anbindung. Realistisch betrachtet wirken beispielsweise Zwischenschichten,

Poren oder Risse an der Grenzfläche als Barrieren für den Wärmefluss. Auch am Übergang unterschiedlicher Materialien, z. B. Metall/Keramik, kann es zu einer Störung des Wärmetransports kommen. Der Wärmeübergangskoeffizient h ist definiert durch

$$\dot{q}_i = h \cdot \Delta T_i \quad (4-18)$$

und beschreibt den Proportionalitätsfaktor zwischen der Wärmestromdichte durch die Grenzfläche \dot{q}_i [Wm^{-2}] und dem Temperaturunterschied ΔT_i . Neben diesen Größen ist ebenso der Faserdurchmesser zu beachten. Es zeigte sich jedoch, dass aufgrund des Faserdurchmessers von $142 \mu\text{m}$ bei einem SiC-Monofilament in einer Ti-Matrix der Wärmeübergangswert eher eine geringe Rolle spielt [54].

4.3.2 Wärmeleitfähigkeit – LFA-Messungen

Zur Untersuchung der Wärmeleitfähigkeit wurden mit Hilfe der LFA-Methode die Temperaturleitfähigkeit und daraus die Wärmeleitfähigkeit bestimmt.

LFA-Methode

Die Laser Flash Apparatur (LFA) ist ein Gerät, mit dem die Temperaturleitfähigkeit a und über den Zusammenhang (wie Gleichung 4-12).

$$\lambda = a \cdot \rho \cdot c_p \quad (4-19)$$

mit der Dichte ρ und der spezifischen Wärmekapazität c_p , die Wärmeleitfähigkeit λ von Materialien berechnet werden kann. In Abb. 4-8 sind eine LFA der Fa. NETZSCH und der Temperaturanstieg beim zweidimensionalen Wärmetransport abgebildet (LFA 427 [127]).

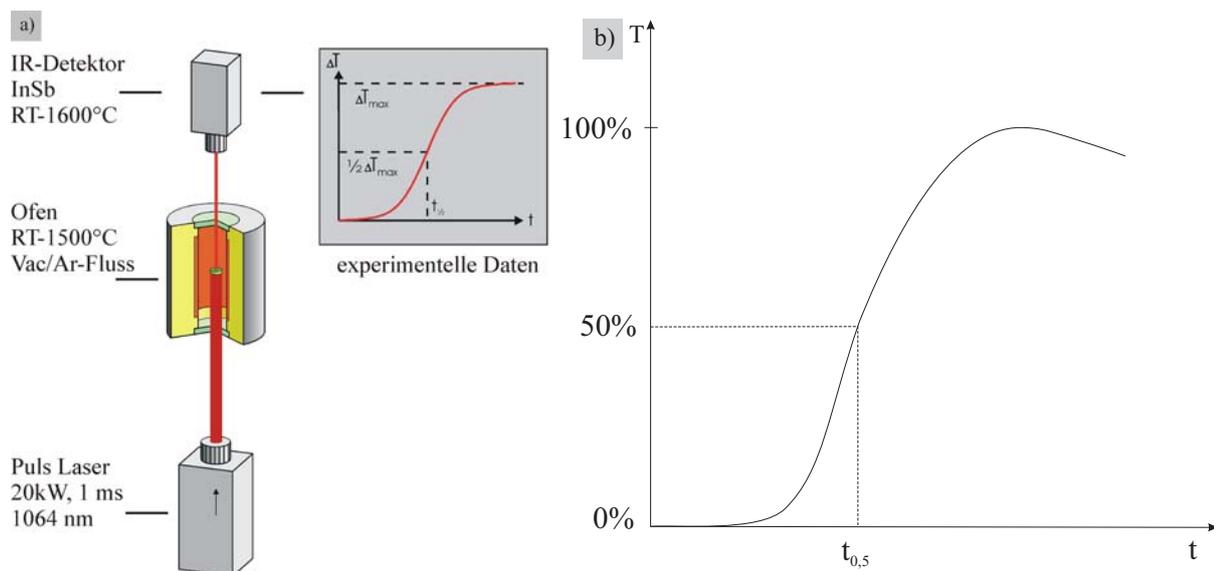


Abb. 4-8: a) Prinzipskizze einer LFA-Anlage von NETZSCH (Quelle: LFA 427 [127]),
b) Temperaturanstieg mit Wärmeverlust

Zur Ermittlung der Temperaturleitfähigkeit bei verschiedenen Temperaturen wird die Unterseite der Probe einem kurzen Laserpuls (Wellenlänge 1064 nm) von üblicherweise

0,8 ms ausgesetzt. Dabei befindet sich das System vor einem Laserimpuls durch die Ofenheizung im Temperaturgleichgewicht. Der Laser, der gleichmäßig über die gesamte Probenunterseite aufgeweitet ist, wird bei nicht transparenten Proben absorbiert, und es findet ein Temperatenausgleich in der Probe statt. Dabei muss der Laserimpuls deutlich kürzer als die Zeit bis zum Temperaturanstieg auf der Rückseite sein. Aufgrund der guten Wärmeleitfähigkeit der Cu- und MMC-Proben wurde in dieser Arbeit ein Laserpuls der Länge 0,5 ms verwendet. Das Aufheizen, d.h. die relative Temperaturänderung der Probenoberseite, wird mit Hilfe eines InSb-Infrarotdetektors gemessen [72, 124, 127, 128]. Der Detektor „sieht“ dabei nur den zentralen Bereich der Probe ($\varnothing=6$ mm), da die Probe mit einer Blende abgedeckt wurde. Die Temperaturleitfähigkeit a des Materials bestimmt die Geschwindigkeit der Temperaturänderung innerhalb der Probe und wird bei homogenen Materialien durch die eindimensionale Diffusionsgleichung

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (4-20)$$

beschrieben.

Der Temperaturablauf wird stark von folgenden Anfangs- und Randbedingungen beeinflusst:

- Adiabatischer Fall
- Endliche Pulsbreite
- Wärmeaustausch mit der Umgebung: Strahlung, Wärmeleitung auf Halter
- Ungleichmäßige Aufheizung der Unterseite der Probe

Verschiedene mathematische Modelle ermöglichen die Berechnung der Temperaturleitfähigkeit für die unterschiedlichen Bedingungen. So gilt für den adiabatischen Fall, d.h. den eindimensionalen Wärmetransport:

$$\alpha = 0,1388 \frac{l^2}{t_{0,5}} \quad (4-21)$$

mit der Zeit $t_{0,5}$ bei Erreichen von 50% des theoretisch maximalen Temperaturanstiegs und der Dicke der Probe l .

In dem Fall eines Wärmeaustauschs mit der Umgebung unterliegt die Probe einem Kühlungsprozess, folglich kann von einem zweidimensionalen Wärmetransport gesprochen werden.

Beim zweidimensionalen Wärmetransport (Abb. 4-8 b)) findet ein Wärmeaustausch mit der Umgebung statt, d.h. ein Teil der zugeführten Energie wird durch Strahlung, Gaskonvektion oder Wärmeleitung abgeführt. Es tritt also ein Wärmeverlust auf. Die Temperatur hängt damit nicht nur von x ab, sondern ist eine Funktion von x , r und t mit der radialen Ortskoordinate r . Nach dem Maximum nimmt die Temperatur durch Wärmeabgabe ab. Ein mathematisches Modell für den zweidimensionalen Wärmetransport ist das Cape-Lehmann-Modell, das über folgende Funktion beschrieben werden kann:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \left(\frac{\partial^2 T}{\partial^2 x} + \frac{\partial^2 T}{\partial^2 r} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{c_p \cdot \rho} q \quad (4-22)$$

Dabei ist c_p die spezifische Wärme, ρ die Dichte und q die Wärmequellenfunktion.

Zu weiteren mathematischen Modellen für die unterschiedlichen Bedingungen wird auf Literatur [127, 128] verwiesen.

Es kann sowohl an Luft, im Vakuum bis ca. $5 \cdot 10^{-5}$ mbar und mit einer Argon-Gasspülung gemessen werden.

Wichtig für eine genaue Messung der Temperaturleitfähigkeit ist die Planparallelität des Probenkörpers, d.h. die Dicke der Probe sollte möglichst an jeder Stelle der Probe gleich sein. Als Richtwert wird von NETZSCH [127] angegeben, dass die mittlere Abweichung nicht über dem Zweifachen der Messgenauigkeit liegen sollte.

Bei optisch dichten Proben, also z. B. metallischen Werkstoffen, wie sie auch in dieser Arbeit verwendet werden, sollten die Oberflächen der Proben gleichmäßig diffus reflektieren. Dies wird am besten durch Sandstrahlen erzielt.

Bei optisch dünnen Proben, z. B. keramischen oder polymeren Werkstoffen und Gläsern, werden die Proben ebenfalls gleichmäßig aufgeraut. Um zu verhindern, dass der Laserstrahl in den Probenkörper eindringt, wird zusätzlich auf beiden Seiten eine dünne, optisch dichte Schicht aufgebracht. Der Laserstrahl kann so absorbiert werden. Auf der Gegenseite muss die Probe für den Detektor, d.h. für die Wellenlänge der Temperaturstrahlung, ebenfalls undurchsichtig sein. Ein für viele Materialien geeignetes Schichtmaterial ist Graphit [127].

Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit

Mit Hilfe der LFA-Messungen (LFA 427, NETZSCH [127-129]) konnte die Temperaturleitfähigkeit und somit auch die Wärmeleitfähigkeit und deren Einflussgrößen untersucht werden.

Zusätzlich zu den MMC-Proben wurden Kupferproben gemessen. Proben aus „reinem“ galvanischem Kupfer konnten durch die galvanische Beschichtung einer einseitig beklebten Cu-Folie erzeugt werden; die Cu-Folie diente nur als Träger für die Galvanikschicht und wurde im Nachhinein wieder abgeschliffen. Die galvanischen Cu-Proben wurden der gleichen Wärmebehandlung wie die MMC-Proben unterzogen.

Aus den Flachproben wurden 10×10 mm² große, planparallele MMC-Proben hergestellt. Die Oberfläche aller Proben wurde auf beiden Seiten geschliffen, so dass eine planparallele Oberfläche entstand, und anschließend beidseitig sandgestrahlt und mit einem Graphitspray besprüht, um den Emissionskoeffizienten zu erhöhen. Gleichzeitig ermöglichte die Graphitschicht auch den Vergleich der reinen Kupferproben mit einer Referenzprobe, einem Feinkorngraphit (EK 98 von Ringsdorff). Die spezifische Wärmekapazität und damit die Wärmeleitfähigkeit von Kupfer wurden direkt aus den LFA-Messungen ermittelt. Dazu wurde die Temperaturleitfähigkeit der Cu-Probe und der Referenzprobe gemessen. Die Wärme-

leitfähigkeit und die spezifische Wärmekapazität der Referenzprobe sind bekannt. Aus dem Vergleich der beiden Proben konnten so diese Werte für das Kupfer bestimmt werden.

Die Wärmeleitfähigkeit der MMC ist aufgrund des inhomogenen Materials nicht aus dem Vergleich mit einer bekannten Referenzprobe zu ermitteln. Mit Hilfe der spezifischen Wärmekapazität des Cu ist es möglich, die Wärmeleitfähigkeit der MMC-Proben in einer Näherung zu berechnen. Die Wärmeleitfähigkeit des MMC λ_{MMC} in Abhängigkeit der Temperatur wird errechnet durch:

$$\lambda_{MMC}(T) = a_{MMC}(T) \cdot c_{p,Cu} \cdot \rho_{eff} \quad (4-23)$$

mit

$$\rho_{eff} = \frac{m_{ges} - \rho_{SiC} \cdot V_f \cdot V_{ges}}{V_{ges}} \quad (4-24)$$

Dabei ist a_{MMC} die Temperaturleitfähigkeit des MMC, $c_{p,Cu}$ die spezifische Wärmekapazität von Cu und ρ_{eff} die effektive Dichte mit der Masse des MMC m_{ges} , der Dichte der SiC-Fasern ρ_{SiC} , dem Faservolumenanteil V_f und dem Gesamtvolumen des MMC V_{ges} .

Die Formel basiert auf der Annahme, dass die Wärmeleitung hauptsächlich über die Cu-Matrix erfolgt ($a(\text{SiC}) \ll a(\text{Cu})$). Peters [33, 35] hat eine Wärmeleitfähigkeit der SCS6-Fasern von $16 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ermittelt. Die Fasern leiten also deutlich weniger Wärme als die Cu-Matrix. Aus diesem Grund wurden die Fasern als Wärmeleitungsträger vernachlässigt, d.h. die Fasern als nicht wärmeleitende Poren betrachtet. Aufgrund dessen wurden die spezifische Wärmekapazität und die effektive Dichte von Kupfer für die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit des MMC verwendet. Für die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit war allerdings das gesamte MMC zu betrachten, da a_{MMC} die Geschwindigkeit des Wärmetransports durch die Matrix beschreibt, die durch die Struktur des MMC, also im Besonderen von dem Faservolumenanteil, beeinflusst wird.

Die Temperaturleitfähigkeit und die Wärmeleitfähigkeit der MMC wurden in Abhängigkeit von folgenden Faktoren untersucht:

- Temperatur: RT, 100, 200, 300, 400, 500, 600°C
- Faservolumenanteil
- Faserorientierung der UD-Lagen: 0°/0° und 0°/90°
- Anzahl der UD-Lagen: 3 bzw. 5 Lagen

Zusätzlich wurden die Ergebnisse mit den theoretischen Werten nach dem Ansatz von Clyne und Withers (1993), Hatta und Taya (1986) [54, 72] verglichen (siehe Kapitel 4.3.1), der eine gute Annäherung für Verbundwerkstoffe mit Fasern einer sehr geringen Wärmeleitfähigkeit beschreibt.

Bestimmung der theoretischen Wärmeleitfähigkeit

In Kapitel 4.3.1 wurde bereits auf die theoretische Wärmeleitfähigkeit eingegangen. Handelt es sich um einen Faserverbundwerkstoff, so kann die Wärmeleitfähigkeit des Komposits λ_{MMC} quer zu den Fasern (transversale Richtung) auf Basis der Wärmeleitfähigkeit der Einzelkomponenten (λ_{Cu} , λ_{SiC}) und des Faservolumenanteils (V_f) berechnet werden. Für langfaserverstärkte Verbundwerkstoffe mit Fasern einer geringen Wärmeleitfähigkeit, wie sie auch hier vorliegen, gilt:

$$\lambda_{MMC} = \lambda_{Cu} + \frac{\lambda_{Cu}(\lambda_{SiC} - \lambda_{Cu})V_f}{\lambda_{Cu} + (1 - V_f)(\lambda_{SiC} - \lambda_{Cu})/2} \quad (4-25)$$

Die Wärmeleitfähigkeit des galvanischen Cu beträgt bei RT $333 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, die der Fasern $16 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Für verschiedene Faservolumenanteile ergeben sich damit folgende Wärmeleitfähigkeiten λ_{SiC16} (Tab. 4-2). Zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der MMC aus den LFA-Messungen wurde die Wärmeleitfähigkeit der Fasern vernachlässigt, da diese deutlich geringer als die Wärmeleitfähigkeit des Cu ist. Unter der Annahme, dass die Fasern nicht leiten, ließ sich die theoretische Wärmeleitfähigkeit λ_{SiC0} berechnen (Tab. 4-2).

V_f [%]	λ_{SiC16} [$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$]	λ_{SiC0} [$\text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$]	$\Delta\lambda$ [$\text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$]
7	293,2	289,4	3,8
8	287,9	283,7	4,2
9	282,7	278,0	4,7
10	277,5	272,5	5,1
11	272,5	267,0	5,5
12	267,5	261,6	5,9
13	262,7	256,4	6,3
14	257,9	251,2	6,7
15	253,1	246,1	7,0
16	248,5	241,1	7,4
17	243,9	236,2	7,7

Tab. 4-2: Berechnete Wärmeleitfähigkeit auf Basis der Wärmeleitfähigkeit des Cu und der SiC-Fasern

Die Abweichung der Wärmeleitfähigkeiten und somit der Fehler durch die Vernachlässigung der Wärmeleitfähigkeit der Fasern steigt mit zunehmenden V_f . In Bezug auf λ_{SiC16} liegt der Fehler bei dieser Annahme (λ_{SiC0}) bei maximal 3,2% bei einem Faservolumenanteil von $V_f=17\%$. Der Fehler ist deutlich kleiner als der durch die c_p -Wert-Ermittlung verursachte (vgl. Fehlerbeurteilung 6.2.1). Somit kann bei der Berechnung der Wärmeleitfähigkeit aus der Temperaturleitfähigkeit in 6.2.1 von einer guten Näherung ausgegangen werden.

4.3.3 Spezifische Wärmekapazität – DSC-Messungen

Mit Hilfe der DSC-Methode wurde die spezifische Wärmekapazität von Kupfer untersucht, um die Ergebnisse der LFA-Methode, bei dem die spezifische Wärmekapazität über eine Vergleichsmessung mit einem bekannten Material ermittelt wurde, zu überprüfen.

DSC-Methode

Die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) ist eine quantitative kalorimetrische Messmethode, bei der die Veränderung des Wärmeflusses zwischen Probe und einer Referenz während einer definierten Temperaturänderung analysiert wird. So können z. B. Wärmeeffekte wie Phasenumwandlungen und Phasenumwandlungsenthalpien oder die spezifische Wärmekapazität c_p bestimmt werden. Die Probe wird dabei einem kontrollierten Temperaturprogramm, einer Temperaturrampe mit konstanter Steigung, unterworfen und die Temperaturdifferenz zwischen der Probe und einer Referenzprobe mit zwei identischen Thermo-Elementen gemessen [129].

Mögliche quantitative Messungen mit der DSC sind nach Haines [130]:

- spezifische Wärmekapazität
- Enthalpieänderungen
- Reinheitsgrad
- Wärmeleitfähigkeit
- kinetische Betrachtungen chemischer Reaktionen
- Phasenübergänge, Glasübergang, Kristallstrukturänderung
- Dampfdruck

Es werden zwei klassische Messverfahren unterschieden:

- dynamische Wärmestromdifferenzkalorimetrie oder „heat flux“ DSC
- dynamische Leistungsdifferenzkalorimetrie oder „power compensating“ DSC

Bei der dynamischen Wärmestromdifferenzkalorimetrie werden Probe und Referenz in demselben Ofen aufgeheizt und die Temperatur mittels Thermofühler gemessen. Der Temperaturunterschied, der sich zwischen Probe und Referenz einstellt, wird als Signal ausgegeben. Bei der dynamischen Leistungskalorimetrie befinden sich Probe und Referenz in getrennten, thermisch isolierten Öfen. Durch thermische Leistung werden diese so geregelt, dass die Temperatur der Probe und der Referenz stets gleich ist, d.h., dass Temperaturunterschiede ausgeglichen werden und das Temperaturprogramm erfüllt wird. Eine weitere, neuere Methode ist die Modulierte Temperatur DSC (MTDSC). Dabei wird die lineare Temperaturänderung mit einer regelmäßigen Modulation, z. B. sinusförmiger- oder Sägezahn-Modulierung überlagert [124, 130, 131].

Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität

Mittels DSC-Messungen (DSC 404 C Pegasus, NETZSCH [132]) kann die spezifische Wärmekapazität von homogenen Materialien bestimmt werden. In dieser Arbeit wurde die dynamische Wärmestromkalorimetrie angewendet und die spezifische Wärmekapazität von galvanisch hergestelltem Kupfer gemessen, um diesen Wert mit dem aus der LFA-Messung gewonnenen Wert zu vergleichen. Zu diesem Zweck wurden aus der bereits für die LFA-Messungen verwendeten wärmebehandelten galvanischen Platte eine Probe mit den Abmessungen $3,7 \times 3,7 \times 1,6 \text{ mm}^3$ herausgetrennt. Die Probe wurde auf einer Seite plan geschliffen und die spezifische Wärmekapazität mit Hilfe der DSC gemessen. Im Anschluss an einen Leertest wurde Saphir als Referenzprobe und die zu beurteilende Probe, galvanisches Cu, gemessen.

4.3.4 Wärmeausdehnungskoeffizient – Dilatometer-Messungen

Bei einer Änderung der Temperatur verändern sich die Abmessungen eines Körpers im Vergleich zu seinen ursprünglichen Dimensionen. Um die Ausdehnung bei verschiedenen Temperaturen und thermisch induzierten mechanischen Spannungen abschätzen zu können, ist die Kenntnis des Wärmeausdehnungskoeffizienten eines Materials erforderlich.

Der lineare Wärmeausdehnungskoeffizient α_l wird dabei definiert als die Längenänderung dL eines festen Stoffes im Bezug auf die Ausgangslänge L_0 bei einer Temperaturänderung dT [52, 72, 130]:

Es gilt allgemein:

$$\alpha_l = \frac{1}{L_0} \cdot \frac{dL}{dT} \quad (4-26)$$

Der Wärmeausdehnungskoeffizient variiert stark mit der Temperatur [125].

Wärmeausdehnungskoeffizient bei Faserverbundwerkstoffen

Bei Faserverbundwerkstoffen spielt der Wärmeausdehnungskoeffizient eine entscheidende Rolle. Sehr häufig ist der Unterschied zwischen dem Ausdehnungskoeffizienten der Faser und der Matrix sehr groß. Dies führt zu thermischen Spannungen zwischen Faser und Matrix [54, 62]. Gleichzeitig können die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der Einzelkomponenten durch Anzahl und gezielte Verteilung genutzt werden, um den Ausdehnungskoeffizienten des Komposits zu beeinflussen bzw. zu steuern. Für langfaserverstärkte Faserverbundwerkstoffe gilt für den linearen Ausdehnungskoeffizienten α_l [52, 55, 58]:

$$\alpha_l = \frac{1}{E_1} (\alpha_f V_f E_f + \alpha_m V_m E_m) \quad \text{bzw.} \quad \alpha_l = \frac{\alpha_f V_f E_f + \alpha_m V_m E_m}{V_f E_f + V_m E_m} \quad (4-27)$$

Dabei ist α der Ausdehnungskoeffizient und E der Elastizitätsmodul der Faser (Index f) bzw. der Matrix (Index m). Für den Ausdehnungskoeffizienten quer zur Faser α_2 gilt:

$$\alpha_2 = \alpha_f V_f (1 + \nu_f) + \alpha_m V_m (1 + \nu_m) - \alpha_1 \nu_{12} \quad (4-28)$$

mit ν als Querkontraktionszahl.

Der Wärmeausdehnungskoeffizient kann mit Hilfe eines Dilatometers bestimmt werden. Die Funktionsweise ist in [72] beschrieben.

Bestimmung des Wärmeausdehnungskoeffizienten

Die Dilatometermessungen der MMC-Proben wurden vom Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung (IFAM, Dresden) durchgeführt. Dazu wurde die thermische Längenausdehnung $\frac{dL}{L_0}$ nach DIN 51045-1 verschiedener MMC-Proben in unterschiedlicher Messrichtung (in und quer zur Faserrichtung) ermittelt und der Wärmeausdehnungskoeffizient α berechnet. Folgende MMC-Proben wurden gemessen (Tab. 4-3):

Probenname	Messrichtung	Faserorientierung, Lagenanzahl	V_f [%]
MMC16-1	quer zur Faserrichtung	5 Lagen, 0°/0°	12,0
MMC16-2	in Faserrichtung	5 Lagen, 0°/0°	12,0
MMC18	in Faserrichtung	5 Lagen, 0°/0°	10,7
MMC20-1	in Faserrichtung	5 Lagen, 0°/0°	13,2
MMC20-2	quer zur Faserrichtung	5 Lagen, 0°/0°	13,6
MMC19	3 Lagen in Faserrichtung 2 Lagen quer zur Faserrichtung	5 Lagen, 0°/90°	12,7

Tab. 4-3: Proben für die Messung des Wärmeausdehnungskoeffizienten

Zusätzlich wurde als Referenzprobe galvanisches Cu mit Wärmebehandlung (galv. Cu4-wb) gemessen. Der thermische Ausdehnungskoeffizient wurde bei allen Proben beim Aufheizen für 50, 150, 250, 350, 450 und 550°C bestimmt.

5. Charakterisierung eines Flachziegel-Mock-ups

Im späteren Einsatzfall des Verbundmaterials, im Divertor, treten hohe Wärmeflüsse auf. Dementsprechend ist das Verhalten des SiC_f/Cu -Verbundwerkstoffs in der Komponente mit Wolfram und CuCrZr unter diesen Belastungen zu testen. Zu diesem Zweck wurde ein Prototyp aufgebaut, um zu überprüfen, ob das Material hohen Wärmelasten und den damit verbundenen hohen Temperaturen standhält und die Wärme ausreichend abgeführt wird. Die Komponente, ein sogenannter Flachziegel-Mock-up (Abb. 5-3), besteht aus Wolfram (plasmabelastetes Wandmaterial im Divertor), dem MMC und dem Wärmesenkenmaterial CuCrZr . In Kooperation mit Ansaldo Ricerche S.p.A. (Genua, Italien) wurden als Vortests Thermoschocktests mit kleineren Komponenten durchgeführt und diese qualitativ ausgewertet. Mehrere Komponenten im ITER-Design (Flachziegel-Mock-ups) wurden in dem Wärmeflussteststand GLADIS getestet.

5.1 Wärmeflussteststand GLADIS

Der Wärmeflussteststand GLADIS (Garching Large Divertor Sample Test Facility) am Max-Planck-Institut für Plasmaphysik (IPP) wurde für die thermische Untersuchung von plasma-belasteten Wandmaterialien (PFM – Plasma Facing Material) unter hohen Wärmeflüssen, ähnlich den in zukünftigen Fusionsanlagen erwarteten, aufgebaut [133-135]. Mit dieser Testanlage ist es möglich, aktiv gekühlte Divertor-Komponenten mit großen äußeren Abmessungen bis zu 2 m Länge auf thermische und mechanische Stabilität zu untersuchen. Mechanische Spannungen werden hier durch die unterschiedlichen Ausdehnungen der Materialien bei thermischen Belastungen hervorgerufen. Zwei Ionenquellen mit jeweils 1,1 MW Strahlleistung stehen zur Verfügung. Damit werden Wärmeflüsse von 0,2 bis 45 MW/m^2 an der Target-Position erreicht. Detaillierte technische Charakteristika und Informationen über die verschiedenen Systeme, beispielsweise die Erzeugung des Vakuums, Kühlung, Stromversorgung, Target-Diagnostiken usw. sind in [135] beschrieben. Verschiedenste Divertor-Komponenten, z. B. Wendelstein 7-X Vorserien-Divertor-Targets oder auch erste Komponenten für DEMO-Divertor-Prototypen wurden bereits mit dem Wärmeflussteststand GLADIS getestet [71, 133, 136-138].

In dieser Arbeit wurde das Flachziegel-Design, das als mögliches Divertor-Konzept für DEMO infrage kommt, untersucht. Der Flachziegel-Mock-up besteht aus W als PFM, einer MMC-Zwischenschicht aus SiC_f/Cu und als Wärmesenke einem CuCrZr -Block mit Kühlkanal.

5.2 Thermoschocktest

Der Thermoschocktest diente als Vorversuch zur Überprüfung, welchen Temperaturbelastungen, insbesondere schnellen Temperaturwechseln, das Material und die Lötung standhalten, und welche Schäden im MMC oder auch an der Verbindung zwischen den

Materialien auftreten. Anhand von Querschliffen können diese Schäden qualitativ beurteilt werden. Für die Thermoschocktests wurden kleine Komponenten, die jeweils aus den folgenden Materialien bestehen, aufgebaut:

- Wolfram-Ziegel (13x10x5 mm³)
- MMC
- CuCrZr (17x13x10 mm³)

Der Aufbau einer Komponente für die Thermoschocktests ist in Abb. 5-1 dargestellt.

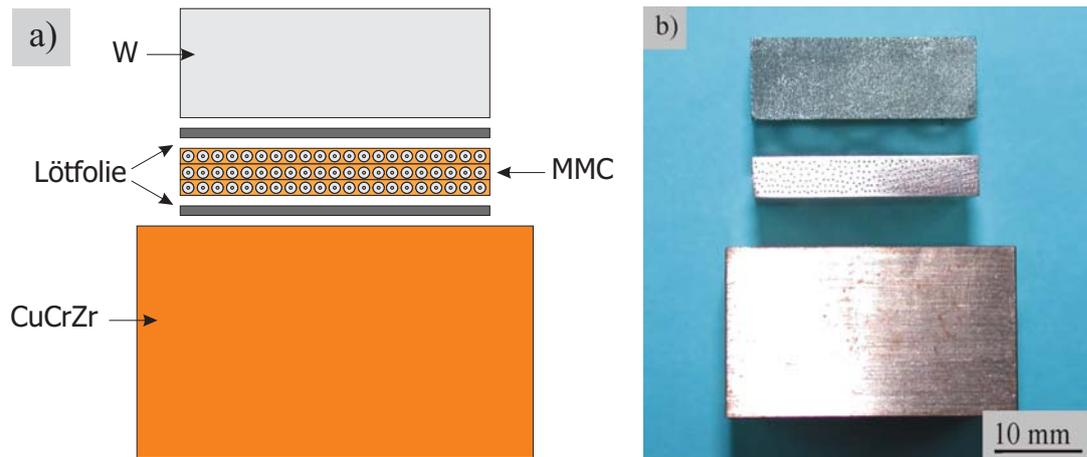


Abb. 5-1: a) schematischer Aufbau der Komponente für die Thermoschocktests, b) Materialien für die Thermoschock-Testkomponente

Die einzelnen Materialien wurden bei Ansaldo Ricerche S.p.A. miteinander verlötet und ausscheidungsgehärtet. Die verwendete Lötfolie mit einer Dicke von 60 µm besteht aus 87,75% Cu, 0,25% Ni und 12% Ge (Gemco, Wesgo Metals). Die übereinander gestapelten Materialien (s. Abb. 5-1 a)) wurden im Vakuum auf 990°C aufgeheizt. Nach dem Aufheizen wurden die Komponenten sehr schnell abgekühlt, um zu vermeiden, dass Cr und Zr große Ausscheidungen bilden. Eine anschließende dreistündige Ausscheidungshärtung bei 475°C diente der gezielten Einstellung der Größe der Cr- und Zr-Ausscheidungen in der CuCrZr-Legierung.

Für Thermoschocktests wurden folgende MMC verwendet:

Probenname	UD Lagenanzahl	Faserorientierung	V_f [%]
MMC4	3 Lagen	0°/0°	8,5
MMC8	3 Lagen	0°/0°	12,5
MMC5	3 Lagen	0°/90°	8,0
MMC9	3 Lagen	0°/90°	13,0
MMC11	5 Lagen	0°/0°	12,0

Tab. 5-1: MMC für die Komponenten der Thermoschocktests

Nach dem Verlöten und der Ausscheidungshärtung erfolgte der Thermoschocktest der Komponenten. Dazu wurden sie langsam auf eine Temperatur von 450°C aufgeheizt und im Anschluss in Wasser bei Raumtemperatur abgeschreckt. Mit einem Temperaturfühler, der in einer kleinen Bohrung in der Mitte der Komponenten, etwa 5 mm unterhalb des MMC angebracht war, konnte die Temperatur bestimmt werden. Nähere Informationen über das Löten und die Wärmebehandlung für die Ausscheidungshärtung des CuCrZr sowie über den Thermoschocktest sind in [21-24, 139-141] gegeben.

5.3 Wärmeflusstests

Die Wärmeflusstests wurden am Wärmeflussteststand GLADIS im IPP durchgeführt. Dazu wurden Flachziegel-Mock-ups als erste Prototypen aufgebaut und einem sogenannten „Screening“-Test sowie zyklischen Tests unterzogen. Neben den Experimenten gaben Temperaturberechnungen einen guten Aufschluss über die Temperaturverteilung eines Flachziegel-Mock-ups unter bestimmten Wärmelasten. Spannungssimulationen konnten Spannungsspitzen, d.h. kritische Versagensstellen, aufzeigen.

5.3.1 Aufbau eines Flachziegel-Mock-ups

Die aktiv gekühlten Flachziegel-Mock-ups bestehen jeweils aus drei verschiedenen Bauteilen (vgl. Aufbau Thermoschocktests):

- 8 W-Ziegel
- MMC
- CuCrZr-Block

Die Bauteile sind in Abb. 5-2 dargestellt.



Abb. 5-2: Bauteile für ein Flachziegel-Mock-up
a) W-Ziegel, b) MMC, c) CuCrZr

Das MMC hat eine Länge von 41,5 mm, eine Breite von 27 mm und eine Dicke von ca. 2,5 mm. Wie in Kapitel 5.2 beschrieben, wurden die einzelnen Materialien mit je zwei Lötfolien (Gemco) verlötet. Alle Bauteile wurden vor dem Verlöten nochmals geätzt und gereinigt. Abb. 5-3 zeigt einen fertigen Flachziegel-Mock-up.

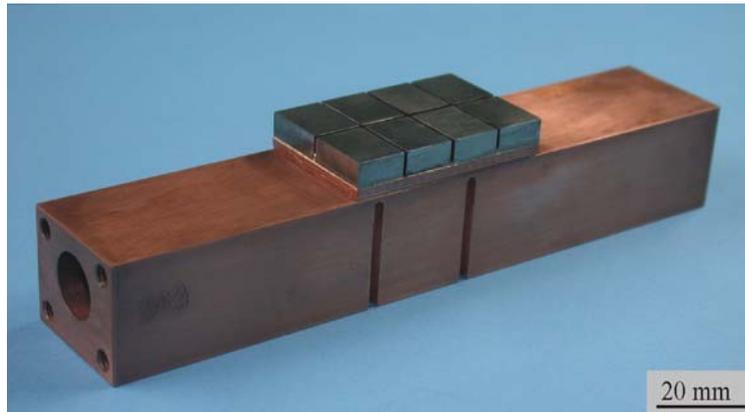


Abb. 5-3: Flachziegel-Mock-up

Der CuCrZr-Block ist mit einer Bohrung, die als Kühlkanal dient, versehen. Über eine Anschluss-Vorrichtung kann dieser an das Kühlsystem von GLADIS angeschlossen werden. Die genauen Abmessungen der Bauteile und des Anschlusses an das GLADIS-Kühlsystem sind der technischen Zeichnung im Anhang B zu entnehmen. Nach dem Verlöten wurden die Mock-ups mit jeweils zwei Bohrungen mit Nut zur Aufnahme der Temperaturfühler versehen. Damit war es möglich, die Temperatur in der Mitte des Mock-ups 2 mm oberhalb des Kühlkanals, zu messen.

Insgesamt wurden drei Mock-ups mit folgenden MMC hergestellt (Tab. 5-2).

Mock-up	MMC-Probe	UD Lagenanzahl	Faserorientierung	V_f [%]
A	MMC24	4	0°/0°	13,7
B	MMC25	4	0°/0°	14,2
C	MMC26	5	0°/0°	13,8

Tab. 5-2: Mock-ups – Zusammensetzung der MMC

Für die Prototypentests wurden für alle Mock-ups eine 0°/0°-Faserorientierung gewählt, da geprüft werden soll, ob sich das Material SiC_f/Cu als Zwischenschicht im Allgemeinen eignet. Die Fasern wurden in der Hauptbelastungsrichtung quer zum Kühlkanal angeordnet. Als Faservolumenanteil wurde $V_f \sim 14\%$ ausgewählt, da die Experimente der MMC gezeigt haben, dass mit diesem Faservolumenanteil eine ausreichende Festigkeit bei gleichzeitig hoher Wärmeleitfähigkeit erzielt werden kann. Die Herstellung der MMC erfolgte, wie in Kapitel 3 beschrieben, über eine Vorbeschichtung der Fasern in der Sputteranlage und durch zwei galvanische Schritte von einer bzw. 15 Stunden. Die UD-Lagen wurden bei 650°C und 41,5 MPa im Vakuum gepresst. Mock-up A und Mock-up B bestanden aus einem vierlagigen MMC, für Mock-up C wurden ein fünflagiges MMC ausgewählt, um einen möglichen Einfluss von unterschiedlicher Lagenanzahl und Dicke untersuchen zu können.

5.3.2 Wärmeflusstests GLADIS

Die drei Flachziegel-Mock-ups wurden in die GLADIS-Vakuumkammer eingebaut (Abb. 5-4).



Abb. 5-4: a) GLADIS-Vakuumkammer,
b) eingebauter Mock-up

Die Mock-ups wurden über den Anschluss (Kapitel 5.3.1) an das Kühlsystem des GLADIS-Teststands angeschlossen und das Kühlwasser mit einem Druck von 10 bar und einer Geschwindigkeit von 12 m/s durch den Kühlkreislauf gepumpt. Die Wassertemperatur lag bei etwa 10°C. Mit dem Ionenstrahl war es möglich, eine gleichmäßige Verteilung der Strahlungsintensität über die Mock-up-Fläche zu erzielen. Blenden ermöglichten eine Abschattung von Bauteilen, die nicht dem Ionenstrahl ausgesetzt sein sollten. Zunächst wurde eine Abrasterung, ein sogenanntes „Screening“, durchgeführt, bei dem der Wärmefluss langsam erhöht wurde, um das Gesamtverhalten des Mock-ups abschätzen zu können. Die Mock-ups wurden mit 0,2, 0,5, 1, 2, 3, 4,4, 5,2, 6, 7, 8 und 10,5 MW/m² für jeweils 30 Sekunden belastet. Im Anschluss an die Screening-Tests folgten zyklische Belastungen der Mock-ups bei 10,5 MW/m² für jeweils 20 Sekunden pro Minute. Die Belastungen betragen je nach Probe 20 und 40 bzw. 80 Zyklen.

Zur Messung der Temperatur standen verschiedene Apparaturen zur Verfügung. Mit den Temperaturfühlern (Temperaturlimit bei 1800°C) wurde die Temperatur innerhalb der Wärmesenke CuCrZr 2 mm oberhalb des Kühlkanals und 2 mm unterhalb des MMC gemessen (TC1, TC2). Die Temperaturbestimmung an der Oberfläche (W-Ziegel) der Mock-ups erfolgte mittels eines Ein- und eines Zweifarbenpyrometers. Der Temperaturbereich des Einfarbenpyrometers liegt bei 650-2200°C, der des Zweifarbenpyrometers bei 700-1700°C. Als Emissionskoeffizient des Einfarbenpyrometers wurde 0,2 gewählt. Zudem standen eine Infrarotkamera und eine CCD-Video-Kamera zur Verfügung.

5.3.3 Modellierung

Um die Temperaturverteilung und die Spannungsverteilung im Mock-up abschätzen zu können und diese mit den experimentellen Ergebnissen zu vergleichen, wurden verschiedene FEM-Simulationen durchgeführt. Der Hauptteil der Modellierung bestand aus einer

2D-Temperatursimulation in Abhängigkeit verschiedener Wärmeflüsse. Einen Aufschluss über die Spannungsverteilung im Bauteil gaben 3D-Spannungssimulationen.

Temperaturmodellierung

Neben den experimentellen Wärmeflusstests wurde die Temperaturverteilung an der Oberfläche und innerhalb des Flachziegel-Mock-ups mit Hilfe der 2D-Finite-Elemente-Methode (FEM) berechnet. Bei der FEM-Berechnung als numerisches Näherungsverfahren werden die Ansatzfunktionen nur auf Teilbereiche des Bauteils angewendet. Das Bauteil wird in kleine Teilgebiete, die Finiten Elemente, unterteilt. Die Elemente sind an den Knotenpunkten mit den Nachbarelementen verbunden [142].

Für die Berechnungen der Temperaturverteilung kam das Programm ANSYS 5.3 bzw. ANSYS ED 9.0 zum Einsatz. Im Preprocessing wurde ein mathematisches Modell mit Berücksichtigung der Geometrie und der Materialdaten in Abhängigkeit von der Temperatur erstellt. Die Abschätzung der Wärmeleitfähigkeit des MMC basiert auf LFA-Messungen bis 600°C eines MMC mit $V_f \sim 13-14\%$. Zudem wurden die Randbedingungen und Wärmelasten festgelegt. Um die Rechenzeiten zu reduzieren, wurde die Symmetrie des Mock-ups ausgenutzt und der halbe Querschnitt diskretisiert, d.h. aus Finiten Elementen erzeugt. In der Simulation wird die Temperatur jedes einzelnen Elements in Abhängigkeit vom beaufschlagten Wärmefluss an der Wolfram-Oberfläche ermittelt und graphisch dargestellt. Die Temperaturfelder wurden für die Wärmeflüsse 0,2 – 10,5 MW/m² (wie im Experiment) sowie 12, 15 und 20 MW/m² für jeweils 20 s bestimmt.

Um den Wärmetransport am Übergang in den Kühlkanal zu berücksichtigen, wurde ein von Greuner [143] entwickelter Algorithmus in die transiente FEM-Berechnung implementiert. Die Thermodynamik und die grundlegenden Formeln sind in den Arbeiten von Hermann [71] und Worbs [144] zusammengefasst.

In Abhängigkeit von der Wandtemperatur wird bei der hier vorliegenden turbulenten Strömung (Reynoldszahl $Re > 2300$ bei $v_{Wasser} = 12$ m/s, $T_{Wasser} = 20^\circ\text{C}$ und $p_{statisch} = 10$ bar) zwischen den folgenden Wärmeübergangsregimen unterschieden:

- einphasige Wärmeübertragung mit erzwungener Konvektion
- teilweises unterkühltes Sieden - Übergang von erzwungener Konvektion zum Blasensieden
- unterkühltes Sieden
- kritische Wärmestromdichte

Dabei gilt für die einphasige Wärmeübertragung mit erzwungener Konvektion ($T < 180^\circ\text{C}$) für den Wärmeaustausch \dot{q} :

$$\dot{q}_{con} = h(T_{Wand} - T_{Wasser}) \quad (5-1)$$

mit dem Wärmeübergangskoeffizienten h

$$h = \frac{\lambda}{d} \cdot Nu \quad (5-2)$$

und der Wärmeleitfähigkeit λ , dem Rohrdurchmesser d und der Nusseltzahl Nu .

Nu wird von Gnielinski beschrieben als [145]:

$$Nu = \frac{\frac{\zeta}{8} (\text{Re} - 1000) \text{Pr}}{1 + 12,7 \sqrt{\zeta/8} (\text{Pr}^{\frac{2}{3}} - 1)} \left[1 + \left(\frac{d_i}{l} \right)^{\frac{2}{3}} \right] \quad (5-3)$$

Für Widerstandsbeiwert ζ und Prandtlzahl Pr gelten:

$$\zeta = (1,82 \cdot \log_{10} \text{Re} - 1,64)^{-2} \quad (5-4)$$

$$\text{Pr}(20^\circ\text{C}) = 6,94 \quad (5-5)$$

Bei höheren Temperaturen ($> 180^\circ\text{C}$) geht die erzwungene Konvektion in teilweises unterkühltes Sieden über, das mathematisch durch Bergles und Rohsenow und durch Thom beschrieben wird [146]. Liegt die Wandtemperatur über der Sättigungstemperatur, bilden sich während des unterkühlten Siedens Dampfblasen an der Wand aus. Die Temperatur im Inneren des Fluids ist unterkühlt. Die Blasen wachsen bis zu einer kritischen Größe, an der sie in das Innere der Flüssigkeit transportiert werden und dort aufgrund der geringeren Temperatur kondensieren. Ist auch im Kern der Strömung Siedetemperatur erreicht, wird von voll ausgebildetem unterkühltem Sieden gesprochen. Der Prozess des teilweisen unterkühlten Siedens wird von Bergles und Rohsenow in folgender Formel erfasst [146]:

$$\dot{q} = (\dot{q}_{konv}^2 + \dot{q}_{sieden}^2)^{\frac{1}{2}} \quad (5-6)$$

und

$$\dot{q}_{sieden} = \frac{(T_{Wand} - T_{Sättigung})^2}{22,65 \cdot e^{\frac{-p}{87}}} \quad (5-7)$$

mit dem Wasserdruck p und der Sättigungstemperatur $T_{Sättigung}$. Das Ende des teilweisen unterkühlten Siedens wird durch Engelberg-Forster und Grief angegeben [146]:

$$\dot{q}_A = 1,4 \cdot \dot{q}_B \quad (5-8)$$

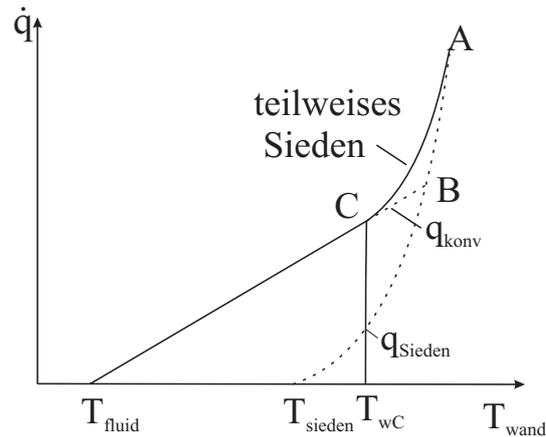


Abb. 5-5: Wärmetransport durch Konvektion und teilweises Sieden

Ein weiteres Wärmetransportregime wird als kritische Wärmestromdichte (critical heat flux) bezeichnet und durch Tong [147, 148] erläutert. Dabei bildet sich ein thermisch isolierender Dampffilm zwischen Fluid und Heizwand aus, was zu einem raschen Anstieg der Heizflächentemperatur führt.

Spannungssimulation

Eine FEM-Spannungssimulation des Flachziegel-Mock-ups unter einer Wärmelast von $10,5 \text{ MW/m}^2$ diente als Ergänzung der Experimente, um kritische Stellen im Mock-up, bei denen große Spannungen im Bauteil auftreten, aufzuzeigen. Bei der Simulation kam das Programm ABAQUS Version 6.8-1 zum Einsatz [149].

Es wurde ein vierlagiges unidirektionales MMC mit einem Faservolumenanteil von 14% modelliert. Die Spannungsberechnung erfolgte in zwei Stufen: in einer homogenen Temperaturabnahme bei der Herstellung und in einer transienten Wärmeflussbelastung während der GLADIS-Tests. Der spannungsfreie Zustand lag bei 500°C . Als Berechnungsgrundlage der zweiten Belastungsphase wurden die vorab berechneten Temperaturfelder importiert und als Temperaturlast verwendet. Die in der zweiten Stufe induzierten Wärmespannungen wurden mit den in der ersten Stufe ermittelten Eigenspannungsfeldern überlagert. Die Materialdaten in Abhängigkeit der Temperatur (T) von W, CuCrZr und SiC wurden aus [150] entnommen. Beispielhaft sind die wichtigsten Materialdaten für den unteren (RT) und einen oberen Temperaturbereich (500°C) in Tab. 5-3 aufgeführt. Für die Temperaturberechnung des MMC, als homogenisiertes Material betrachtet, wurde die aus den LFA-Messungen abgeschätzte Wärmeleitfähigkeit bis 600°C für ein MMC mit 13-14% Faservolumenanteil (vgl. Temperaturmodellierung) verwendet. Diese liegt bei RT bei $\sim 180 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, bei 500°C bei $\sim 150 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Aufgrund der Plastizität und des Fließens von Kupfer im MMC tritt ein numerisches Konvergenzproblem bei der Faser-Matrix-Betrachtung auf. Eine Berechnung mit dem Material Cu war daher nicht möglich. Deshalb wurde in der Simulation für das MMC CuCrZr verwendet, das eine wesentlich höhere Fließspannung als Cu aufweist. Für die qualitative Bewertung von Spannungsspitzen im Mock-up hat die Verwendung von CuCrZr anstelle Cu praktisch keinen Einfluss.

Material	T	Wärmeleitfähigkeit [$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$]	E-Modul [GPa]	Ausdehnungskoeffizient [K^{-1}]	Fließspannung [MPa] bei plast. Dehnung [%]
Wolfram	RT	175	400	$4,5 \cdot 10^{-6}$	1385
	500°C	132	390	$4,6 \cdot 10^{-6}$	853
CuCrZr	RT	379	128	$15,5 \cdot 10^{-6}$	301 0
					389 0,0458
					440 0,0919
					472 0,1361
					484 0,1617
	500°C	357	100	$20,4 \cdot 10^{-6}$	201 0
					231 0,0465
					242 0,0929
					253 0,1372
					260 0,1629
SiC		16	420	$4,5 \cdot 10^{-6}$	

Tab. 5-3: Materialdaten, Wolfram und CuCrZr und SiC bei RT und 500°C

Zur Rechenzeiteinsparung wurde wiederum die Symmetrie der Bauteile ausgenutzt und der Mock-up im halben Querschnitt (s.o. Temperaturmodellierung) sowie außerdem beim W-Ziegel im halben Längsschnitt modelliert. Die Vernetzung der Mock-up-Geometrie erfolgte dabei mit ~ 15000 quadratischen Elementen vom Typ C3D20R. Neben Verformungen, plastischen Dehnungen und Hauptspannungen wurde ebenfalls die Temperatur ermittelt. Bei der Berechnung der Hauptspannungen in den Richtungen des globalen Koordinatensystems x , y , z entsprach x der Faserrichtung, y der Richtung des Wärmefflusses und z der Richtung des Kühlkanals. Die Faserrichtung ist dabei senkrecht zur Kühlrichtung. Die Hauptspannungen ergaben sowohl die Vergleichsspannung nach von Mises als auch nach Tresca. Die Spannungsberechnung erfolgte an drei Zeitpunkten, dem Eigenspannungszustand, der nach dem Lötprozess vorliegt (Res), während des Wärmefflusszyklus zum Zeitpunkt der höchsten Temperatur bei 20 Sekunden (HHF) und nach dem Abkühlen bei 30 Sekunden (Cool). Insgesamt dauerte ein Zyklus mit Abkühlen 30 Sekunden.

Zur Ermittlung der Orte maximaler Spannung wurde, um diese mit dem auftretenden Schadensfall zu vergleichen, die Vergleichsspannung nach von Mises berücksichtigt.

6. Untersuchungsergebnisse zum SiC_f/Cu-Verbundwerkstoff

In diesem Kapitel werden die mechanischen und thermischen Eigenschaften des SiC_f/Cu-Werkstoffs auf Basis der Testergebnisse analysiert.

6.1 Mechanische Eigenschaften

Anhand von Zugversuchen konnten die Zugfestigkeit, der E-Modul und die Bruchdehnung von Einzelfasern und von Verbundproben mit verschiedenen Faservolumenanteilen bestimmt werden.

6.1.1 Einzelfaserzugversuche

Die Ergebnisse der Einzelfaserzugversuche (Mittelwerte aus jeweils 10 Fasern) sind in Tab. 6-1 zusammengefasst.

Probe	V_f [%]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	E-Modul [GPa]	Bruchdehnung [%]	Bemerkung
SCS6-Rohfaser	100	4248 ±107	371 ±5,3	1,14 ±0,035	unbeschichtet
Sputt	100	4193 ±139	369 ±9,4	1,13 ±0,049	+ Ti
Sputt-wb	100	3830 ±136	377 ±5,6	1,09 ±0,053	+ Ti + wb
Sputt-1h	53	2231 ±51	219 ±5,8	1,02 ±0,046	+ Ti + Cu
Sputt-1h-wb	53	2096 ±58	206 ±4,1	1,02 ±0,055	+ Ti + Cu + wb
Sputt-2h	38	1888 ±55	160 ±1,7	1,08 ±0,054	+ Ti + Cu
Sputt-2h-wb	38	1625 ±61	142 ±3,0	1,07 ±0,054	+ Ti + Cu + wb

Tab. 6-1: Zugfestigkeit, E-Modul und Bruchdehnung der Einzelfaser abhängig von V_f

Bei den Fasern mit Ti-Zwischenschicht ist die Schichtdicke zur Berechnung der Zugfestigkeit vernachlässigbar. Somit ergibt sich auch hier ein Faservolumenanteil von $V_f=100\%$. In Abb. 6-1 sind die Ergebnisse der Zugfestigkeit von beschichteten SCS6-Fasern mit unterschiedlichem V_f sowohl mit Wärmebehandlung (Sputt-wb, Sputt-1h-wb, Sputt-2h-wb) als auch ohne (Sputt, Sputt-1h, Sputt-2h) grafisch dargestellt. Zusätzlich sind die gemessenen Werte der SCS6-Rohfaser und die Herstellerangabe der SCS6-Faser abgebildet.

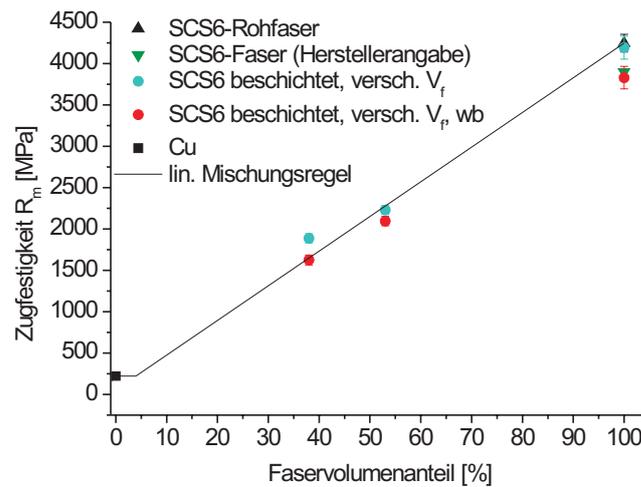


Abb. 6-1: Zugfestigkeit der Einzelfaser in Abhängigkeit vom Faservolumenanteil - lineare Mischungsregel zum Vergleich

Die lineare Mischungsregel berechnet sich auf Grundlage der gemessenen Spannungen für die Rohfaser und für die Cu-Proben ($\sigma_{Cu,max} = 221 \pm 0,2$ MPa, $E_{Cu,max} = 110 \pm 5$ GPa). Da die Bruchdehnung des duktilen Kupfers deutlich größer als die der spröden Fasern ist, wird für die Berechnung der Spannung nach der linearen Mischungsregel nicht die Zugfestigkeit des Kupfers $\sigma_{Cu,max}$, sondern die Spannung $(\sigma_m)_{\epsilon_{f,max}}$ bei einer Dehnung, die der Bruchdehnung der Fasern entspricht ($\epsilon_{SiC,max} = 1,14\%$), verwendet (vgl. Kapitel 4.2.1). Aufgrund dessen berechnet sich die Spannung des Komposits SiC_f/Cu mit $\sigma_{SiC,max} = 4248$ MPa und $(\sigma_{Cu})_{\epsilon_{SiC,max}} = 54,3$ MPa wie folgt:

$$\sigma_{SiC/Cu} = \sigma_{SiC,max} \cdot V_f + (\sigma_{Cu})_{\epsilon_{SiC,max}} \cdot (1 - V_f). \quad (6-1)$$

Daraus ergibt sich ein kritischer Faservolumenanteil von $\sim 4\%$. Erst ab diesem Wert kann die lineare Mischungsregel verwendet werden, und es tritt eine Verstärkungswirkung des Cu ein (2.1.3). Bei Werten unter 4% Faservolumenanteil ist die Festigkeit von reinem Kupfer höher. Peters hat bei Raumtemperatur einen ähnlichen kritischen Faservolumenanteil von 5-6% für den Komposit SiC_f/CuCrZr festgestellt [33, 35]. Abb. 6-1 zeigt, dass die gemessenen Zugfestigkeitswerte für die verschiedenen Faservolumenanteile der linearen Mischungsregel folgen, was auf eine gute Faser-Matrix-Anbindung schließen lässt. Abweichungen von der linearen Mischungsregel können unter anderem auf die Streuung der Zugfestigkeiten der spröden Fasern zurückgeführt werden.

Zusätzlich zu den gemessenen Werten ist noch die Angabe des Herstellers für die Zugfestigkeit der SCS6-Faser (3900 MPa) aufgetragen. Diese liegt um etwa 350 MPa unterhalb der gemessenen Werte für die unbehandelte Faser. Dieser Unterschied ist dadurch zu erklären, dass bei Faserverbundwerkstoffen aufgrund der großen Streuung, insbesondere bei spröden Fasern, meist eine Mindestfestigkeit durch den Hersteller angegeben wird.

Der Vergleich der Ti-beschichteten Fasern mit den unbehandelten Fasern zeigt keinen nennenswerten Unterschied der Zugfestigkeit. Die Zugfestigkeit der beschichteten Faser liegt leicht unterhalb, aber innerhalb der Fehlertoleranz der unbeschichteten SCS6-Faser. Die Ti-Zwischenschicht hat zunächst also keinen Einfluss auf die Festigkeit der Fasern. Erst mit einer Wärmebehandlung, bei der sich TiC und Cu₄Ti bilden [39, 94-96], nimmt die Zugfestigkeit der beschichteten Faser ab. Die Festigkeit der Fasern ist für den Komposit dennoch ausreichend. Entscheidend ist eine gute Faser-Matrix-Anbindung. Die Bildung von TiC und Cu₄Ti verbessert die Haftung zwischen Faser und Matrix, d.h. die Reibspannung und die Scherfestigkeit an der Faser-Matrix-Grenzfläche werden erhöht [39, 94-96]. Die geringeren Festigkeitswerte nach der Wärmebehandlung, die auch bei den galvanisch beschichteten Fasern erkennbar sind, lassen auf eine Schädigung der Faseroberfläche durch die Carbiddbildung schließen [151].

Aus dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm wurde im elastischen Bereich (je nach Probe zwischen $\varepsilon = 0,1\%$ und $\varepsilon = 0,8\%$) die Steigung und somit der E-Modul ermittelt. Die Werte der Rohfasern als auch der mit einer Ti-Zwischenschicht beschichteten Fasern (Sputt, Sputt-wb) liegen in einem ähnlichen Bereich. Sowohl die Ti-Schicht als auch die Carbiddbildung durch die Wärmebehandlung haben keinen Einfluss auf die Steifigkeit der Faser. Für beschichtete Fasern mit einem Faservolumenanteil von 38% und 53% konnten keine E-Modul-Werte ermittelt werden. Aufgrund der hier dickeren Cu-Schicht und des plastischen Verhaltens des Cu verbunden mit Oberflächenveränderungen konnten mit dem Laser-Speckle Extensiometer keine verlässlichen Dehnungswerte gemessen werden.

6.1.2 Komposit-Zugversuche

Die Ergebnisse der Verbundproben sind Tab. 6-2 zu entnehmen. Für die Zugversuche bei Raumtemperatur und 300°C wurde die 44 mm Probengeometrie gewählt. Die lange Probengeometrie wurde bei den Zugversuchen mit 550°C und bei Probe K29 (Prüftemperatur 300°C) gewählt (Kapitel 4.2.3).

Probe	V_f [%]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	E-Modul [GPa]	Prüftemperatur (T)
K20	10,0	379	141	RT
K22	10,0	389	142	RT
K44	14,7	502	144	RT
K50K43	16,3	506	-	RT
K49K49	22,7	625	177	RT
K9	20,0	596	156	RT
K10	20,0	630	159	RT
K25	20,0	685	170	RT
K54K51	11,7	197	121	300°C
K46K40	13,9	321	129	300°C

Probe	V_f [%]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	E-Modul [GPa]	Prüf­temperatur (T)
K29	15,5	342	137	300°C
K41K44	15,8	466	135	300°C
K53K50	21,8	471	156	300°C
K48K48	23,4	522	160	300°C
K28	12,8	215	106	550°C
K26	13,6	188	102	550°C
K30	14,2	168	90	550°C
K15	10,0	-	98	550°C
K18	10,0	-	90	550°C
K12	20,0	-	166/113	RT/550°C

Tab. 6-2: Zugfestigkeit und E-Modul der Verbundproben, abhängig von T und V_f

In Abb. 6-2 sind die Resultate der Zugfestigkeit für verschiedene Faservolumenanteile und Prüf­temperaturen von Raumtemperatur, 300°C und 550°C grafisch dargestellt. Zum Vergleich und zur Berechnung nach der linearen Mischungsregel wurde wiederum die Zugfestigkeit der Kupferproben eingezeichnet (vgl. Einzelfaserzugversuche). Die lineare Mischungsregel wurde für Versuche bei Raumtemperatur berechnet. Der Bereich bis $V_f = 25\%$ ist auch in Abb. 6-4 vergrößert und zusammen mit Vergleichswerten dargestellt.

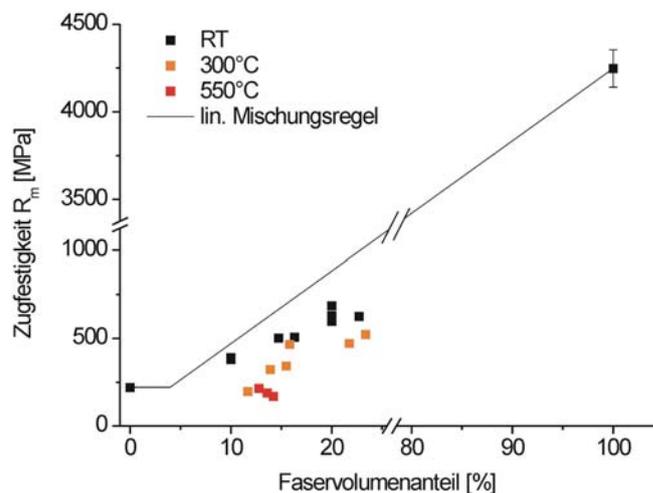


Abb. 6-2: Zugfestigkeit in Abhängigkeit vom Faservolumenanteil

Aus der grafischen Darstellung ist zu erkennen, dass alle Verbundproben eine geringere Zugfestigkeit aufweisen als auf Basis der linearen Mischungsregel anzunehmen wäre. Dieser Effekt wird für experimentelle Daten bereits in [62] erwähnt. Dabei ist zu beachten, dass die lineare Mischungsregel von einer idealen Faser-Matrix-Anbindung und auch einer idealen Verbindung innerhalb der Faser und der Matrix ausgeht. Gefügemerkmale wie Poren und

Korngrenzen beeinflussen jedoch die Festigkeit der Matrix, die dadurch geringer ist als bei einem idealen fehlerfreien Werkstoff.

Bruchflächenuntersuchungen wurden mit der Rasterelektronenmikroskopie durchgeführt. Bei der Betrachtung der aufgenommenen Bruchflächen können Unterschiede zwischen den Proben festgestellt werden. In Abb. 6-3 sind drei verschiedene Bruchflächen nach einem Zugversuch bei 300°C abgebildet.

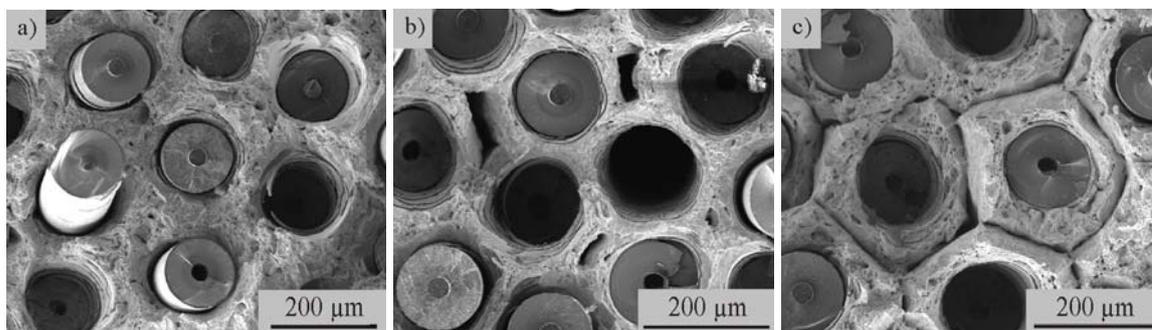


Abb. 6-3: Bruchflächen nach Zugversuch bei 300°C:

a) K41K44 ($R_m=466$ MPa, $V_f=15,8\%$) – gute Verbindung,

b) K53K50 ($R_m=471$ MPa, $V_f=21,8\%$) – Poren,

c) K54K51 ($R_m=197$ MPa, $V_f=11,7\%$) – schlechte Verbindung

In Abb. 6-3 Bild a) besteht eine gute Verbindung innerhalb der Matrix und zwischen Faser und Matrix, während bei b) deutliche Poren erkennbar sind. Bei Bild c) dagegen lässt sich eine sechseckige Struktur um die Fasern erkennen. Sie ist auf eine Oxidschicht zurückzuführen, die verhindert, dass sich die galvanisch mit Cu beschichteten Einzelfasern im HIP-Prozess miteinander verbinden. Dies lässt auf eine ungenügende Ätzung oder auf eine zu lange Verweilzeit an Luft, mit Bildung einer neuen Oxidschicht zwischen Ätz- und HIP-Prozess schließen. Die Bruchflächenuntersuchungen erklären also auch die Ergebnisse zur Zugfestigkeit. So erreicht Probe K41K44 (Bild a)) mit einer sehr guten Anbindung innerhalb der Matrix und an der Matrix-Grenzfläche fast die gleiche Festigkeit wie Probe K53K50, trotz eines deutlich geringeren Faservolumenanteils ($V_{f,K41K44}=15,8\%$, $V_{f,K53K50}=21,8\%$). Es wird fast die gleiche Festigkeit wie bei RT geprüften Proben erreicht. Demgegenüber weicht die Zugfestigkeit der Probe K54K51 leicht nach unten ab. Faktoren, wie Poren und Oxidschichten bzw. eine schlechte Anbindung innerhalb der Matrix oder auch der Faser an die Matrix haben einen signifikanten Einfluss auf die erreichbare Zugfestigkeit der Verbundproben. Dies erklärt zum einen die Abweichung von der linearen Mischungsregel, aber auch die Streuung der Ergebnisse.

Neben der Annahme, dass die Verbundproben keinen „idealen Verbundwerkstoff“ widerspiegeln, spielt die Berechnung nach der linearen Mischungsregel eine wichtige Rolle für die Interpretation der Ergebnisse der Zugfestigkeit. Bei den Ergebnissen der Einzelfaserzugversuche wurde bereits auf die Schädigung der Fasern durch die Carbidbildung eingegangen. Wird dies angenommen und die lineare Mischungsregel nicht auf Basis der Zugfestigkeit der Rohfasern, sondern der Festigkeit der mit Ti beschichteten und

wärmebehandelten Fasern berechnet, so würde sich die Kurve der mit Hilfe der linearen Mischungsregel berechneten Werte leicht nach unten verschieben. Die Festigkeitswerte der Verbundproben liegen damit näher am Idealwert. Ein merklicher Anstieg des kritischen Faservolumenanteils ist dabei nicht festzustellen.

Abb. 6-4 zeigt die bereits in Abb. 6-2 dargestellten Zugfestigkeitswerte im Bereich bis 25% Faservolumenanteil.

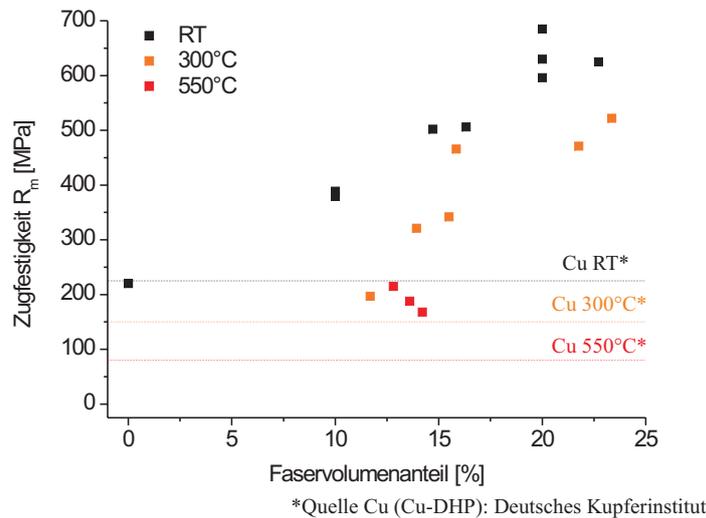


Abb. 6-4: Zugfestigkeit in Abhängigkeit vom Faservolumenanteil und von der Temperatur

Zusätzlich sind Literaturwerte für reines sauerstofffreies Kupfer (Cu-DHP, Deutsches Kupferinstitut [152]) für Raumtemperatur, 300°C und 550°C aufgetragen. Bei Raumtemperatur zeigt sich eine gute Übereinstimmung der gemessenen Cu-Werte mit der in der Literatur angegebenen Festigkeit. Die Zugfestigkeit des Matrixwerkstoffs Kupfer kann durch Einbringen der SCS6-Fasern bei Raumtemperatur sowie bei erhöhter Temperatur deutlich gesteigert werden. Dabei wird die geforderte Zugfestigkeit von 300 MPa [27, 29] bei Raumtemperatur bereits bei einem Faservolumenanteil von 10% erreicht. Zudem steigt die Zugfestigkeit mit zunehmendem Faservolumenanteil an und nimmt bei erhöhter Temperatur ab.

Anhand der REM-Aufnahmen wurden Bruchflächen der mit unterschiedlichen Temperaturen getesteten Zugproben charakterisiert. Abb. 6-5 zeigt Ausschnitte von Bruchflächen einer bei RT (K50K43) und bei 550°C (K28) geprüften Probe. Dadurch werden Unterschiede in den Bruchflächen, speziell in der Verbindung Faser/Matrix, deutlich.

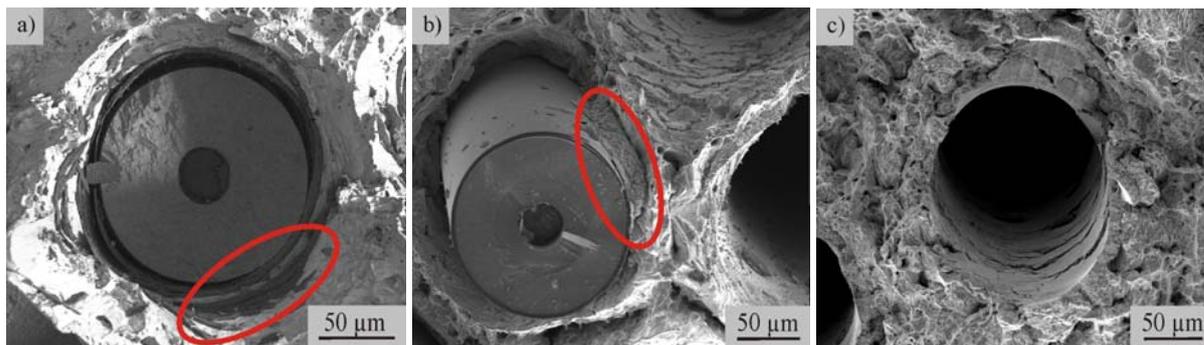


Abb. 6-5: Bruchflächen einer bei a) RT und b) 550°C getesteten Zugprobe, c) Wabenstruktur der Matrix einer bei 550°C getesteten Zugprobe

Im Bild der Bruchfläche einer bei RT geprüften Probe (Abb. 6-5 a) ist sehr deutlich die äußere Kohlenstoffschicht zu erkennen, die sich von der Faser abgelöst hat und an der Matrix haften bleibt. Dies belegt die gute Haftung zwischen Kohlenstoffschicht und Matrix. Bei Raumtemperatur ist die Schwachstelle also nicht die Faser-Matrix-Anbindung, sondern durch ihren Schichtaufbau die Faser an sich. Bild b) zeigt einen Ausschnitt der Bruchfläche einer bei 550°C getesteten Zugprobe, bei der die äußere Kohlenstoffschicht an der Faser haften bleibt. Diese Ausschnitte sind charakteristisch für die jeweiligen Bruchflächen. Bei 550°C verbleibt der überwiegende Teil der C-Schicht an der Faser, bei RT haftet die C-Schicht der meisten Fasern an der Matrix. Während also bei Raumtemperatur die Schwachstelle innerhalb der Faser liegt, ist bei 550°C die Schwachstelle die Faser-Matrix-Anbindung. Unter Zugbeanspruchung tritt bei diesem Werkstoff ein Verformungsbruch oder auch duktiler Bruch auf. Die Temperatur hat dabei einen großen Einfluss auf das Bruchverhalten. Verformungsbrüche werden durch höhere Temperaturen begünstigt [77]. Kennzeichnend für diesen Bruch sind eine starke Einschnürung (Einschnürbruch) und eine große plastische Deformation. Durch die plastische Verformung entstehen Hohlräume, es tritt eine Art „Lochbildung“ auf, gefolgt von einer Lochaufweitung und einer inneren Einschnürung. Der Wabenbruch tritt auf, wenn die Brücken zwischen den Hohlräumen zu schmal werden und abscheren. Im Bruchbild ist dies anhand der charakteristischen Wabenstruktur zu erkennen. Im Bruchbild der SiC/Cu-Verbundproben ist ebenfalls eine Wabenstruktur im Cu festzustellen (Abb. 6-5). Während bei den Raumtemperatur-Proben die Hohlräume relativ klein und „kompakt“ sind, weisen die Bruchbilder bei höheren Temperaturen größere Poren auf. Bei 550°C kann von einer offenporigen oder auch „zerklüfteten“ Struktur im Cu gesprochen werden. Die Bruchfläche der Zugproben bei Prüftemperatur von 300°C ähnelt eher denen der bei Raumtemperatur geprüften. Im Zusammenhang mit der unterschiedlichen Faser-Matrix-Anbindung kann, wenn die C-Schicht bei 550°C überwiegend an der Faser haften bleibt, dies ein Hinweis darauf sein, dass die Matrix bei einer hohen Temperatur sehr weich und plastisch und die Kraftübertragung zwischen Faser und Matrix verringert ist.

Über den Zugversuch und die Steigung im elastischen Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve wurde der E-Modul für RT, 300°C, 550°C für verschiedene Faservolumenanteile ermittelt (Abb. 6-6 a) und b)). Des Weiteren wurde aus den E-Modul-Vorversuchen der

TMF-Proben der E-Modul für verschiedene Temperaturen ermittelt. Die E-Moduli der TMF-Proben sind in Tab. 6-3 zusammengefasst.

		20°C	300°C	550°C
Proben	V_f [%]	E-Modul [GPa]	E-Modul [GPa]	E-Modul [GPa]
K40	14,4	161	134	109
K47	15,0	146	120	97
K52K42	16,5	162	139	117

Tab. 6-3: E-Modul bei RT, 300°C, 550°C der TMF-Proben

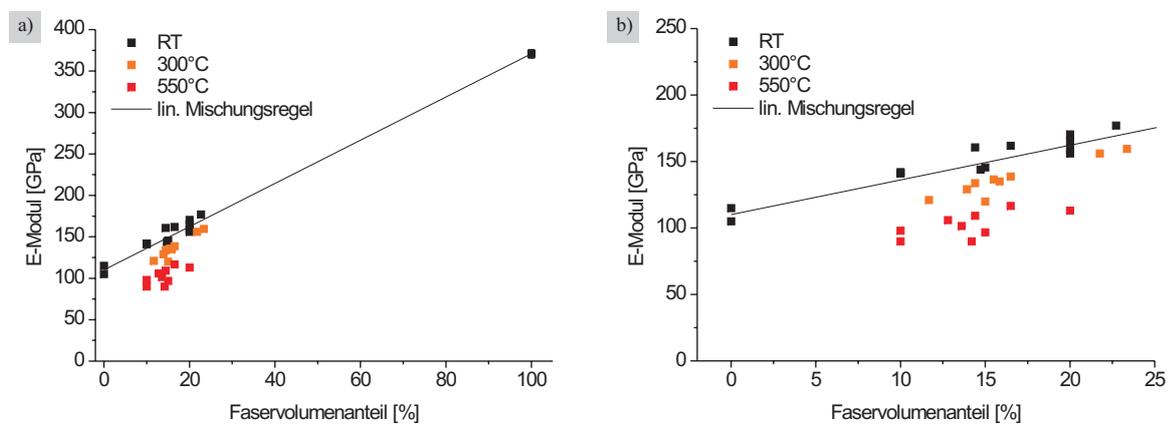


Abb. 6-6: E-Modul in Abhängigkeit vom Faservolumenanteil und von der Temperatur

Da davon ausgegangen werden kann, dass im elastischen Bereich die Dehnung in Faser und Matrix gleich ist, kann die lineare Mischungsregel bei RT auf Grundlage des E-Moduls der Faser (gemessene Rohfaser) und der Matrix (gemessenes Cu) berechnet werden. Die Grafik zeigt eine lineare Abhängigkeit des E-Moduls vom Faservolumenanteil nach der Mischungsregel. Da der E-Modul der SiC-Faser höher ist als der E-Modul der Cu-Matrix, steigt mit zunehmendem Faservolumenanteil der E-Modul des Verbundwerkstoffs an. Bei höherer Temperatur (300°C und 550°C) werden geringere E-Modul-Werte des Verbundwerkstoffs erzielt. Bei den Werten der 300°C- und der 550°C-Proben lässt sich ebenfalls eine lineare Abhängigkeit des E-Moduls vom Faservolumenanteil erkennen.

Zusätzlich zu den Zugversuchen wurde bei Probe K12 eine E-Modul-Messung durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tab. 6-4 und Abb. 6-7 dargestellt.

Temperatur [°C]	1. Messung E-Modul [GPa]	2. Messung E-Modul [GPa]
20	166	159
50	161	155
150	152	146
250	144	136
350	131	126
450	117	118
550	113	113

Tab. 6-4: E-Modul in Abhängigkeit der Temperatur für eine Probe mit $V_f = 20\%$

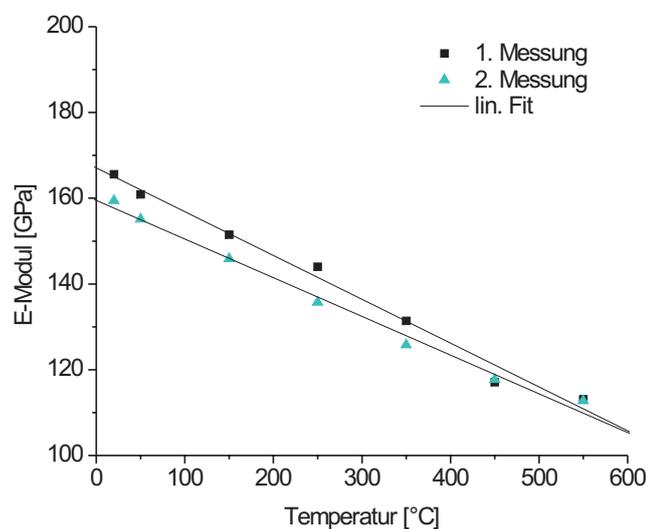


Abb. 6-7: E-Modul in Abhängigkeit von der Temperatur

Mehrere Messungen an derselben Probe zeigen geringe Unterschiede. Aus allen Messungen ist eine lineare Abhängigkeit des E-Moduls von der Temperatur festzustellen.

Damit ergibt sich eine lineare Abhängigkeit des E-Moduls vom Faservolumenanteil und von der Temperatur.

6.1.3 Vergleich unterschiedlicher Faserarten – SCS6 und SCS0

Neben den MMC-Verbundproben mit SCS6-Fasern wurden MMC-Proben mit SCS0-Fasern auf Zug belastet, um den Einfluss der Fasertypen und ihrer Zwischenschichten auf die Festigkeit und das Bruchverhalten des Komposits zu untersuchen. Die Raumtemperatur-Ergebnisse der Proben mit SCS0-Fasern sind in Tab. 6-5 und Abb. 6-8 festgehalten.

Probe	V_f [%]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	E-Modul [GPa]
K31	14,8	391	147
K32	18,6	500	148
K37	19,2	503	155
K35	21,6	630	166

Tab. 6-5: Zugfestigkeit R_m und E-Modul bei RT der MMC mit SCS0-Faser

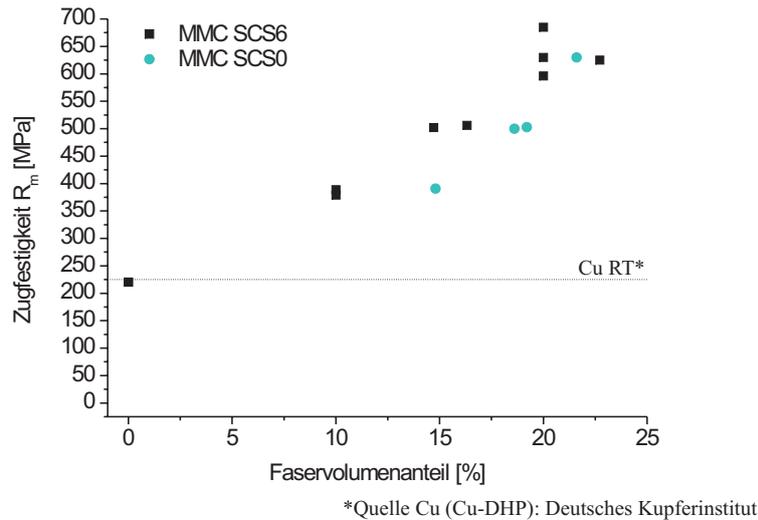


Abb. 6-8: Vergleich der Zugfestigkeiten bei RT der MMC mit SCS6- und SCS0-Faser

Auch die Zugfestigkeit R_m der MMC-SCS0-Proben nimmt mit zunehmendem Faservolumenanteil zu. Dabei liegt die Zugfestigkeit dieser Proben bei gleichem Faservolumenanteil etwas niedriger als die Festigkeitswerte der MMC-SCS6-Proben. Zu beachten ist, dass nach Angabe des Herstellers (Specialty Materials) die Zugfestigkeit der SCS0-Fasern mit 2300 MPa deutlich geringer ist als die Zugfestigkeit der SCS6-Faser (3900 MPa). Dies ist auf die äußere C-Schicht zurückzuführen, die Oberflächendefekte ausheilt und aus der eine Festigkeitssteigerung im Vergleich zu einer Faser ohne C-Schicht (SCS0) resultiert [43, 58, 153]. Trotz dieser deutlich geringeren Festigkeit der SCS0-Faser erreicht der Verbundwerkstoff SCS0/Cu nur leicht niedrigere Zugfestigkeiten als der Verbundwerkstoff SCS6/Cu. Dies ist durch die sehr gute Haftung zwischen Faser und Matrix durch die Ti-TaC-Schicht, die in [98] entwickelt wurde, begründet. Dort wurde durch Biegeversuche gezeigt, dass bei den SCS6-Proben Fasern, die aus der Matrix herausgezogen werden („Faser-Pull-out“), zu erkennen sind, während bei SCS0-Proben eine glatte Bruchfläche ohne herausgezogene Fasern entsteht [43]. Durch die fehlende äußere C-Schicht existiert die Schwachstelle der Schichtstruktur bei den SCS0-Fasern nicht. Die Ergebnisse der Zugversuche und Bruchflächenuntersuchungen (Abb. 6-9) unterstreichen dies.

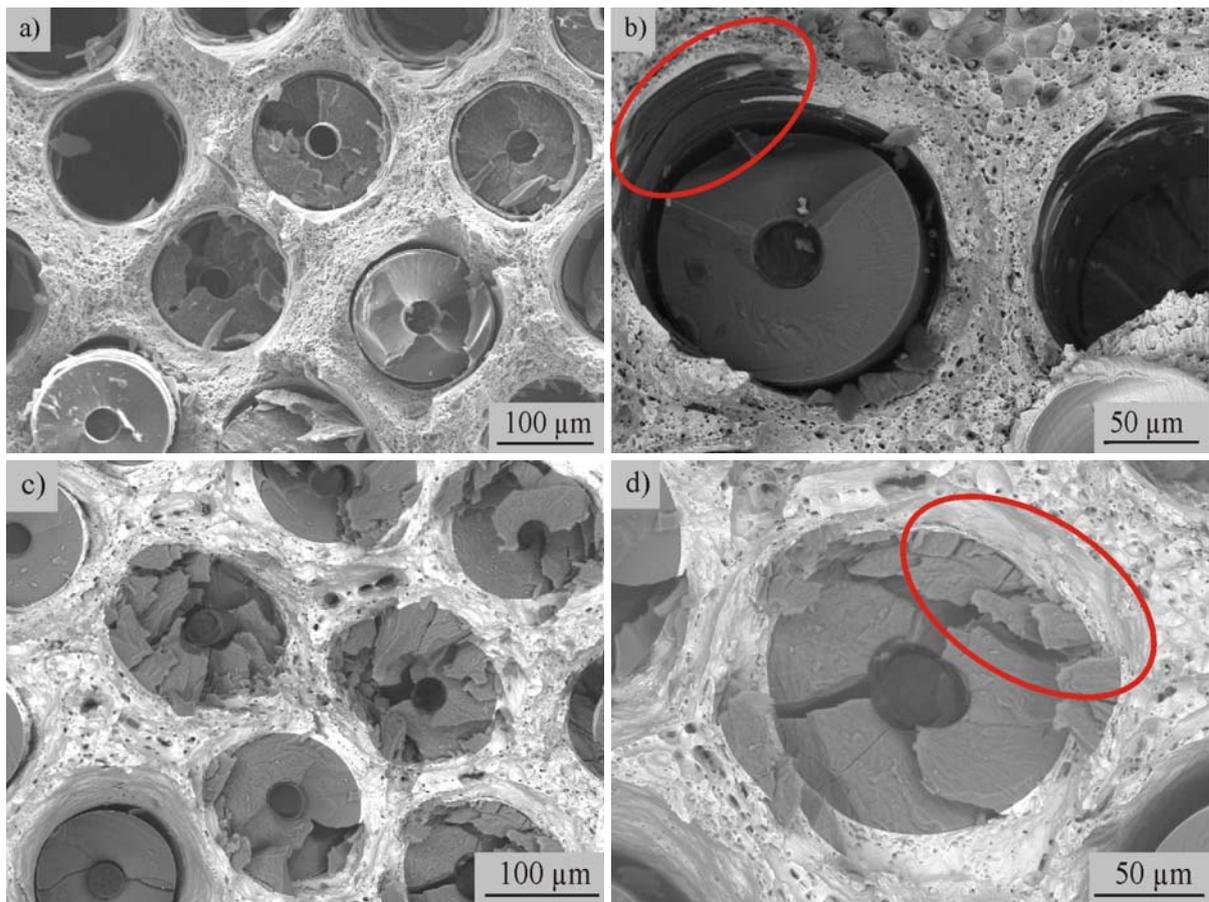


Abb. 6-9: a) und b) Bruchfläche einer SCS6-Probe – C-Schicht verbleibt am Cu, c) und d) Bruchfläche einer SCS0-Probe – sehr gute Faser-Matrix-Haftung, kein Faser-Pull-out

Die Bruchflächen zeigen noch einmal deutlich den Unterschied des Bruchverhaltens einer SCS6- und einer SCS0-faserverstärkten Probe. Die sehr gute Haftung durch die Ti-TaC-Zwischenschicht führt an der Bruchfläche zu einer regelrechten Zerstückelung der SCS0-Faser. Die Fasern werden nicht aus der Matrix gezogen. Dies bewirkt eine sehr starke Festigkeitssteigerung der Matrix. Bei der SCS6-Probe tritt ein Versagen innerhalb der Faser auf. Die Fasern werden teilweise aus der C-Hülle, die an der Matrix haftet, herausgezogen. Dadurch kann eine deutliche, aber gegenüber der SCS0-Faser nicht so starke Festigkeitssteigerung des MMC im Vergleich zur Faserfestigkeit erzielt werden.

Zur weiteren Charakterisierung der Unterschiede beider Fasern wurden Schallemissionsmessungen während ausgewählter Zugversuche bei RT durchgeführt, um Faserbrüche und Grenzflächenversagen aufzeichnen zu können. Die Schallimpulse, die zu bestimmten Zeitpunkten auftreten, wurden mit dem Dehnungswert verknüpft, so dass die Impulse bestimmten Dehnungen und Spannungen zugeordnet werden können. In Abb. 6-10 ist das Spannungs-Dehnungs-Diagramm einer SCS6- und einer SCS0-Probe zusammen mit den jeweiligen Schallimpulsen (rot) dargestellt. Beide Proben besitzen einen ähnlichen Faservolumenanteil von ~22% und erreichen ähnliche Zugfestigkeitswerte.

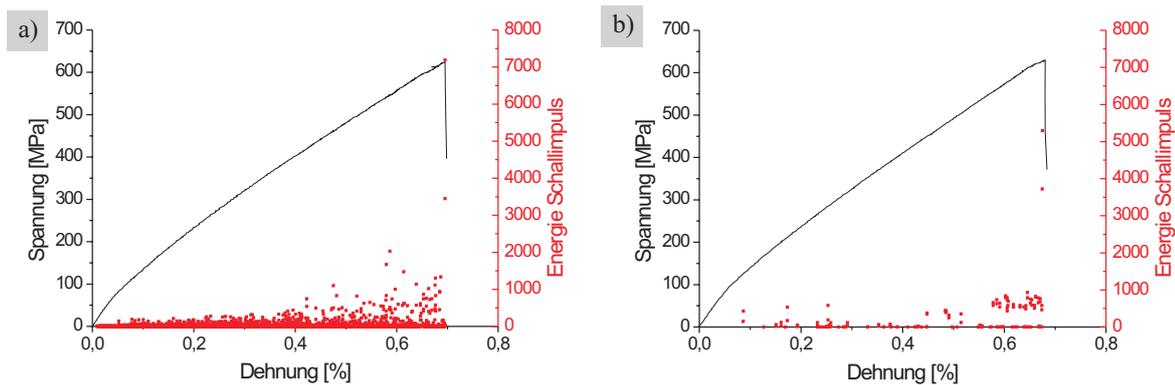


Abb. 6-10: Vergleich Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit Schallemission von MMC mit
a) SCS6- und b) SCS0-Faser

Die SCS6-Probe verzeichnet mit 3500 Schallimpulsen eine deutlich höhere Anzahl als die SCS0-Probe mit 135 Impulsen. Die Anzahl der Impulse entspricht bei der SCS0-Probe der Faseranzahl in der Probe. Unter der Annahme, dass sich die Schallimpulse nicht überlagern, d.h. zeitlich so übereinstimmen, dass ein Impuls mehrere gleichzeitige Faserbrüche aufzeichnet, bricht jede Faser genau einmal. Bei der SCS6-Probe ist die Anzahl der gemessenen Schallwerte fast 25-mal so hoch wie die Faseranzahl (142 Fasern). Dies kann zum einen auf mehrmaliges Faserbrechen hindeuten, zum anderen aber auch auf Grenzflächenablösungen, beispielsweise bei „Pull-outs“. Die Ergebnisse der Schallemissionsmessungen belegen erneut deutlich das unterschiedliche Bruchverhalten der verschiedenen MMC mit SCS6- und SCS0-Faser, das sich bereits durch die Zugfestigkeitsergebnisse und die Bruchflächencharakterisierung gezeigt hat.

6.1.4 Thermomechanische Ermüdungsfestigkeit

Die TMF-Versuche zur Bestimmung der thermomechanischen Ermüdungsfestigkeit werden in einen Vorversuch, das thermische Zyklieren, und in die eigentlichen TMF-Versuche unterteilt. Dabei kann das thermische Zyklieren als Spezialfall des TMF-Versuchs, als ein kraftfreier TMF-Versuch, betrachtet werden. Tab. 6-6 zeigt als Ergebnis der TMF-Versuche die Zyklanzahl der einzelnen Proben bis zum Versuchsende.

Probe	V_f [%]	Zyklanzahl	Erläuterung zum Versuchsende
K40	14,4	1434 (thermisches Zyklieren)	Versuchsabbruch
K39	14,6	569	Wegüberschreitung (Regelparameter Anlage)
K47	15,0	1565	Faserbündel aus Probenfuß gezogen
K52K42	16,5	612	Einschnürung am Radius

Tab. 6-6: Zyklanzahl der TMF-Proben

Thermisches Zyklieren

Dieser Versuch wurde durchgeführt, um festzustellen, ob bereits durch eine alleinige thermische Belastung eine Schädigung (Längenänderung) der Probe eintritt.

Die Abb. 6-11 a) zeigt die Temperaturwerte bei Zyklus 700 und die geringe Spannung, die auf die Probe aufgrund der Regelung wirkt. In b) sind der maximale und minimale Maschinenweg sowie die am Dehnungsaufnehmer gemessene maximale und minimale Dehnung gegenüber der Zyklanzahl aufgetragen.

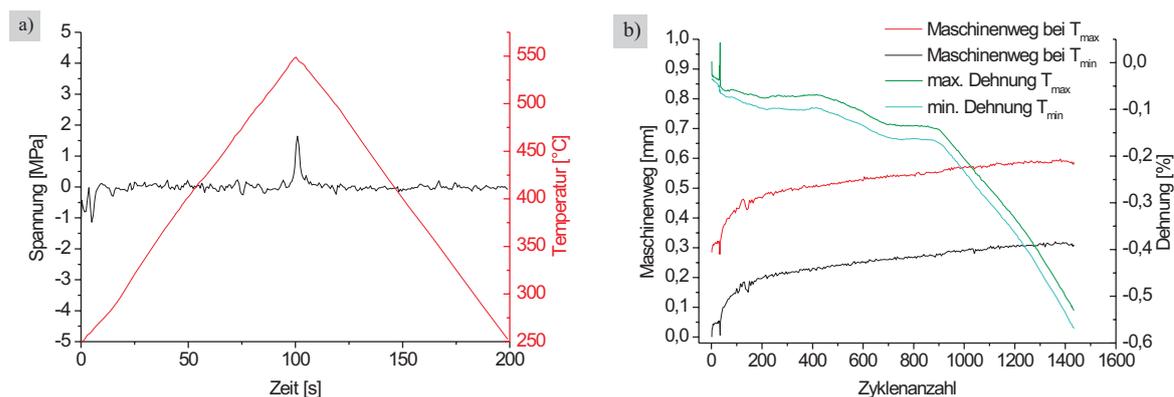


Abb. 6-11: a) Spannung und Temperatur gegenüber Zeit bei Zyklus 700,
b) Maschinenweg und Dehnung (Dehnungsaufnehmer) gegenüber Zyklanzahl

In a) ist erkennbar, dass der erreichte Temperaturzyklus dem vorgegebenen T -Zyklus (vgl. Abb. 4-7) entspricht. An den Umkehrpunkten treten minimale Abweichungen auf, die folglich zu kleinen Druck- und Zugspannungen (ca. +1,6 MPa und -1,3 MPa) bei den Temperaturen 550°C und 250°C führten. Im Laufe des Versuchs verlängert sich der Maschinenweg der Anlage um 0,32 mm, was gleichbedeutend mit einer Probenverlängerung ist (b)). Da die Dehnung, die am Dehnungsaufnehmer gemessen wird, sich um $\sim 0,6\%$ verkürzt, muss die Verlängerung der Probe außerhalb der Messlänge, am wahrscheinlichsten in den Radien, auftreten. Ab Zyklus 390, bei dem nur noch geringe Regelabweichungen festgestellt wurden, beträgt die Verlängerung des Maschinenweges $\sim 80 \mu\text{m}$. Dies entspricht einer geringfügigen Probenverlängerung um 0,2% auf die gesamte Probenlänge von 44 mm. Nach einer Zyklanzahl von 1434 erfolgte die Versuchsabschaltung.

Der Versuch zeigt, dass das thermische Zyklieren nur zu einer geringfügigen Verlängerung der Probe führt. Innerhalb der Messlänge treten keine versagensrelevanten Schäden ein.

TMF-Versuche

Im Folgenden sind die Ergebnisse der TMF-Versuche an den Proben dargestellt und die Schadensmechanismen anhand der Probe K47 näher erläutert.

Bei den Proben K39 und K47 wurde kein thermischer Dehnungs-Vorversuch durchgeführt. Die Angaben wurden von Probe K40 übernommen. Große Abweichungen der thermischen Ausdehnung der Proben sind aufgrund des ähnlichen Faservolumenanteils (14,4%, 14,6%,

15%) nicht zu erwarten. Bei Probe K39 wurde der Versuch bei 569 Zyklen abgebrochen, da ein Kriechen der Probe außerhalb der Messlänge festzustellen war und dies aufgrund der Regelparameter der Anlage (Wegüberschreitung von 2 mm) zu einer irregulären Versuchunterbrechung führt. Bei Probe K52K42 wurden die Regelparameter erweitert, um weitere Unterbrechungen zu verhindern. Bei Zyklus 612 wurde dieser Versuch abgebrochen, nachdem eine Einschnürung am unteren Radius erkennbar war. Die Probe wurde anschließend kalt auseinander gezogen. Dabei wurde das Faserbündel aus der Matrix gezogen.

Zur Veranschaulichung sind die Ergebnisse der Probe K47 mit einem Faservolumenanteil von $V_f = 16,5\%$ genauer beschrieben. Bei diesem Versuch traten keine Unterbrechungen auf. Abb. 6-12 beschreibt: a) die Spannungen zum Zeitpunkt des Temperaturminimums T_{min} und -maximums T_{max} , sowie den Maschinenweg gegenüber der Zyklenanzahl; b) die thermische und mechanische Dehnung und die Temperatur gegenüber der Zeit bei Zyklus $N=780$. Diese Zyklenanzahl entspricht in etwa der halben Abschaltlastspielzahl von $N=1565$.

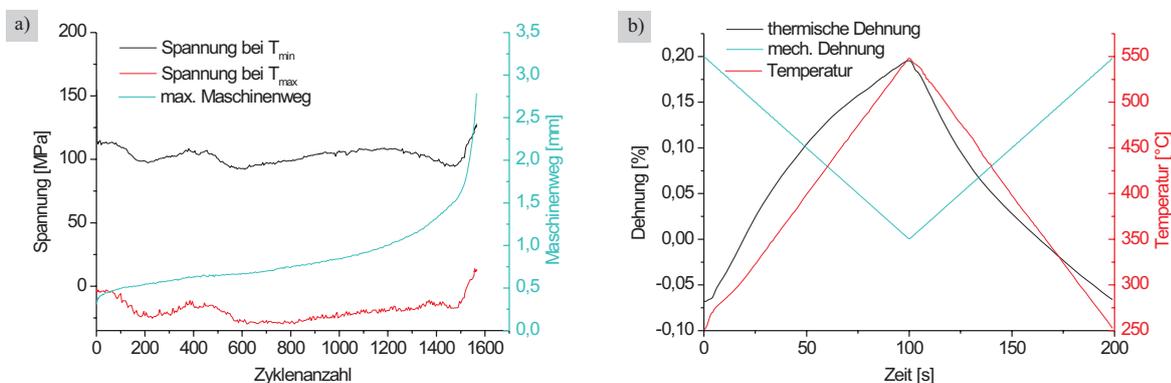


Abb. 6-12: a) Spannung und Maschinenweg gegenüber Zyklenanzahl,
b) Thermische und mechanische Dehnung und Temperatur gegenüber Zeit

Im Diagramm a) zeigt die Spannung bei T_{min} (schwarz) – sie liegt durchschnittlich bei ~ 100 MPa – mit einem Spannungsanstieg zum Versuchsende hin ein untypisches Verhalten. Normalerweise würde ein Spannungsabfall auftreten. Die Lebensdauer entspräche dabei einer Zyklenanzahl, die bei einem Abfall von 5% des stabilisierten Spannungswerts erreicht ist. Der beobachtete Anstieg liegt am Versagen der Probe außerhalb des Messbereichs, da eine größere Kraft nötig ist, um die gleiche mechanische Dehnung (laut Dehnungszyklus) zu erreichen. In diesem Fall kann also nicht von einer Lebensdauer, sondern von einer maximalen Zyklenanzahl gesprochen werden. Der maximale Maschinenweg steigt mit steigender Zyklenanzahl an. Dies deutet auf eine Verlängerung und eine plastische Verformung der Probe hin. Zum Ende des Versuchs ist ein starker Anstieg des Maschinenwegs zu verzeichnen. Die starken Anstiege in Richtung Abschaltlastspielzahl sind ebenfalls auf das Versagen der Probe außerhalb der Messlänge zurückzuführen. Die Fasern werden aus dem Probenfuß gezogen. In b) entsprechen die mechanische Dehnung und die Temperatur den Vorgaben (vgl. Abb. 4-7), es sind nur geringfügige Abweichungen feststellbar.

In Abb. 6-13 ist der Spannungsverlauf des Zyklus N=780 wiedergegeben.

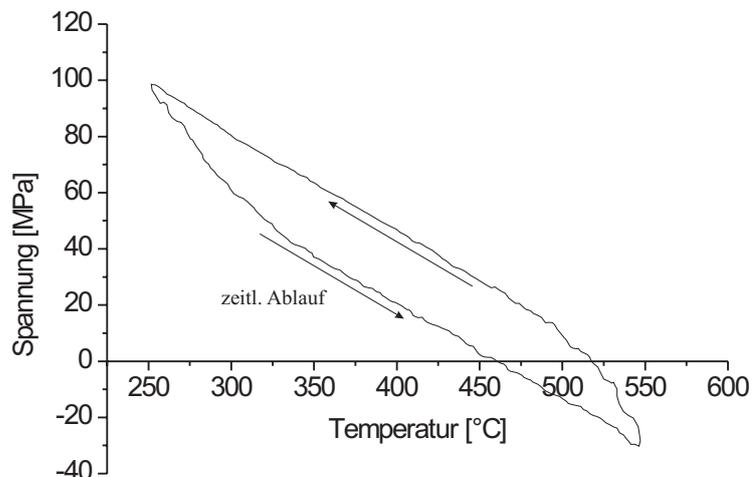


Abb. 6-13: Spannung gegenüber Temperatur: offene Hysterese

Die Hysterese bildet einen TMF-Zyklus (250°C, 550°C, 250°C) ab. Der Verlauf des Spannungs-Temperatur-Diagramms in Abb. 6-13 beschreibt eine offene Hysterese, was ebenfalls auf ein plastisches Probenverhalten hindeutet. Im elastischen Fall wäre die Hysterese geschlossen, d.h. der Spannungsverlauf vom Aufheizen und Abkühlen wäre nahezu deckungsgleich.

Die TMF-Versuche zeigen äußerlich kein Versagen innerhalb der Messlänge, sondern ein Versagen außerhalb am Radius (Abb. 6-14). Zu sehen ist das Probenende als Faserbündel, das aus dem Gewindefuß gezogen wurde.



Abb. 6-14: Probe K47 nach TMF-Versuch

In Abb. 6-14 sind die Positionen der Dehnungsaufnehmer (Messlänge) mit weißen Linien markiert. Der Schaden liegt deutlich außerhalb des Messbereichs auf der oberen Seite. Auch auf der unteren Seite ist der Beginn eines Versagens erkennbar (roter Pfeil). Abb. 6-15 zeigt REM-Aufnahmen der unteren Seite der TMF-Probe aus Abb. 6-14.

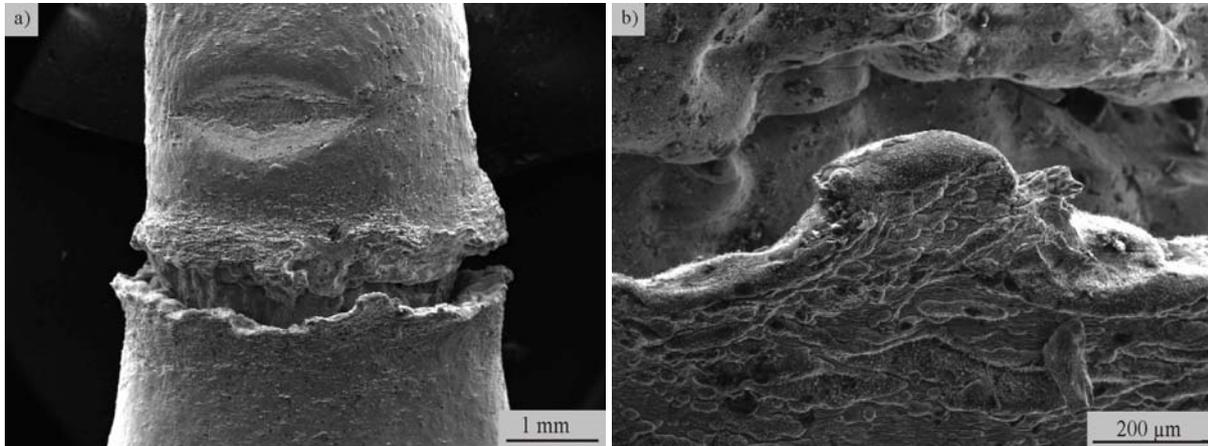


Abb. 6-15: REM-Bilder der Probe K47 an der unteren Versagenseinleitung

Das scheinbare Kriechen der Proben begründet sich durch ein Herausziehen des Faserbündels aus dem Probenfuß, wie es sich bereits bei den Zugversuchen bei 550°C gezeigt hat. Die Cu-Kapsel löst sich von dem Faserbündel ab. Das plastische Verhalten des Cu wird auch in dieser Probe (b)) durch die Wabenstruktur deutlich (vgl. hierzu Zugversuch Abb. 6-5 c)). Innerhalb der Messlänge wurden Querschliffe angefertigt, um festzustellen, ob dort ebenfalls ein Versagen zu beobachten ist oder ob Schäden nur außerhalb der Messlänge auftreten.

Abb. 6-16 zeigt Querschliffe der Messlänge der TMF-Probe. In diesen Querschliffen ist auch innerhalb der Messlänge ein Schadensbeginn erkennbar. In a) und b) sind im äußeren Teil der faserverstärkten Zone Risse sichtbar. Durch den thermischen Ausdehnungsunterschied zwischen der Cu-Kapsel und dem Faserbündel wie auch zwischen Faser und Matrix liegt die größte mechanische Belastung auf dem äußeren Bereich des Faserbündels. Zudem können die äußeren Fasern die Kraft nicht auf weiter außen liegende Fasern übertragen. Als Resultat entstehen kleine Risse an den Schwachstellen, der Verbindung Cu-Kapsel und Faserbündel und zwischen den Fasern an den Grenzflächen (Sechsecke). Der thermische Ausdehnungsunterschied ist am Rand zur Cu-Kapsel am größten. Folglich beginnt das Versagen außen und setzt sich weiter nach innen fort. In der Probenmitte sind daher noch keine Risse zu sehen. In Abbildung c) und d) wird der thermische Ausdehnungsunterschied an der Grenzfläche zwischen Faser und Matrix deutlich. Während bei weiter innen liegenden Fasern (c)) die Verbindung zwischen Faser und Matrix intakt ist, ist die Faser-Matrix-Anbindung bei weiter außen liegenden Fasern teilweise aufgebrochen (d)). Die Risse sind jedoch nicht Versagensursache. Für die Messlänge kann von sogenannten „Durchläufern“ gesprochen werden, d.h. alle Proben hätten auch einer größeren Zyklenanzahl standgehalten.

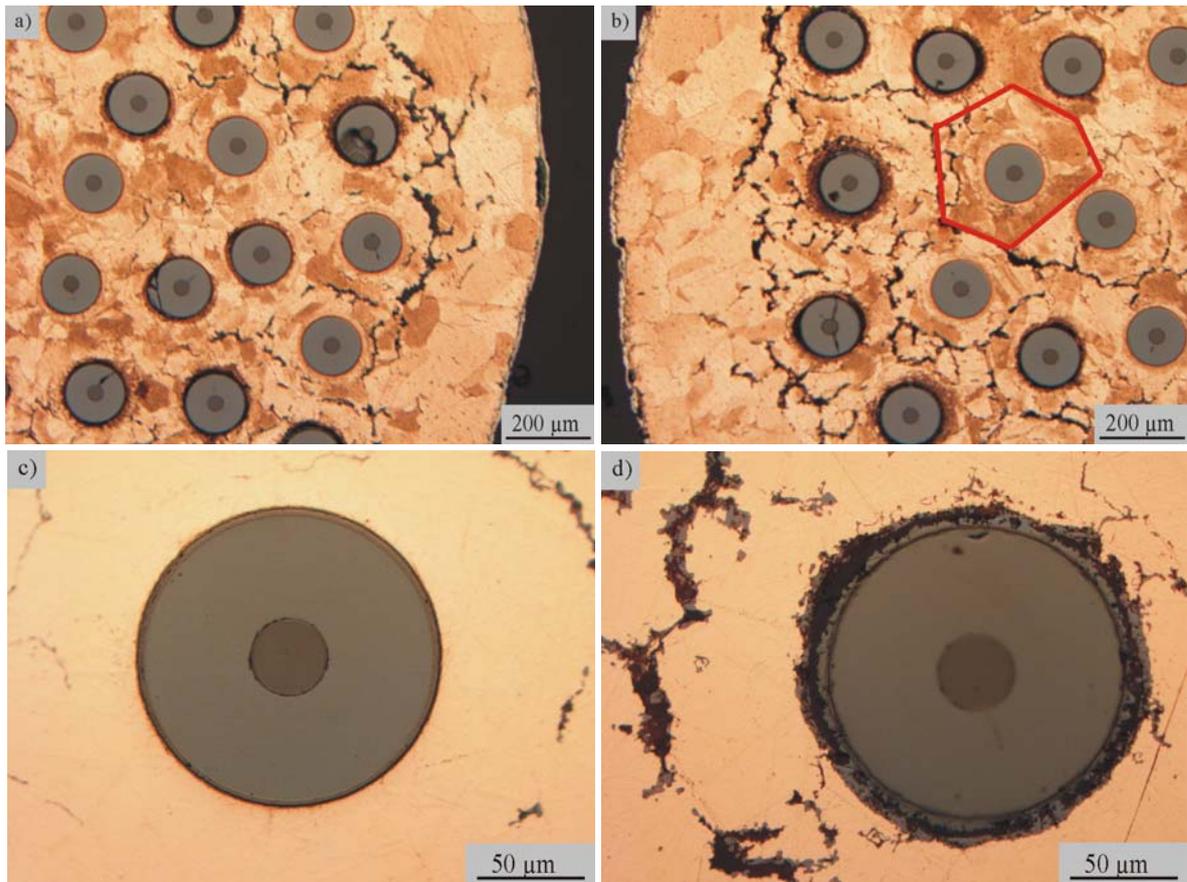


Abb. 6-16: Querschliffe der Probe K47 nach TMF-Versuch:

- a) und b) Risse an Grenzfläche (Sechsecke) an der Außenseite der Zugprobe,
- c) intakte Faser-Matrix-Anbindung in der Mitte der Probe,
- d) Faser-Matrix-Ablösung an der Außenseite der Probe

Die Versagensursache bei den TMF-Versuchen ist in der Probengeometrie zu finden, da die TMF-Belastung nicht dauerhaft stabil in die Messlänge eingeleitet werden kann. Da Cu bei 550°C sehr weich ist, ist die Kraftübertragung auf die Fasern geringer als z. B. bei RT. Zudem tritt aufgrund der radialen Kräfte der Einspannung eine Spannungsüberhöhung an den Radien auf. Des Weiteren ist die Temperatur an den Enden der Proben, an denen auch das Versagen eintritt, am höchsten. Dies liegt an der Aufheizung der Proben und der Einspannung. Die Wärme wird von dort bis in die Probenmitte weitergeleitet, wo auch die Temperaturmessung erfolgt. Eine leicht höhere Temperatur an der Einspannung kann dort zu einer plastischen Verformung und einem Ablösen der Cu-Kapsel von dem Faserbündel führen. Dies kann wiederum eine Verlängerung und ein Versagen außerhalb der Messlänge, beispielsweise in den kritischen Bereichen der Radien, zur Folge haben. Folglich wird die TMF-Belastung nicht mehr in die Messlänge eingekoppelt. Verstärkt werden diese Effekte durch den am Spannungsbereich vorliegenden thermischen Ausdehnungsunterschied zwischen dem Faserbündel und dem dickeren Kupferbereich. Um eine stabile TMF-Belastung in der Probenmitte zu erzielen, muss einerseits die Probengeometrie verändert werden, andererseits die Wärmeeinkopplung in der longitudinalen Probenmitte erfolgen, so dass ein T -Gefälle von innen nach außen und nicht umgekehrt herrscht.

6.2 Thermische Eigenschaften

Mit Hilfe verschiedener Mess- und Berechnungsmethoden (vgl. 4.3) konnten die Temperaturleitfähigkeit, die Wärmeleitfähigkeit und die thermische Ausdehnung von MMC mit verschiedenem Faservolumenanteil und Schichtaufbau sowie verschiedener Lagenanzahl in Abhängigkeit der Temperatur bestimmt werden.

6.2.1 Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit – LFA-Messungen

Die LFA-Methode ermöglicht eine Messung der Temperaturleitfähigkeit der MMC, aus der anschließend die Wärmeleitfähigkeit berechnet werden kann. Als Referenzprobe diente galvanisches Cu. Die Ergebnisse der Temperaturleitfähigkeit und der Wärmeleitfähigkeit für verschiedene Temperaturen von galvanischem Kupfer sind in Tab. 6-7 angegeben. Die Ergebnisse wurden jeweils über zwei Proben derselben Charge gemittelt.

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

Tab. 6-7: Temperaturleitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität von galvanischem Cu als Referenz

Galvanisches Kupfer erreicht eine geringere Wärmeleitfähigkeit als die in der Literatur angegebenen Werte für Kupfer. Wie schon in Kapitel 2.1.2 beschrieben, ist die Wärmeleitfähigkeit des Kupfers vom Reinheitsgrad und von den Legierungsbestandteilen abhängig.

In Tab. 6-8 sind die Ergebnisse der MMC-Proben bei Raumtemperatur aufgelistet. Die MMC-Proben bestehen alle aus fünf einzelnen UD-Lagen. Für die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit wurde der in Tab. 6-7 angegebene Cu-Wert verwendet.

Probe	a [mm^2s^{-1}]	λ [$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$]	Anordnung	V_f [%]	ρ_{eff} [gcm^{-3}]
MMC18-1	$62,4 \pm 0,5$	173,1	$0^\circ/0^\circ$	12,9	7,235
MMC19-1	$63,2 \pm 0,8$	170,8	$0^\circ/90^\circ$	12,8	7,052
MMC20-1	$61,8 \pm 0,6$	170,7	$0^\circ/0^\circ$	13,5	7,206
MMC21-1	$44,2 \pm 0,4$	118,0	$0^\circ/90^\circ$	14,8	6,958
MMC22-1	$46,7 \pm 0,5$	124,3	$0^\circ/0^\circ$	16,2	6,944
MMC23-1	$42,1 \pm 0,6$	111,6	$0^\circ/90^\circ$	16,0	6,913
MMC18-2	$71,1 \pm 1,0$	193,6	$0^\circ/0^\circ$	14,0	7,103
MMC19-2	$68,4 \pm 0,7$	187,2	$0^\circ/90^\circ$	11,8	7,139
MMC20-2	$52,1 \pm 0,6$	137,8	$0^\circ/0^\circ$	13,4	6,894
MMC21-2	$54,6 \pm 0,8$	147,0	$0^\circ/90^\circ$	15,6	7,026
MMC22-2	$46,9 \pm 0,5$	125,8	$0^\circ/0^\circ$	16,2	6,993
MMC23-2	$41,4 \pm 0,5$	107,6	$0^\circ/90^\circ$	16,2	6,774

Tab. 6-8: Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit der MMC-Proben bei RT

Aus jeder MMC-Testprobe wurden zwei Proben für die Messungen herausgeschnitten und als Serie 1 und 2 gekennzeichnet, um die stark voneinander abweichenden Ergebnisse der Serien besser beurteilen zu können. Beispielsweise können die Faservolumenanteile innerhalb eines MMC durch Schwankungen der Schichtdicke aufgrund von Spannungsspitzen bei der galvanischen Abscheidung (Kontakte während Beschichtung) und der manuellen Herstellung lokal voneinander abweichen. Die Bildung eines Mittelwertes der Proben aus Serie 1 und 2 war daher nicht möglich. Serie 1 besteht aus MMC18-1 bis MMC23-1 und Serie 2 aus MMC18-2 bis MMC23-2. Aus einer MMC-Probe (z. B. MMC18) wurden also jeweils zwei LFA-Proben (MMC18-1 und MMC18-2) angefertigt.

Abb. 6-17 zeigt die Wärmeleitfähigkeit der Proben (Serie 1) in Abhängigkeit der Temperatur.

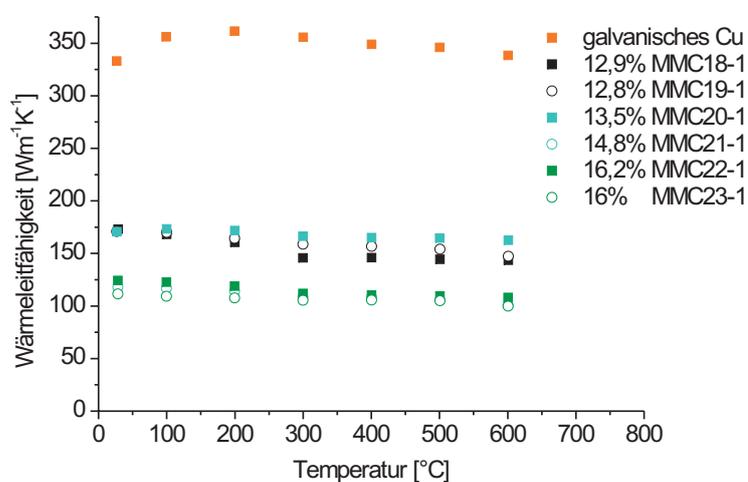


Abb. 6-17: Wärmeleitfähigkeit der MMC aus Serie 1 in Abhängigkeit von der Temperatur

Mit zunehmender Temperatur nimmt die Wärmeleitfähigkeit bei allen MMC-Proben ab. Abb. 6-17 verdeutlicht, dass das Einbringen von SiC-Fasern in Cu die Wärmeleitfähigkeit beeinflusst. Im Folgenden wird die Wärmeleitfähigkeit genauer betrachtet, die Temperaturleitfähigkeit zeigt dabei ein ähnliches Verhalten. Durch die SiC-Fasern wird die Wärmeleitfähigkeit des Kupfers deutlich verringert. Des Weiteren ist die Wärmeleitfähigkeit vom Faservolumenanteil abhängig. Je höher der Faseranteil im MMC, desto geringer ist die Wärmeleitfähigkeit. Dieser Effekt ist z. B. beim Vergleich von MMC18-1 mit MMC22-1 und MMC19-1 mit MMC23-1 gut erkennbar. MMC22-1 und 23-1 mit einem Faservolumenanteil von ~16% besitzen eine deutlich geringere Wärmeleitfähigkeit als MMC18-1 und MMC19-1 mit einem 3% geringeren Faservolumenanteil ($V_f \sim 13\%$). Die verringerte Wärmeleitfähigkeit bei den Proben mit $V_f \sim 16\%$ liegt zum einen an dem Faservolumenanteil, zum anderen wird dieser Abfall der Wärmeleitfähigkeit durch die Faseranordnung beeinflusst.

Abb. 6-18 zeigt einen Querschliff von MMC18 und MMC22.

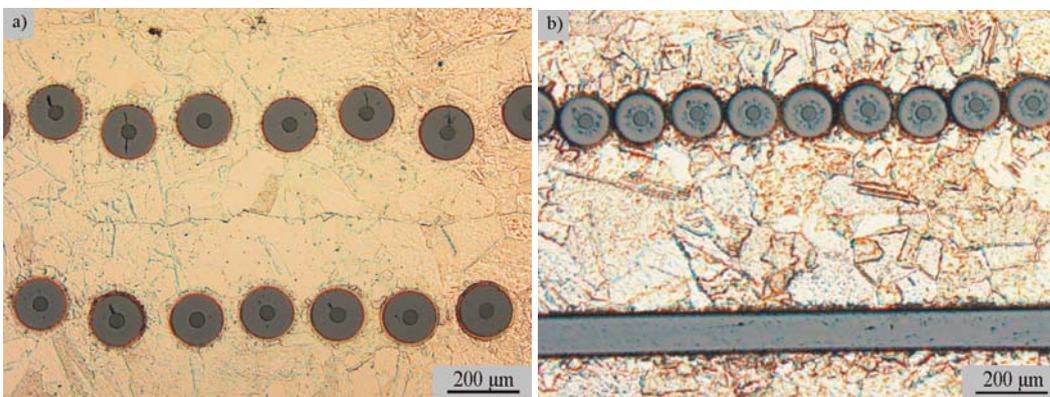


Abb. 6-18: Querschliffe zweier MMC-Proben:

a) MMC18 – $V_f \sim 13\%$, Lagenorientierung $0^\circ/0^\circ$

b) MMC22 – $V_f \sim 16\%$, Lagenorientierung $0^\circ/90^\circ$

Der Faservolumenanteil in den Proben wird durch den ersten galvanischen Schritt, d.h. durch den Faserabstand in einer einzelnen UD-Lage, variiert. In a) mit $V_f \sim 13\%$ ist der Abstand der Fasern größer als in den Proben mit 16% (b)). Deutlich ist der sehr geringe Faserabstand in b) erkennbar. Die Fasern wirken dadurch wie eine Wärmebarriere: Trotz nur gering höherem Faservolumenanteil wird die Wärmeleitung zusätzlich gestört und die Wärmeleitfähigkeit weiter verringert. Der Vergleich der Proben mit gleichem Faservolumenanteil aber unterschiedlicher Orientierungsrichtung ($0^\circ/0^\circ$, $0^\circ/90^\circ$) – Vergleich MMC18-1 mit MMC19-1 und MMC22-1 mit MMC23-1 – zeigt keine Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der Orientierungsrichtung $0^\circ/0^\circ$ und $0^\circ/90^\circ$.

In Abb. 6-19 ist die Wärmeleitfähigkeit der MMC-Proben aus Serie 2 dargestellt.

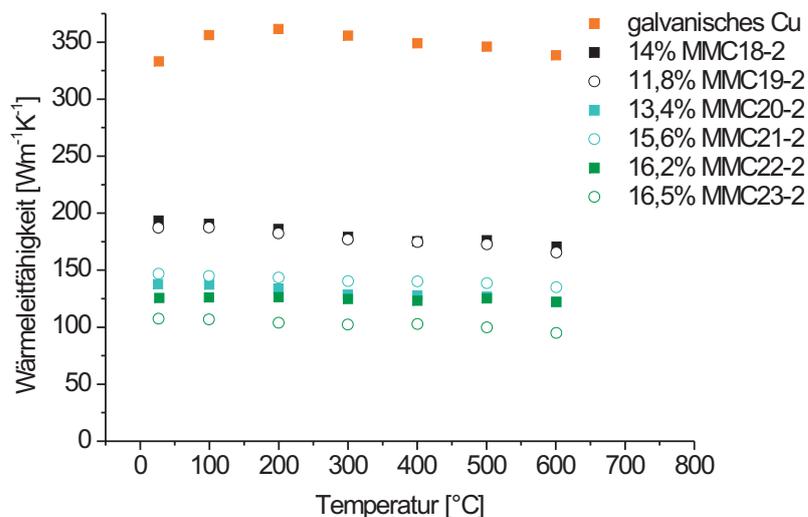


Abb. 6-19: Wärmeleitfähigkeit der MMC aus Serie 2 abhängig von der Temperatur

Die Proben MMC18-2, MMC19-2, MMC22-2 und MMC23-2 weisen ein ähnliches Verhalten auf wie die der Serie 1. Beim Vergleich der Proben MMC20-1, MMC21-1, MMC20-2 und MMC21-2 schwanken die Resultate demgegenüber deutlich.

Aufgrund des fast gleichen Faservolumenanteils der Proben MMC20-1 und MMC20-2 sind ähnliche Wärmeleitfähigkeiten zu erwarten. Tatsächlich weicht die Wärmeleitfähigkeit beider Proben um $30 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ voneinander ab. Abb. 6-20 gibt zwei unterschiedliche Stellen der Probe MMC20 wieder.

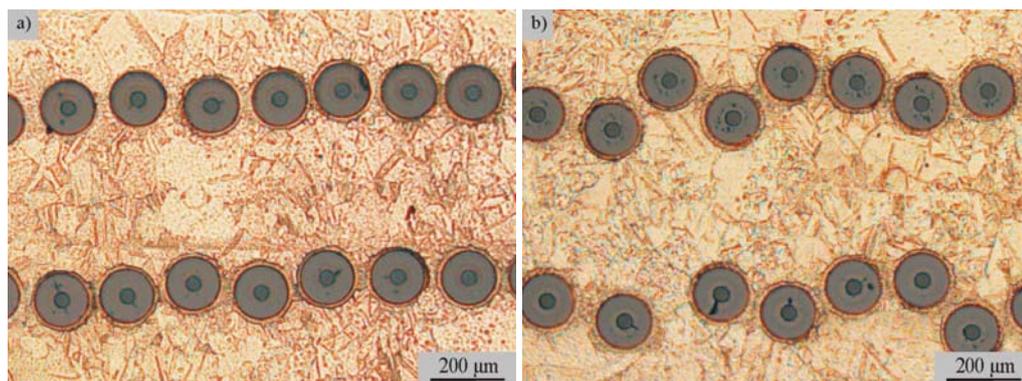


Abb. 6-20: Gleichmäßige und ungleichmäßige Faseranordnung des MMC20

Aus den Querschliffen ist die gute Verbindung zwischen den Faserlagen innerhalb der Matrix zu erkennen. Des Weiteren zeigen die Querschliffe unterschiedliche Faseranordnungen innerhalb einer Lage. In a) sind die Fasern sehr geordnet und in einer Linie, während bei b) die Fasern ungeordnet sind. Dies ist auf den manuellen Herstellungsprozess zurückzuführen, da die Durchmesser der galvanisch beschichteten Fasern leichte Unterschiede aufweisen (Dicke der Galvanikschicht) und teilweise leicht gekrümmt sind. Je länger die Beschichtungs-

zeit, desto stärker sind diese Effekte. Liegen die Fasern nicht in einer Linie, sondern weichen nach oben und unten ab, d.h. liegen ungeordneter, so vergrößert sich der Abstand zwischen den Fasern, die Wärmeleitung in der Matrix wird dadurch begünstigt. Dies ist ein möglicher Grund für die Abweichung und die unterschiedlichen Werte von MMC20-1 und MMC20-2.

Bei MMC21-1 und MMC21-2 sind die Ergebnisse anders als erwartet, da bei MMC21-2 mit einem größeren Faservolumenanteil ($V_f = 15,6\%$), eine größere Wärmeleitfähigkeit von $138 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ermittelt wurde als bei MMC21-1 mit $V_f = 14,8\%$ und $\lambda = 118 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

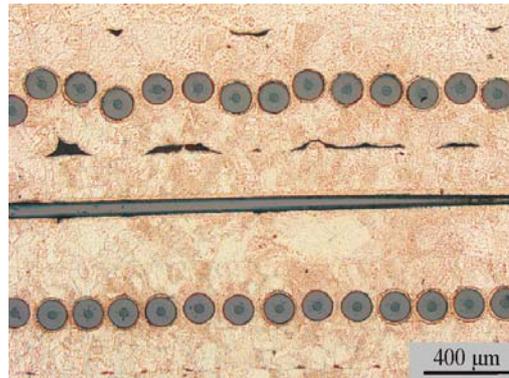


Abb. 6-21: Poren und Grenzflächen im MMC21 (0°/90°-Lagenorientierung)

Anhand des Querschliffs in Abb. 6-21 sind Poren und Grenzflächen zwischen den einzelnen UD-Lagen deutlich zu erkennen. Dies ist wahrscheinlich in einem ungleichmäßigen Druck beim Pressen begründet. Grund hierfür kann eine ungleichmäßige Probendicke besonders am Rand des MMC sein, so dass sich die Kraft der Presse nicht gleichmäßig über die gesamte Probenoberfläche verteilt. Poren beeinflussen die Wärmeleitfähigkeit, da die Wärmeleitung durch Poren und Grenzflächen (je nach Länge und Größe) erheblich verringert werden kann. Die unterschiedlichen Ergebnisse des MMC21-1 und MMC21-2 lassen sich auf unterschiedliche Anzahl und Größe der Poren und Grenzflächen, die durch Oxidschichten entstehen, zurückführen.

Neben den bereits diskutierten Proben mit den angegebenen Pressparametern von 650°C Temperatur und einem Druck von ~40 MPa wurden auch Proben untersucht, die bei 800°C und ~30 MPa gepresst wurden. Die Ergebnisse der Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit sind in Tab. 6-9 und Abb. 6-22 zusammengefasst.

Probe	a [mm^2s^{-1}]	λ [$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$]	Anordnung	Lagenanzahl	V_f [%]
MMC4-1/2	74,8	212,4	0°/0°	3	8,7
MMC5-1	82,0	242,8	0°/90°	3	8,1
MMC5-2	81,5	243,3	0°/90°	3	8,2
MMC7-4	76,1	210,1	0°/0°	3	10,5
MMC9-1	80,1	256,0	0°/90°	3	12,9

Probe	a [mm^2s^{-1}]	λ [$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$]	Anordnung	Lagenanzahl	V_f [%]
MMC10-1	91,4	274,2	0°/90°	3	7,5
MMC11-1	84,7	242,7	0°/0°	5	10,8
MMC11-2	88,3	247,7	0°/0°	5	12,3
MMC15	69,1	196,6	0°/0°	3	9,5

Tab. 6-9: Temperaturleitfähigkeit a und Wärmeleitfähigkeit λ bei Raumtemperatur

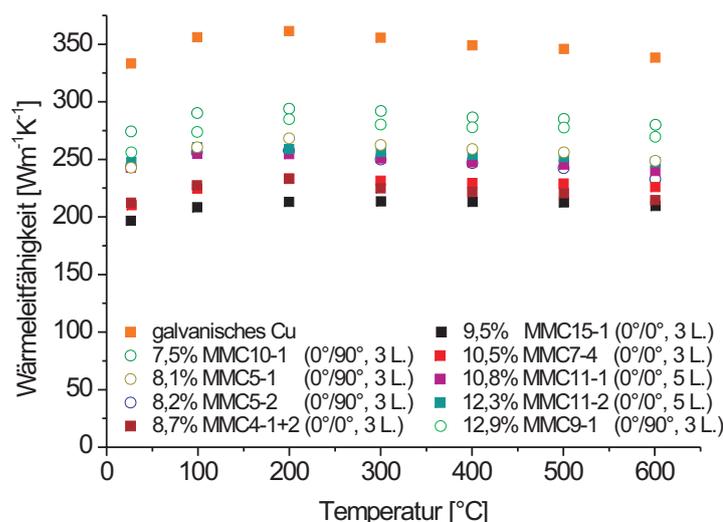


Abb. 6-22: Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur

Auch hier zeigt sich eine Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der Temperatur. Als Vergleichswert dient wiederum galvanisches Cu, sowie MMC15, der unter denselben Bedingungen wie die bereits beschriebenen Messserien, d.h. mit einer geringeren Temperatur (650°C), hergestellt wurde. Wird die Wärmeleitfähigkeit betrachtet, so erreichen die MMC mit einer sehr guten Verbindung und keinen sichtbaren Poren oder Grenzflächen durch Oxidschichten die höchsten Wärmeleitfähigkeiten (MMC9-1 und MMC10-1). MMC10-1 mit einem geringeren Faservolumenanteil (V_f) erzielt erwartungsgemäß eine leicht höhere Wärmeleitfähigkeit. Dagegen liegen die Wärmeleitfähigkeiten der Proben MMC4-1/2 und MMC7-4 deutlich niedriger. Dies ist auf Grenzflächen und Poren, die im Querschliff sichtbar sind, zurückzuführen (vgl. Abb. 6-23 a) und b)). Dabei liegt die Anzahl und Größe der Poren bei MMC4-1/2 über der von MMC7-4, was bei unterschiedlichem V_f die gleiche Wärmeleitfähigkeit erklärt. MMC11-1, MMC11-2, MMC5-1 und MMC5-2 unterscheiden sich in der Wärmeleitfähigkeit trotz leicht unterschiedlichem V_f kaum voneinander. Auch hier wurden einzelne Grenzflächen, d.h. Poren und Risse innerhalb der Matrix gefunden, die einen Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit haben. Die Temperaturleitfähigkeit zeigt bei MMC11-2 und MMC9-1, vor allem aber bei MMC11-2 Abweichungen zur Wärmeleitfähigkeit im Vergleich zu den anderen MMC und Cu. Da die Wärmeleitfähigkeit aus der gemessenen

Temperaturleitfähigkeit, dem c_p -Wert von Cu ($c_{p,Cu}$) und der effektiven Dichte resultiert und $c_{p,Cu}$ bei allen MMC gleich ist (vgl. Kapitel 4.3.2), muss der Unterschied durch die effektive Dichte verursacht sein. Das heißt am Beispiel von MMC11-2, dass die effektive Dichte (vgl. 4.3.1) gering ist, da die Wärmeleitfähigkeit im Vergleich zur Temperaturleitfähigkeit abgefallen ist. Die Unsicherheit der effektiven Dichte eines MMC wird einerseits durch V_f und Anzahl und Größe von Poren, andererseits auch von messbaren Größen (Abmessungen der Probe) beeinflusst.

Die Ergebnisse belegen, dass die Wärmeleitfähigkeit vom Faservolumenanteil abhängt, aber andere Einflüsse wie Poren, Anordnung und Verteilung der Fasern einen ebenso großen bzw. noch größeren Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit haben. Da Unterschiede z. B. in der Anordnung vor allem auch auf die manuelle Herstellung zurückzuführen sind, ist eine Optimierung durch eine standardisierte Herstellung möglich. Eine Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der Anzahl der Lagen war, wie erwartet, nicht festzustellen, da die Materialeigenschaft nicht von der Dicke der Proben abhängig sein sollte.

Abb. 6-23 zeigt Querschliffe des MMC7-4, MMC9-1 und MMC11-1.

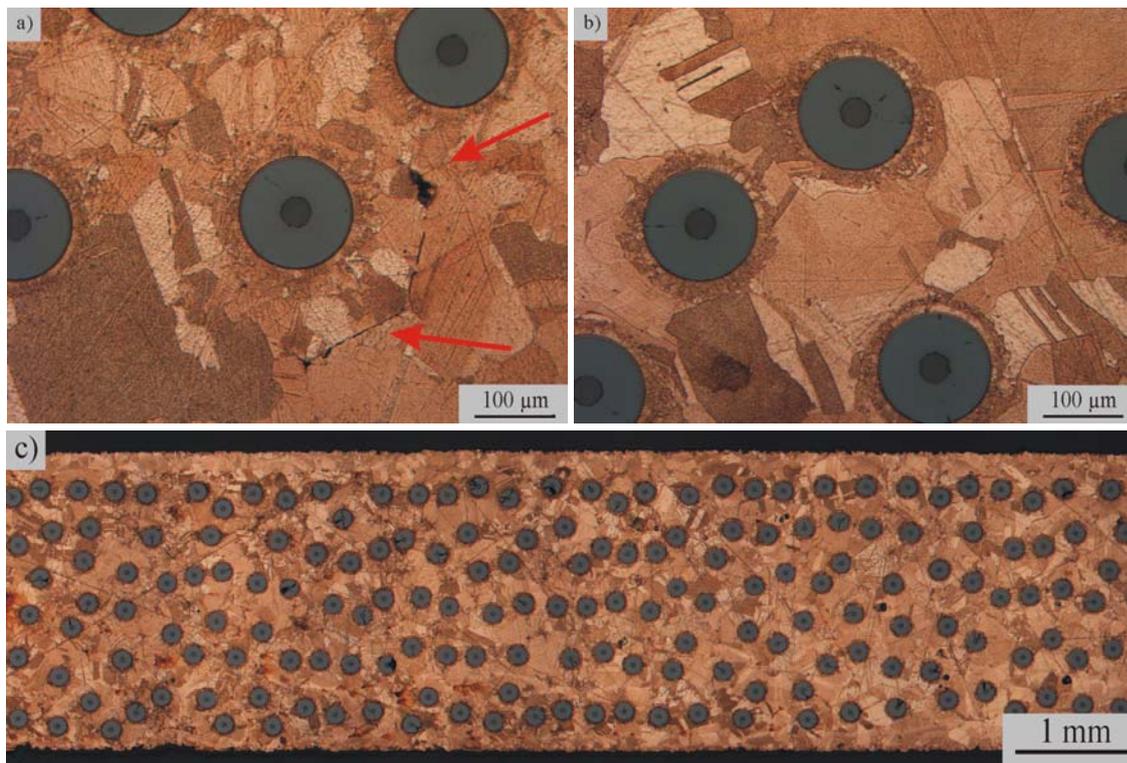


Abb. 6-23: Querschliffe von a) MMC7-4 mit Grenzflächen bzw. Poren, b) MMC9-1 Kornwachstum über Grenzflächen, c) gleichmäßige Verteilung der Fasern im MMC11-1

Alle MMC, die bei 800°C gepresst wurden, weisen eine deutlich höhere Wärmeleitfähigkeit auf als bei 650°C gepresste, beispielsweise auch MMC15. Die Temperatur bei der Herstellung der MMC hat folglich einen signifikanten Einfluss auf die spätere Wärmeleitfähigkeit. Dies ist zum einen auf die gute Verbindung innerhalb der Matrix, zum anderen auf die Anordnung der Fasern (vgl. Abb. 6-23 c)) zurückzuführen. In den Querschliffen wird das Wachstum der

Körner über die Beschichtungsgrenzen, d.h. über die Oberfläche der einzelnen Faserlagen, sichtbar. Voraussetzung dafür ist die vollständige Entfernung der Oxidschicht. Abb. 6-23 b) zeigt die gute Verbindung innerhalb des Cu. Des Weiteren weisen die Fasern eine gleichmäßige Verteilung bezogen auf das gesamte MMC auf (bei 800°C Presstemperatur). Die Grenzen zwischen den einzelnen Lagen verschwimmen, was zu einem gleichmäßigen Wärmetransport beiträgt, während die Fasern bei 650°C Presstemperatur in den einzelnen Lagen gleichmäßig angeordnet bleiben. Mit Hilfe der Presstemperatur ist es so möglich, die Fasern im MMC entsprechend den Anforderungen anzuordnen.

Die theoretische Berechnung der Wärmeleitfähigkeit geht von einer idealen Faser-Matrix-Anbindung und einer idealen Verbindung innerhalb der Matrix aus. Grenzflächen, Poren und eine nicht ideale Anbindung verschlechtern die Wärmeleitfähigkeit eines MMC. Folglich liegen die gemessenen Werte der MMC, die in 6.2.1 diskutiert wurden, unter der hier beschriebenen theoretischen Wärmeleitfähigkeit. MMC9, bei dem eine sehr gute Wärmeleitfähigkeit nachgewiesen worden ist, erreicht auf Basis von nicht leitenden Fasern die theoretische Wärmeleitfähigkeit von $256 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Das bedeutet, dass bei diesem MMC die Verbindung annähernd ideal ist, was auch bereits in Querschliffen (vgl. z. B. Abb. 6-23 b)) gezeigt werden konnte. Dabei wird davon ausgegangen, dass das galvanische Cu des MMC gleichwertig wie das galvanische Cu der reinen Cu-Probe ist.

Fehlerbeurteilung zu LFA-Messungen

Die Fehlerberechnung wird in [154] hinreichend beschrieben. Bereits bei den Messergebnissen sind leichte Abweichungen von erwarteten Werten zu beobachten. Aus diesem Grund müssen die Ergebnisse auch im Hinblick auf die verschiedenen Fehlerquellen betrachtet werden. Die Abmessungen einer Probe (Dicke und Breite) haben einen Einfluss auf die Berechnung des Faservolumenanteils. Aufgrund mehrerer Messdaten liegt der mittlere Fehler bei 1%. Für die Angabe eines Fehlerwertes in der Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit und Wärmeleitfähigkeit sind folgende Faktoren zu berücksichtigen [155]:

- Fehler in der Bestimmung der Masse der Probe und somit der effektiven Dichte
- Veränderungen der Dicke der Probe durch Sandstrahlen
- Fehlereinfluss der Dicke bei der Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit (Dicke geht quadratisch in Berechnung ein)
- Erfahrungswerte für die Ungenauigkeit der LFA-Methode durch Messung eines Materials verschiedener Probendicken
- c_p -Wert-Bestimmung des Cu

Der größte Fehler liegt in der Bestimmung des c_p -Wertes von Cu. Dieser wird durch den Vergleich der Temperaturleitfähigkeit mit einem bekannten Referenzmaterial ermittelt. Fehlerquellen sind hierbei die unterschiedlichen Dicken der Proben, die sehr unterschiedlichen c_p -Werte der Vergleichsmaterialien und die Unterschiede in der Emissivität der Proben, die durch Beschichtung der Cu-Probe mit Graphit angeglichen wird, was wiederum

Wärmeübergangswiderstände zur Folge haben kann. Aufgrund von Erfahrungswerten ist von einem Gesamtfehler bei der Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von etwa 10% auszugehen. Demgegenüber können die anderen genannten Fehlerquellen vernachlässigt werden. Die Ergebnisse der Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit zeigen innerhalb dieses Fehlerrahmens von 10% gute Übereinstimmungen.

6.2.2 Spezifische Wärmekapazität – Vergleich LFA- und DSC-Messungen

Die DCS-Messungen ermöglichten eine Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von galvanischem Cu. Dies erlaubte die Überprüfung der mit der LFA-Methode gemessenen Werte. Abb. 6-24 zeigt den Vergleich der c_p -Werte, die durch die LFA-Vergleichsmessung mit einer Referenzprobe ermittelt wurden und die mittels DSC-Methode bestimmten Werte für galvanisches Cu.

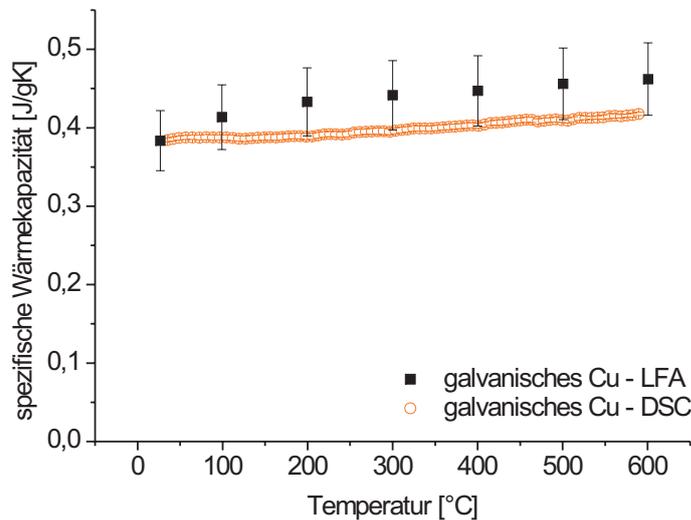


Abb. 6-24: Spezifische Wärmekapazität, ermittelt aus DSC- und LFA-Messungen

Beide Proben stammen aus derselben Cu-Platte. Der Vergleich der beiden c_p -Werte zeigt innerhalb eines für die LFA-Messungen angenommenen Fehlers von ~10% für die Bestimmungen der spezifischen Wärmekapazität (vgl. 6.2.1) eine gute Übereinstimmung. Somit konnten die Werte, die mittels der Vergleichsmessung der LFA ermittelt und für die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit der MMC-Proben verwendet wurden, durch die Ergebnisse der DSC-Methode bestätigt werden.

6.2.3 Wärmeausdehnungskoeffizient

Die Messungen der Längenänderung und die Bestimmung des Wärmeausdehnungskoeffizienten wurden vom Fraunhofer Institut für Angewandte Materialforschung (IFAM, Dresden) durchgeführt, und zwar mit drei identischen Temperaturzyklen. Da es laut Aussage des IFAM beim ersten Temperaturzyklus zu Effekten kommt (vgl. hierzu auch [156]), die die Auswertung erschweren oder zu ungenauen Aussagen führen, wurden nur der zweite und

dritte Zyklus betrachtet. Tab. 6-10 und Abb. 6-25 zeigen die Mittelwerte des Wärmeausdehnungskoeffizienten α des zweiten und dritten Aufheizzyklus der gemessenen Proben für unterschiedliche Temperaturen in Bezug auf eine Referenztemperatur von 38° bzw. 40°C. Alle Proben bestehen aus jeweils fünf UD-Faserlagen. Da die Temperaturverteilung bei niedrigen Temperaturen nicht homogen in der Probe ist, sind diese Werte kritisch zu betrachten. Nach Luo [156] sollen Werte unterhalb 120°C nicht berücksichtigt werden.

Probe	V_f [%]	Messrichtung zur Faser	α [10^{-6}K^{-1}] 150°C	α [10^{-6}K^{-1}] 250°C	α [10^{-6}K^{-1}] 350°C	α [10^{-6}K^{-1}] 450°C	α [10^{-6}K^{-1}] 550°C
Cu galv.			17,10	17,56	17,81	18,13	18,49
MMC16-1	~12	quer	16,90	17,44	17,79	18,15	18,54
MMC16-2	~12	in	13,28	13,42	13,05	12,72	12,49
MMC18	10,7	in	11,74	12,06	11,49	10,88	10,43
MMC20-1	13,2	in	12,59	12,17	11,28	10,59	10,05
MMC20-2	13,6	quer	14,93	16,39	17,34	17,92	18,62
MMC19	12,7	in/quer	13,08	12,96	12,00	11,09	10,51

Tab. 6-10: Thermischer Ausdehnungskoeffizient für verschiedene Temperaturen

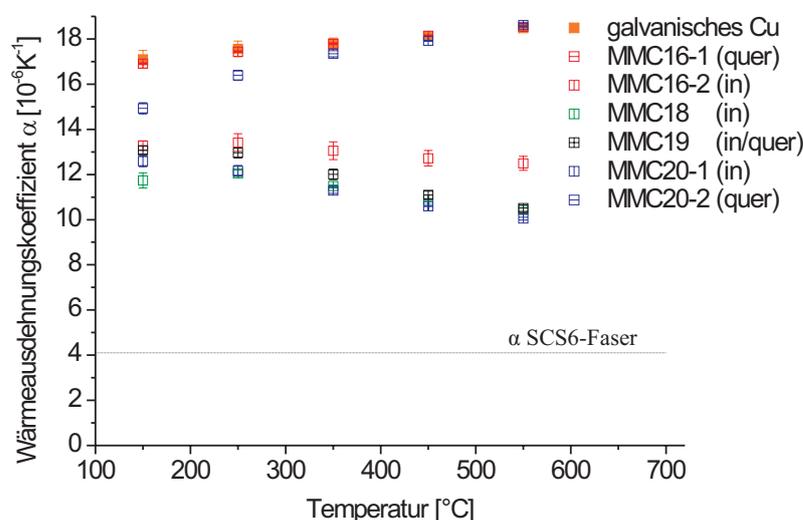


Abb. 6-25: Thermischer Ausdehnungskoeffizient der MMC für verschiedene Temperaturen, mit Vergleichswerten (galv. Cu, SCS6-Faser)

Der thermische Ausdehnungskoeffizient von galvanischem Cu steigt linear mit der Temperatur an. Liegen die Fasern quer zur Messrichtung, so wird der thermische Ausdehnungskoeffizient durch die Fasern nicht beeinflusst und die Werte (MMC16-1 und MMC20-2) sind mit Kupfer vergleichbar. Die Abweichungen des MMC20-2 sind Folge der am Ende des vorangegangenen Abkühlzyklus langsameren Abkühlung, bis die Referenztemperatur erzielt

wurde. Eine exakte Dreieckskurve der Temperatur und der Zeit ist bei den niedrigen Temperaturen nicht erreichbar. Eine Dreieckskurve bedeutet einen linearen Anstieg der Temperatur mit der Zeit, beginnend mit der Referenztemperatur von 38° bzw. 40°C bis zu 550°C (Aufheizzyklus) und eine lineare Abkühlung von 550°C bis zur Referenztemperatur (Abkühlzyklus). Gerade bei niedrigen Temperaturen ist die Einhaltung des Zyklus oft nicht gegeben, und die Kurve verläuft flacher, d. h. die Temperatur nimmt mit der Zeit nicht linear sondern langsamer ab. Durch die Ofenregelung wird diesem Effekt entgegengesteuert, um die Probe schneller abkühlen zu lassen. Dies führt oftmals zu einem Übersteuern und zu einem flacheren Anstieg im folgenden Aufheizzyklus. Je nach Ausprägung des flacheren Anstiegs wird ein geringerer Wärmeausdehnungskoeffizient gemessen (vgl. MMC20-2).

Wird der thermische Ausdehnungskoeffizient in Faserrichtung bestimmt, so werden deutlich niedrigere Werte (MMC16-2, MMC 20-1, MMC18) als bei Kupfer erzielt. Die Fasern reduzieren die thermische Ausdehnung in Faserrichtung. Auch bei MMC19, bei dem drei Faserlagen in Messrichtung und zwei quer zur Messrichtung liegen, wird die thermische Ausdehnung wegen des geringeren Ausdehnungskoeffizienten der Fasern deutlich reduziert.

Eine Abhängigkeit vom Faservolumenanteil ist beim Vergleich der Werte von MMC16-2 ($V_f=12\%$) und MMC20-1 ($V_f=13,2\%$) zu vermuten. Eine klare Tendenz kann hierzu aber nicht festgestellt werden, da sonst MMC18 und vor allem MMC19 mit einem geringeren Faservolumenanteil in Messrichtung höhere Werte erzielen müssten als MMC16-2 und MMC20-1. Folglich scheint der Faservolumenanteil eine untergeordnete Rolle zu spielen, solange ein Mindestanteil Fasern im Cu vorhanden ist. Mögliche Ursachen der unterschiedlichen Ergebnisse sind wie bei der Wärmeleitfähigkeit in der Struktur bzw. der Verteilung der Fasern im Cu zu finden.

Auffallend ist, dass bei MMC, bei denen die Fasern in Messrichtung liegen, kein linearer Anstieg des Wärmeausdehnungskoeffizienten in Abhängigkeit der Temperatur festzustellen ist. Ab etwa einer Temperatur von 250°C fällt der Ausdehnungskoeffizient gegenüber tieferen Temperaturen sogar leicht ab. Je höher die Temperatur ist, desto stärker scheinen die Fasern den Wärmeausdehnungskoeffizienten zu beeinflussen. Damit die Fasern den Ausdehnungskoeffizienten der Cu-Matrix reduzieren können, müssen Schubkräfte von der Faser auf die Cu-Matrix und umgekehrt übertragen werden. Dies erfordert eine ausreichende Faser-Matrix-Anbindung bis 550°C. Das Cu dehnt sich aus und versucht auch die Faser mit auszudehnen. Da die Faser ein deutlich geringeres α besitzt, wird das Cu an der Ausdehnung gehindert. Folglich ist der Ausdehnungskoeffizient des MMC gegenüber dem Cu kleiner. Einen ähnlichen Effekt wurde bei [156] festgestellt. Eine sehr gute Faser-Matrix-Anbindung reduziert die Ausdehnung, währenddessen sich bei einer schlechten Haftung der Ausdehnungskoeffizient des MMC dem der Cu-Matrix annähert. Des Weiteren stellt Luo [156] fest, dass sich für eine sehr gute Faser-Matrix-Anbindung im ersten, nicht verwendeten Temperaturzyklus eine Verkürzung der Probe einstellt, was auf Relaxationseffekte der fertigungsinduzierten Eigenspannungen zurückzuführen ist. Dieser Effekt konnte bei den gemessenen MMC-Proben ebenfalls beobachtet werden, das wiederum auf eine sehr gute Faser-Matrix-Anbindung schließen lässt.

Weitere Effekte, die einen Einfluss auf den Ausdehnungskoeffizienten der Matrix haben können, sind die Plastizität der Cu-Matrix bei höherer Temperatur und die Eigenspannungen des MMC aufgrund der Herstellung. Bei einer höheren Temperatur wird das Cu weich, d.h. plastisch und verliert an Festigkeit, so dass die Fasern bei höheren Temperaturen einen stärkeren Einfluss auf den Ausdehnungskoeffizienten haben. Das Cu kann sich in Faserrichtung nicht mehr so stark ausdehnen, quer zur Faser findet allerdings keine Behinderung der Ausdehnung statt. Bereits in den TMF- und den Zugversuchen wurde eine Plastizität des Cu bei höheren Temperaturen ab $\sim 300^\circ\text{C}$ festgestellt. Des Weiteren beeinflussen Eigenspannungen, die aufgrund der Herstellung entstehen, den Ausdehnungskoeffizienten. Bei Raumtemperatur liegen in der Faser Druckspannungen, in der Matrix Zugspannungen vor. Wird durch Aufheizen der spannungsfreie Zustand erreicht bzw. überschritten, werden durch die Faser Druckspannungen in der Matrix induziert, die die Ausdehnung behindern.

6.3 Untersuchung von Faserbrüchen

Untersuchungen der MMC-Proben auf Faserbrüche dienen der Feststellung, ob bzw. unter welchen Bedingungen bei der Herstellung von MMC Faserbrüche auftreten und welche Auswirkungen diese gegebenenfalls auf das Verhalten eines MMC haben.

Zur Überprüfung möglicher Faserrisse wurde das Cu bei verschiedenen HIP-Kapseln und MMC-Flachproben nach jeweils unterschiedlichen Herstellungsschritten herausgelöst. Dazu fand die auch zur Ablösung der Oxidschicht benutzte Ätzlösung Verwendung. Um den Einfluss der verschiedenen Herstellungsbedingungen zu ermitteln, wurden beispielsweise die HIP-Kapseln nach dem Pressen und nach verschiedenen mechanischen Bearbeitungen sowie thermischen Belastungen untersucht, außerdem die MMC-Flachproben mit unterschiedlicher Lagenorientierung ($0^\circ/0^\circ$ und $0^\circ/90^\circ$).

Im Wesentlichen umfassten die Untersuchungen folgende Proben:

- HIP-Probe – heißisostatisch gepresste MMC-Probe („HIP-Prozess“)
- Zugprobe – mechanisch/spanend bearbeitet (K1-1)
- Zugprobe – mechanisch/spanend bearbeitet und zyklert (K1-2)
- MMC-Proben – $0^\circ/0^\circ$ und $0^\circ/90^\circ$ Faserorientierung

Die zyklerten Proben wurden 50x mit einem Wärmezyklus zwischen Raumtemperatur und 550°C belastet. Dabei betrug die Aufheizrate 100 K/min , die Abkühlrate lag bei maximal 40 K/min .

Abb. 6-26 zeigt REM-Bilder von Fasern der aufgelösten HIP-Proben.

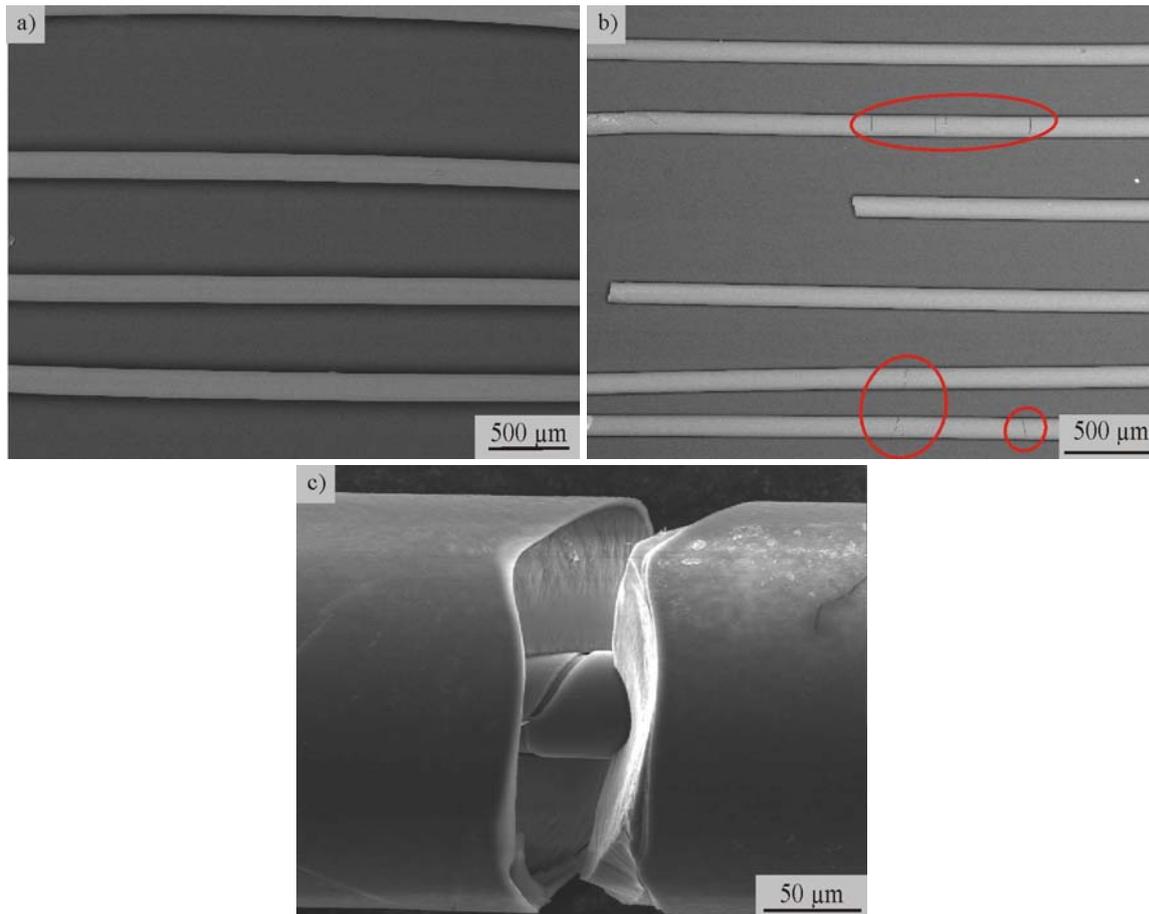


Abb. 6-26: Untersuchungen zu Faserbrüchen

- a) HIP-Probe,
- b) Zugprobe spanend bearbeitet und zyklisiert (KI-2),
- c) Faserbruch einer zyklisierten Probe

Im Bild a) sind die Fasern der HIP-Probe zu sehen. Diese Probe wurde mechanisch nicht bearbeitet, es sind keine Risse festzustellen. In einer mechanisch bearbeiteten, durchtrennten und bis auf die faserverstärkte Zone abgedrehten Zugprobe (Bild b)), die anschließend zyklisiert wurde, sind jedoch Risse zu erkennen. Dabei bewirkt das Zyklisieren keine erhöhte Anzahl an Faserrissen, die vorhandenen Risse sind allerdings deutlich ausgeprägter. Das Zyklisieren bewirkt also eine Vergrößerung der Risse. Dieser Effekt konnte auch mittels „in situ“ Tomographie-Untersuchungen, die von der TU Wien an der ESRF Grenoble (ID 15A) an MMC-Proben durchgeführt wurden, festgestellt werden [157, 158]. Einige im Rahmen dieser Arbeit synthetisierte HIP-Proben wurden dazu zwischen RT und 550°C mit einer Aufheizrate von 100 K/min zyklisiert. Dabei zeigte sich eine Verlängerung der Proben. In Tomographieaufnahmen konnten ebenfalls Faserrisse nachgewiesen werden, die aber bereits vor dem Zyklisieren vorhanden waren (Abb. 6-27 b)). Die Verlängerung der Probe während des Zyklisierens entsteht dadurch, dass das weiche Cu in die Risse eindringt. Beim Aufheizen dehnt sich das Cu aus und vergrößert den Spalt innerhalb der Faser. Bei steigender Zyklenanzahl

findet somit eine kontinuierliche Rissaufweitung und dadurch eine Probenverlängerung statt [157, 158]. Ein deutlich vergrößerter Riss einer Faser, bei der das Cu aus der zyklisierten und mechanisch bearbeitenden Probe herausgelöst wurde, ist in Abb. 6-26 c) wiedergegeben. Abb. 6-27 zeigt eine Verdrehung des Faserbündels einer HIP-Probe sowie Tomographieaufnahmen der Faserrisse innerhalb einer mechanisch bearbeiteten HIP-Kapsel (entnommen aus [157, 158]).

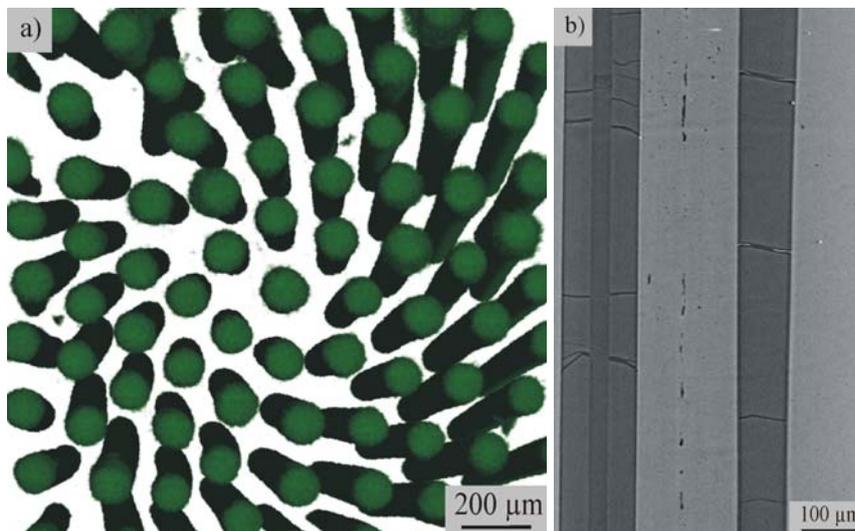


Abb. 6-27: a) Verdrehung des Faserbündels in einer HIP-Kapsel,
b) MMC mit Faserrissen beim Zyklisieren (entnommen aus [157, 158])

Die Untersuchungen belegen, dass bei der Herstellung der MMC-Proben durch den HIP-Prozess eine Faserschädigung unwahrscheinlich ist. Da Risse erst sichtbar wurden, wenn eine mechanische Bearbeitung vorlag, kann davon ausgegangen werden, dass eine mechanische Belastung, z. B. das Trennen und Abdrehen der Proben, zu lokalen Spannungen führt und somit ein Riss initiiert wurde. Gerade die sehr kleinen Tomographie-Proben mit einem Durchmesser von lediglich $\sim 1,6$ mm (faserverstärkte Zone) können durch die mechanische Bearbeitung vorgeschädigt werden. Die zufällige Verteilung der Risse spricht für eine Rissbildung an Schwachstellen der Faser durch lokal auftretende große Spannungen. Das gedrehte Faserbündel und die dadurch entstehenden Torsionskräfte können lokale Spannungsspitzen zusätzlich begünstigen (Abb. 6-27). Wäre die durch den HIP-Prozess hervorgerufene Belastung (thermischer Ausdehnungsunterschied Faser/Matrix) auf die Fasern im Allgemeinen zu groß, müssten die Risse gleichmäßiger verteilt sein. Ein weiterer Punkt ist, dass bei dem thermischen Vorversuch (kraftloser TMF-Versuch) mit über 1400 Zyklen keine bzw. nur eine sehr geringe Längenausdehnung und insbesondere nur in den Randbereichen festgestellt wurde. Bei dem TMF-Versuch wurde nicht von Raumtemperatur sondern von 250°C auf 550°C aufgeheizt, aber auch hier unterlag die Probe zwei Zyklen ab RT. Risse, auch Mikrorisse, die auf den HIP-Prozess zurückzuführen wären, hätten zu einer signifikanten Verlängerung der Probe führen müssen. Zudem wurde bei mehreren verschiedenen Untersuchungen – Zugversuche, TMF-Versuche und Dilatometermessungen – auf das plastische Verhalten des Kupfers bei höheren Temperaturen ab etwa 300°C hingewiesen, d.h. die Schubübertragung des Cu auf die Faser verringert sich. Mit zunehmender Temperatur

wirkt die geringere Festigkeit des Cu dem höheren Ausdehnungsunterschied von Faser und Matrix und den dadurch entstehenden Scherkräften auf die Faser entgegen.

Aus diesen Gründen ist eine mechanische Bearbeitung insbesondere bei geringen Proben-durchmessern am plausibelsten für eine Rissentstehung in MMC. Schwachstellen oder Spannungsspitzen durch lokale Überbeanspruchung begünstigen dabei die Entstehung eines Risses. Das thermische Zyklieren zwischen RT und 550°C führt zwar zu einer Vergrößerung bereits vorhandener Risse, aber zu keiner neuen Rissbildung.

In Abb. 6-28 sind die Fasern einer 0°/90°-Flachprobe dargestellt. Lediglich wenige vereinzelte Risse sind bei dieser Probe zu erkennen. Bei der 0°/0°-Probe waren keine Faserbrüche festzustellen. Daraus lässt sich schließen, dass die Pressparameter von 650°C und 41,5 MPa zu vernachlässigbaren Faserschäden führen.

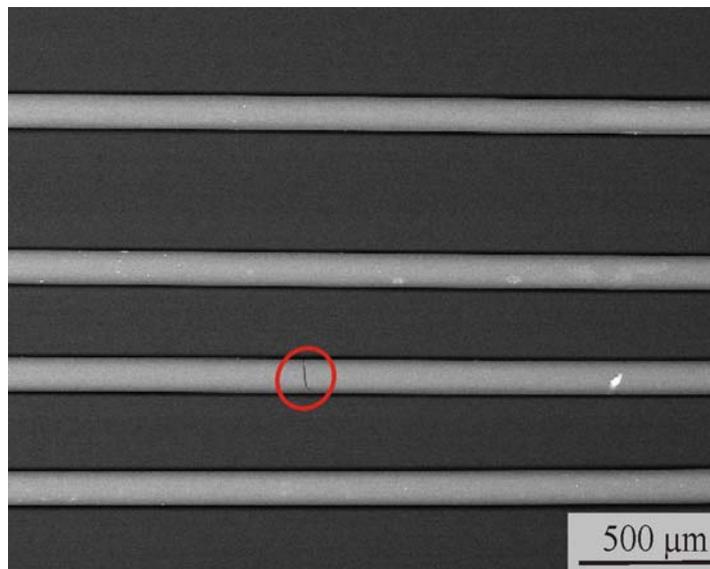


Abb. 6-28: Untersuchung zu Faserbrüchen – MMC-Probe 0°/90°

7. Untersuchungsergebnisse zum MMC im Flachziegel-Mock-up

Auf Basis der bisherigen Ergebnisanalysen zum SiC_f/Cu -MMC werden in diesem Kapitel die Ergebnisse beim Einsatz der MMC im Modell einer Divertor-Komponente analysiert. Dazu gehören im Vorversuch Thermoschocktests und insbesondere Wärmeflusstests der MMC zusammen mit den übrigen Mock-up-Bauteilen im Flachziegel-Mock-up.

7.1 Vorversuch – Thermoschocktests

Die Thermoschocktests an den gelöteten Mock-up-Bauteilen W, MMC und CuCrZr (vgl. 5.2) erlauben eine qualitative Beurteilung der Schadensmechanismen anhand von Querschliffen der getesteten Proben. Durch die starken Temperaturänderungen beim Verlöten, das Abkühlen von fast 1000°C auf RT, entstehen infolge der unterschiedlichen Wärmeausdehnungen sehr hohe Spannungen im Bauteil. Als erste wichtige Beurteilung dient dabei bereits die Prüfung, ob nach einer bestimmten Zyklenanzahl äußere Schäden bis hin zur Abtrennung von einzelnen Materialien oder Delaminationen auftreten. Die Proben werden bei diesem Test wiederholt von 450°C auf RT abgeschreckt. Alle getesteten MMC überstanden 30 Zyklen ohne eine Abtrennung, was als ein Erfolg zu werten ist. Nach dem Test und teilweise auch bereits nach dem Lötprozess waren Risse an einigen MMC erkennbar. Um die Schäden genauer zu beurteilen, wurden zwei MMC-Proben ausgewählt und mittels Querschliffen die Schäden qualitativ ausgewertet. Abb. 7-1 zeigt die Querschliffe von MMC11, bei dem zunächst bei äußerlicher Betrachtung nur wenige Risse, und von MMC4, bei dem große Risse nach den Tests sichtbar waren.

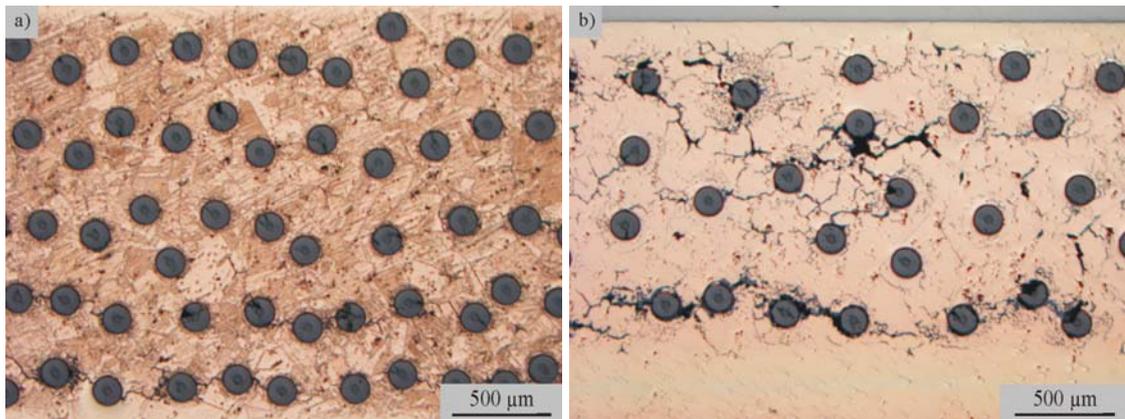


Abb. 7-1: Querschliffe nach Thermoschocktests:
a) wenige Risse in MMC11, b) viele Risse in MMC4

In MMC11 Abb. 7-1 sind die wenigsten Risse erkennbar. In der untersten UD-Lage wurde ein schmaler Riss zwischen den Fasern festgestellt. Delamination zwischen den Lagen trat nicht auf. Der MMC zeigte bereits im Querschliff vor dem Thermoschocktest gute Verbindungen innerhalb der Matrix und an der Faser-Matrix-Grenzfläche (vgl. Abb. 6-23). In MMC4 dagegen sind eindeutig Risse innerhalb der Matrix sowohl an den „Sechseck“-Grenzen, vor

allem aber auch im direkten Umfeld der Fasern zu erkennen. Dieser MMC wies bereits vor den Tests deutliche Poren auf. Durch die großen thermischen Ausdehnungsunterschiede zwischen W und MMC, CuCrZr und MMC und innerhalb des MMC an der Faser-Matrix-Grenzfläche kommt es zu großen Spannungen im Bauteil. Werden diese zu groß, können insbesondere an Schwachstellen, wie Oxidschichten und Poren oder an Orten mit großen thermischen Spannungsunterschieden, z. B. Faser-Matrix-Grenzfläche, Risse entstehen, die sich bei nachfolgenden Zyklen weiter ausbreiten. Auf große Spannungsunterschiede an der Faser-Matrix-Grenzfläche infolge unterschiedlicher Ausdehnungskoeffizienten deuten vor allem die kleinen Risse um die Fasern hin.

Die Ergebnisse zeigen, dass wenige Verbindungsfehler im MMC auch nur eine geringe Rissbildung durch die Thermoschocktests zur Folge haben. Poren, Grenzflächen und Oxidschichten begünstigen dagegen eine Rissentstehung bei zyklischen Thermoschocktests.

7.2 Flachziegel-Mock-up mit SiC/Cu – Wärmeflusstests

Es wurden drei Flachziegel-Mock-ups aufgebaut und getestet. Alle Mock-ups wurden zunächst den Screening-Tests unterzogen. Anschließend folgten die zyklischen Tests, bei denen Mock-up A und C jeweils 20x mit $10,5 \text{ MW/m}^2$ und Mock-up B insgesamt mit 80 Zyklen bei $10,5 \text{ MW/m}^2$ belastet wurden. Am Beispiel von Mock-up B sind im Folgenden die Ergebnisse genauer erläutert.

7.2.1 Mock-up B

Die Spannungsverteilung im Mock-up konnte durch Simulation gezeigt werden. In Abb. 7-2 ist die Vergleichsspannung nach von Mises im Bauteil zu verschiedenen Zeiten dargestellt.

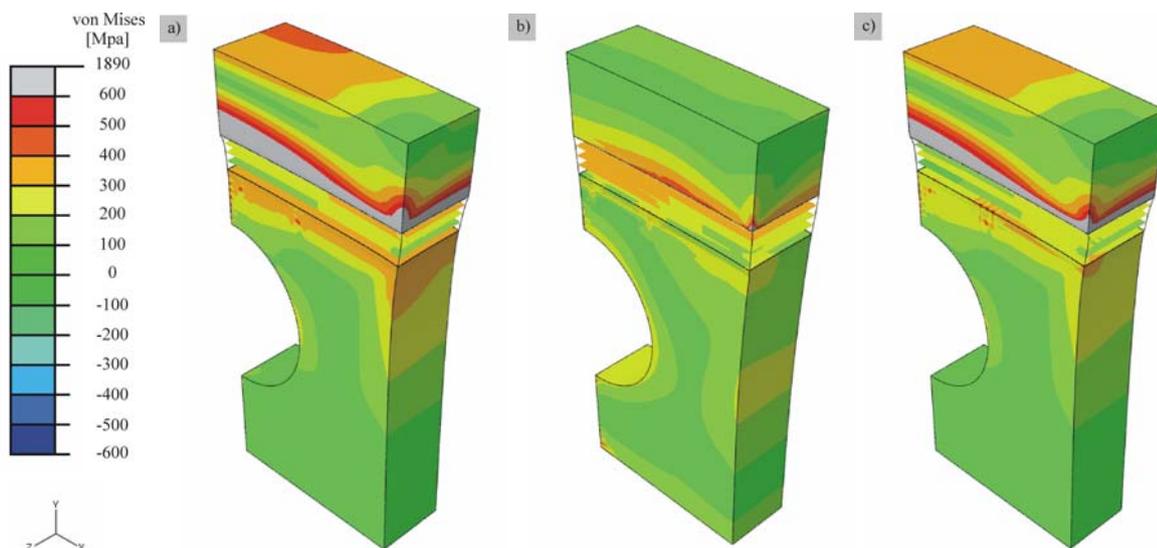


Abb. 7-2: FEM Simulation:

- a) Eigenspannungszustand nach dem Löten,
- b) Spannungsverteilung während des Wärmeflusses,
- c) Spannungsverteilung nach Abkühlung

Die größten Spannungen (graue Bereiche) treten aufgrund der großen thermischen Ausdehnungsunterschiede an der Grenzfläche zwischen dem PFM Wolfram und dem MMC auf. In allen drei Zuständen sind Spannungsspitzen an den Ecken des Bauteils zwischen Wolfram und dem MMC zu erkennen. Durch die Spannungsspitzen treten an diesen Randstellen auch die größten Belastungen in den Materialien auf, die die Spannungen aufnehmen und kompensieren müssen. Folglich ist eine Schadensentstehung durch Überlastung der Materialien an diesen Stellen am wahrscheinlichsten. Dieses Ergebnis spiegelt sich auch in den Experimenten wider.

Die während der Screening-Tests mit den Pyrometern und Thermofühlern (TC) gemessenen Temperaturen wurden mit den berechneten Temperaturen aus der FEM-Simulation verglichen. In Abb. 7-3 a) sind die Werte abhängig vom Wärmefluss dargestellt, in b) ist die berechnete Temperaturverteilung des Mock-ups bei $10,5 \text{ MW/m}^2$ abgebildet.

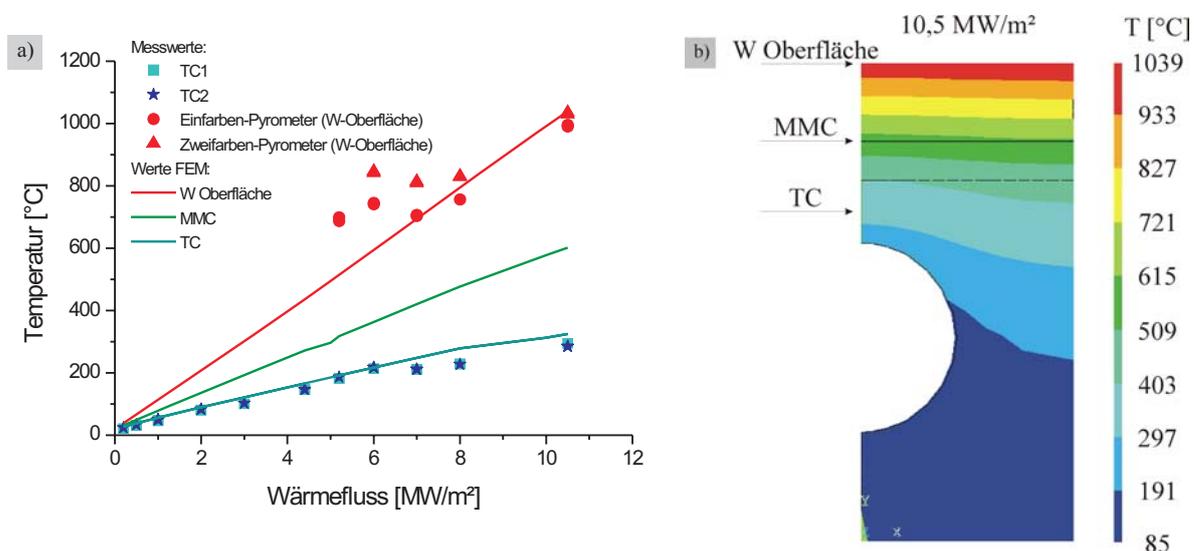


Abb. 7-3: a) Temperaturvergleich zwischen gemessenen und berechneten Werten, b) FEM-Temperatursimulation bei $10,5 \text{ MW/m}^2$

Die Kurven zeigen für die berechneten Werte jeweils die höchsten Temperaturen an der W- und MMC-Oberfläche und an der Stelle, an der die Thermofühler angebracht sind (über dem Kühlkanal). Die Temperaturen steigen mit Zunahme der aufgebrachten Wärmeflüsse an. Zwischen den berechneten und gemessenen Werten zeigt sich eine gute Übereinstimmung. Somit sind die Werte, die der Berechnung für die Materialien zu Grunde liegen, z. B. die Wärmeleitfähigkeit des MMC bei RT von etwa $180 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, zutreffend. Aus der Temperaturverteilung der FEM-Simulation kann die Stelle an der W-Oberfläche am Rand des Mock-ups (größter Abstand zum Kühlkanal) als heißester Punkt bestimmt werden ($\sim 1040^\circ\text{C}$). Die Temperatur an der MMC-Oberseite liegt bei $\sim 580\text{-}600^\circ\text{C}$.

Die IR-Bilder dienen einer qualitativen Beurteilung, ob es an der Oberseite des Mock-ups zur lokalen Überhitzung eines W-Ziegels kommt. Eine genaue Temperatureauswertung ist hiermit aufgrund des nicht exakt bekannten Emissionskoeffizienten von W, der sich mit der

Temperatur ändert und stark von den Oberflächeneigenschaften abhängt, nicht möglich. In Abb. 7-4 sind die IR-Bilder während des Screenings von 3, 8 und 10,5 MW/m² festgehalten.

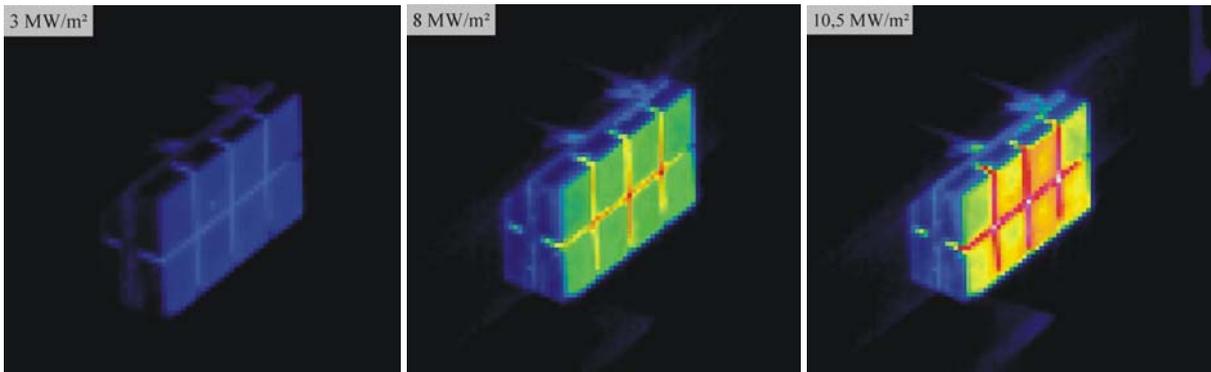


Abb. 7-4: IR-Bilder bei 3, 8 und 10,5 MW/m² der Screening-Tests

Die IR-Bilder zeigen den Anstieg der Temperatur an der W-Oberfläche mit zunehmendem Wärmefluss. Des Weiteren ist die Temperaturverteilung über der Oberfläche gleichmäßig, d.h. bei den Screening-Tests überhitzten keine einzelnen W-Ziegel. Mittels der IR-Kamera konnte zudem eine gleichmäßige und schnelle Abkühlung der W-Ziegel nachgewiesen werden, was ebenfalls ein wichtiges Indiz für einen ausreichenden Wärmetransport ist. Folglich hat dieser Mock-up die Screening-Tests ohne Schaden überstanden, und es kann von einem ausreichenden Wärmetransport bis 10,5 MW/m² gesprochen werden.

Abb. 7-5 zeigt IR-Bilder nach 2, 40, 41 und 80 Zyklen.

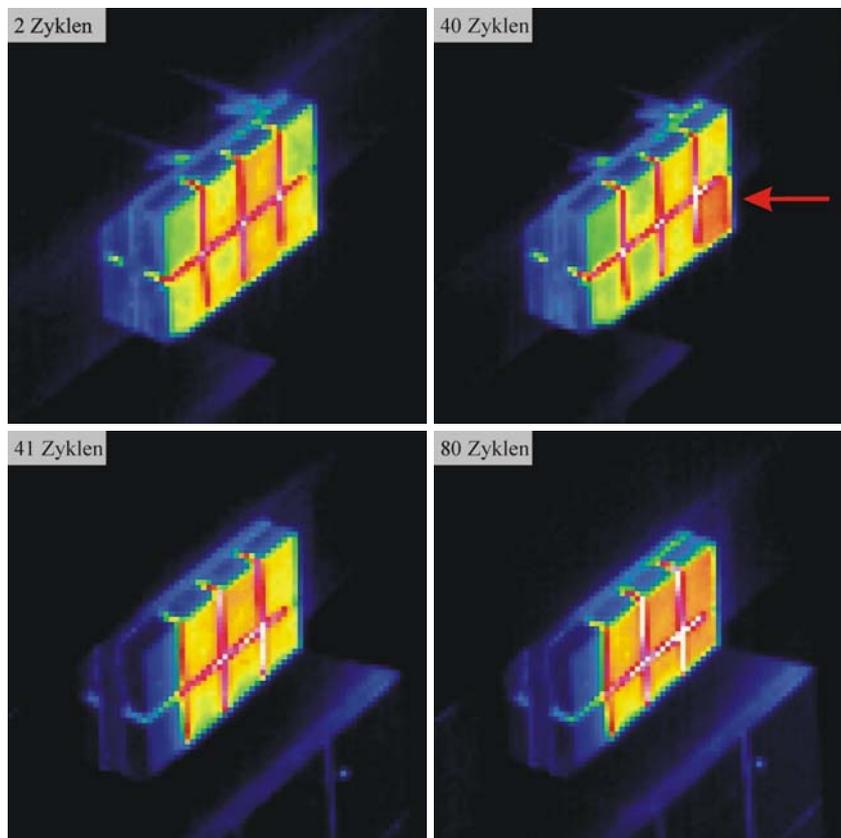


Abb. 7-5: IR-Bilder nach 2, 40, 41 und 80 Zyklen bei 10,5 MW/m²

Bei den zyklischen Tests wurde bis zum 25. Zyklus eine gleichmäßige Temperaturverteilung an der W-Oberfläche beobachtet. Danach zeigten die IR-Bilder einen Anstieg der Oberflächentemperatur bis zu einer deutlichen Überhitzung am rechten unteren W-Ziegel (Abb. 7-5). Die Abkühlung dieses Ziegels verlief langsamer als die der anderen Ziegel, was an dieser Stelle wiederum auf einen ungenügenden Wärmetransport von der W-Oberfläche zum Kühlkanal schließen lässt. Dabei ist zu beachten, dass das Strahlprofil der Ionenquelle ausreichend groß ist, um eine gleichmäßige Wärmelast auf den gesamten Mock-up zu gewährleisten. Aufgrund der Überhitzung dieses Ziegels wurde der Test nach 40 Zyklen unterbrochen. Da die anderen Ziegel keinerlei Schäden aufwiesen, wurden der beschädigte bzw. die beiden äußeren Ziegel mit Hilfe der Blende abgedeckt, so dass der beschädigte Ziegel nicht mehr dem Wärmefluss ausgesetzt war (ab Zyklus 41 links). Bei weiterer zyklischer Belastung der restlichen Fläche mit $10,5 \text{ MW/m}^2$ war ein leichter aber kontinuierlicher Temperaturanstieg der Oberfläche zu beobachten (vgl. IR-Bilder 41 und 80 Zyklen, Abb. 7-5). Der Temperaturanstieg wurde mittels der Pyrometer, der IR-Bilder, aber auch durch Farbveränderungen (Glühen) der W-Ziegel festgestellt.

In Abb. 7-6 ist der Mock-up während des 80. Zyklus abgebildet.

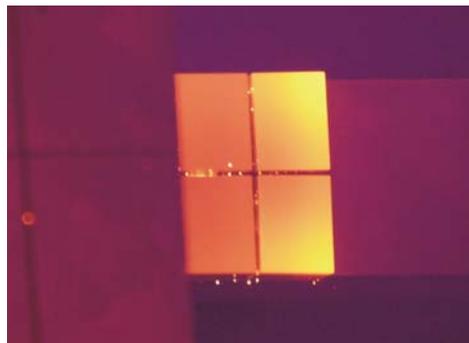


Abb. 7-6: 80. Zyklus bei $10,5 \text{ MW/m}^2$ des Mock-up B

Anhand der Farbveränderung war die höchste Temperatur an den Ecken der Randziegel festzustellen. An diesen Randpunkten treten gemäß der Simulation auch die größten Spannungen auf (vgl. Abb. 7-2). Kleine Schäden können hier nicht mehr durch Aufnehmen der Belastungen durch Nachbarbereiche ausgeglichen werden und führen zu Rissen oder einer Auftrennung innerhalb oder zwischen den Materialien. Um die Schadensmechanismen und die Veränderungen im MMC metallographisch genauer charakterisieren zu können, wurde der Wärmeflussstest nach 80 Zyklen abgebrochen.

Mikroskopische Untersuchungen des Mock-ups B nach dem Wärmeflusstest

In der folgenden Abb. 7-7 sind verschiedene Stellen des Mock-ups im Querschliff zusammengestellt.

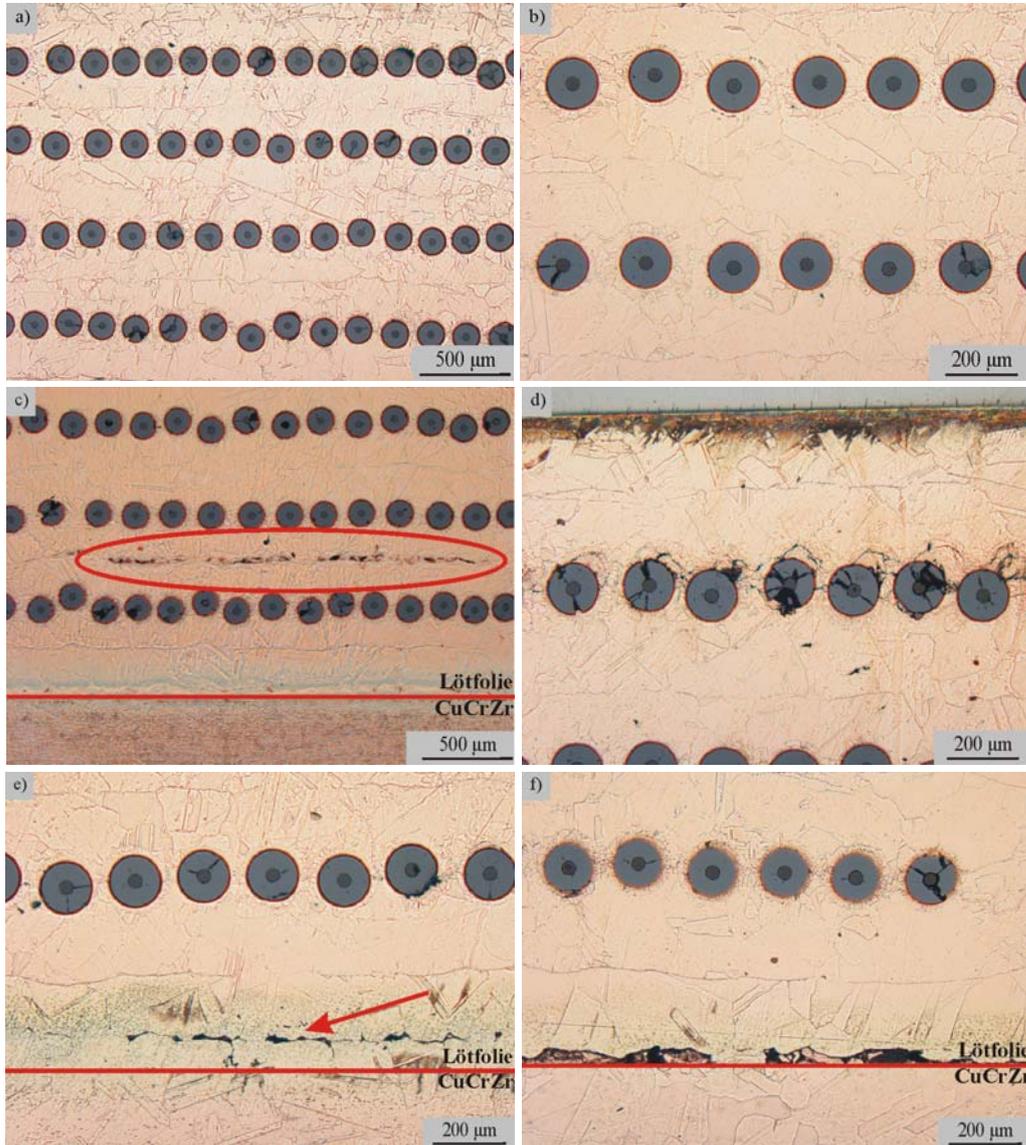


Abb. 7-7: Mock-up B – Querschliffe nach dem Wärmeflusstest

Bilder a) und b) in Abb. 7-7 zeigen die gute Verbindung des MMC innerhalb der Matrix auch nach den Tests. Einzelne lokale Risse, die auf Oxidschichten zurückzuführen sind, sind zwischen den Lagen vorhanden (c)). Es ist aber kein Risswachstum zu erkennen, d.h. diese Defekte führen nicht zu einem Versagen während der zyklischen Tests. An den jeweils äußersten Faserlagen, d.h. den Lagen zum Wolfram und zum CuCrZr hin, waren kleine Matrixrisse um die Fasern und zwischen den Fasern festzustellen (d)). Die Matrixrisse entstehen infolge der großen Spannungen durch Unterschiede in den Wärmeausdehnungskoeffizienten der Faser und der Matrix insbesondere an den äußersten Lagen. Die Querschliffe e) und f) zeigen jeweils die Verbindung des MMC zur Wärmesenke CuCrZr.

Dabei ist die Lötverbindung an einigen Stellen ungenügend, so dass Poren und Spalten zwischen MMC und CuCrZr auftreten. Zudem zeigt Bild e), dass sich teilweise die Lötfolien (2 Stück) nicht miteinander verbunden haben. Durch diese Poren entstehen Wärmebarrieren, die den Wärmetransport zum Kühlkreislauf reduzieren. Dadurch kann es wiederum zu einer Überhitzung der oberen Lagen, der oberen Lötung und der W-Ziegel kommen.

Nach den ersten 40 Zyklen wurde der Versuch unterbrochen, da ein Ziegel überhitzt war. In Abb. 7-8 ist der obere Teil des MMC an der Stelle des überhitzten Ziegels im Querschliff dargestellt.

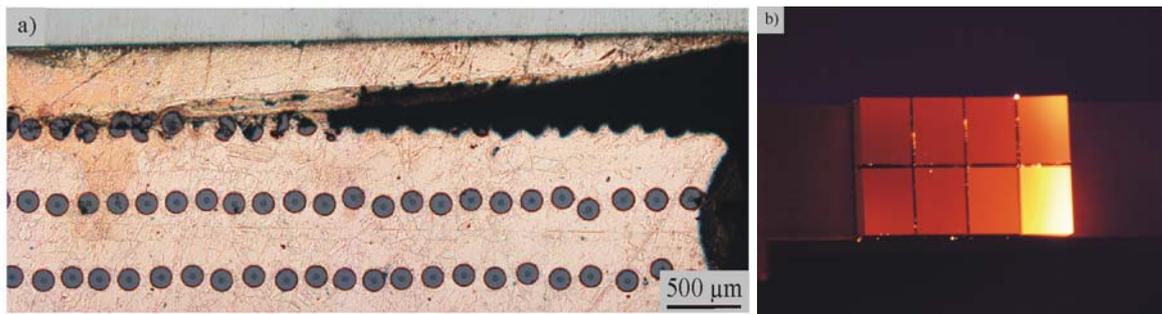


Abb. 7-8: Mock-up B – MMC an überhitztem W-Ziegel

Am Rande des MMC kam es zur Bildung eines großen Risses, der sich vom Rand aus in das Innere des MMC fortsetzte. Durch den großen Spalt war die Wärmeleitung blockiert, und es folgte die Überhitzung des an dieser Stelle liegenden W-Ziegels. Da die Überhitzung nicht an allen Randziegeln aufgetreten ist, kann davon ausgegangen werden, dass nicht die Wärmelast an sich als alleiniger Grund für das Versagen verantwortlich war, sondern ein Zusammenspiel mehrerer Faktoren. Aus diesem Grund sind wahrscheinlich Defekte bzw. Schwachstellen zusammen mit hohen auftretenden Spannungen die Ursache für den Schaden. Die hohen Spannungen aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungen zwischen dem W-Ziegel und dem MMC bzw. zwischen Faser und Matrix können zu kleinen Rissen in der Matrix, insbesondere in der unmittelbaren Umgebung der Fasern führen. Diese thermischen Ausdehnungsunterschiede sind überlagert mit dem Temperaturgradienten, der ebenfalls durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungen zu weiteren Spannungen führt. Die Temperatur nimmt von der heißesten Stelle, der Oberfläche der W-Ziegel, kontinuierlich in Richtung Kühlkanal ab. Des Weiteren liegt nach den Temperatur-Simulationen die heißeste Stelle am Rand des Mock-ups, an der auch das Versagen eintritt. Schwachstellen oder Defekte können beispielsweise Verbindungsprobleme zwischen dem MMC und dem W-Ziegel durch eine fehlerhafte Lötung oder Defekte innerhalb des MMC sein, beispielsweise Grenzen durch Oxidschichten. Tritt ein Versagen am Rand des Mock-ups ein, ist der Wärmetransport gestört, es kommt zu lokalen Überhitzungen, damit zu lokalen Spannungsspitzen, was sich wiederum auf benachbarte Stellen auswirkt und eine Fortpflanzung des Schadens verursachen kann. Randbereiche sind dabei besonders kritisch, da benachbarte Fasern fehlen, die Spannungen aufnehmen können.

7.2.2 *Mock-up A und Mock-up C*

Die Wärmefluss-Tests wurden bei beiden Mock-ups nach 20 Zyklen bei 10,5 MW/m² abgebrochen. Mock-up A zeigte eine Überhitzung von zwei W-Ziegeln. Im Stereomikroskop war ein deutlicher Spalt zwischen MMC und Lot auf der Seite zur Wärmesenke erkennbar. Die Länge des Spalts beträgt fast zwei Ziegellängen. Dieser Spalt war bereits nach dem Lötprozess sichtbar und vergrößerte sich während der Wärmeflusstests. Die Folge war ein ungenügender Wärmetransport, der auch durch einen Anstieg der Oberflächentemperaturen der W-Ziegel nachgewiesen werden konnte. Auf der gegenüberliegenden Seite des Spalts war ebenfalls eine Lücke zwischen MMC und Wolfram entstanden. Das Lot ist auf eine Länge von ca. einem Drittel eines W-Ziegels regelrecht geschmolzen. Dies ist wahrscheinlich auf den fehlenden Wärmetransport zurückzuführen, verursacht durch den vor dem Test bereits vorhandenen Spalt. Große Schäden im MMC waren nicht festzustellen, die Schwachstelle war in diesem Fall die Lötung.

Mock-up C wies ebenfalls einen sehr großen Spalt nach dem Verlöten auf. Wie vermutet, kam es aufgrund des dadurch stark verminderten Wärmetransports zu einer Überhitzung der W-Kacheln bis zu deren Ablösung. Trotz der signifikanten Wärmebarriere traten deutliche Schäden des Mock-Up erst bei 8 MW/m² auf. Bis zu diesem Wärmefluss war der durch die noch intakten Verbindungen zwischen den Materialien vorhandene Wärmetransport ausreichend. Bei 8 MW/m² kam es zu einem Versagen der Verbindung zwischen einem W-Ziegel und dem MMC, d.h. zu einem Schmelzen des Lots. Bei 10,5 MW/m² trat ein Komplettversagen ein, das den Abfall des am Rand liegenden W-Ziegels vom MMC zur Folge hatte. Da der am Anfang festgestellte Riss eine Länge von zweieinhalb W-Ziegeln hatte, kam es auch an diesen W-Ziegeln im Laufe des Zyklierens bei 10,5 MW/m² zu einer Überhitzung und einem Komplettversagen der Verbindung. An den Stellen, an denen die Verbindung der Materialien Wolfram, MMC und CuCrZr intakt ist, weist auch der MMC keine großen Schäden auf. Auch in diesem Fall ist die Ursache des Versagens der fehlerhaften Lötung zuzuschreiben, die den Wärmetransport von der W-Oberseite bis hin zum Kühlkanal stark behindert und somit eine Überhitzung der Materialien bis hin zum Schmelzen des Lots und nach Abfall des W-Ziegels auch des MMC verursacht.

8. Gesamtdiskussion

In der vorliegenden Arbeit wurde der Metall-Matrix-Verbundwerkstoff (MMC) SiC_f/Cu mit unterschiedlichen Verfahren synthetisiert und die Eignung des Materials auch bei hohen Temperaturen bis 550°C und für den Einsatz in einem Fusionsreaktor, wie z. B. DEMO beurteilt.

So treten im Bereich des Divertors hohe Wärmeflüsse von 15-20 MW/m² auf, die über das plasmabelastete Wandmaterial (PFM) und die Wärmesenke in den Kühlkreislauf abgeführt werden müssen. Um eine hohe Effizienz bei der Energieerzeugung zu erzielen, sollte die Kühlmitteltemperatur bei etwa 300°C liegen, was wiederum eine Temperatur von 550°C an der Grenzfläche zwischen dem plasmabelasteten Wandmaterial und der Wärmesenke in einem Flachziegel-Mock-up zur Folge hat. Aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnung von Wolfram als PFM und der als Wärmesenke verwendeten Kupferlegierung (CuCrZr) sowie des Temperaturgradienten treten hohe Spannungen auf, die von den Materialien aufgenommen werden müssen. Nach Spannungssimulationen muss der Werkstoff bei hohen Wärmeflüssen eine gute Wärmeleitfähigkeit von $\sim 200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ und eine Zugfestigkeit bei Raumtemperatur und 300°C von über 300 MPa erzielen [27, 123]. CuCrZr ist nur bis zu einer Einsatztemperatur von 350°C als Wärmesenke geeignet, da durch Alterungsprozesse bei höheren Temperaturen ein Festigkeitsverlust auftritt.

Es wurde untersucht, ob der Metall-Matrix-Verbundwerkstoff den kritischen Bereich, die Grenzfläche W/CuCrZr, verstärken kann. Daher wurde der MMC SiC_f/Cu, der sowohl eine gute Wärmeleitfähigkeit durch die Cu-Matrix als auch eine hohe Festigkeit durch die Faserverstärkung mit SiC-Fasern aufweist, nach den oben dargestellten Anforderungen und in Kapitel 1 formulierten Kernfragen analysiert und bewertet.

8.1 Herstellungsverfahren der SiC/Cu-MMC

Für die Synthese der MMC und deren Charakterisierung sind zwei MMC-Formen und unterschiedliche Herstellungsverfahren maßgeblich. So ermöglichen zylindrische Proben die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften in Faserrichtung, flache Proben die Ermittlung thermischer Eigenschaften senkrecht zur Faserrichtung. Besondere Bedeutung kommt dabei der Fertigung von flachen MMC zu. Diese sind nicht nur zur Eigenschaftsbestimmung, sondern auch als MMC-Zwischenschicht z. B. für den Aufbau eines Flachziegel-Mock-ups essentiell (Kapitel 3).

Zylindrische MMC werden über eine PVD-Einzelfaserbeschichtung (Faser-Matrix-Anbindung), eine galvanische Beschichtung (Matrix) und einen anschließenden HIP-Prozess hergestellt. Der HIP-Prozess ermöglicht durch die hohe Temperatur und den gleichmäßigen Druck auf die mit Fasern befüllte Kapselform eine sehr gleichmäßige Faserverteilung. Problematisch sind Oxidschichten auf den galvanisch beschichteten Einzelfasern, da diese zu einer unvollständigen Verbindung innerhalb des Kupfers und damit zu inneren Grenzflächen

führen; aufgrund dessen ist eine gründliche Entfernung der Oxidschichten unerlässlich (Kapitel 3.3).

Zur Herstellung flacher MMC wurde ein Verfahren neu entwickelt (Kapitel 3.3). Die Umgestaltung und Ergänzung des etablierten galvanischen Verfahrens in einen zweistufigen galvanischen Beschichtungsprozess ermöglicht eine einfache und kostengünstige Fertigung von unidirektionalen (UD) Faserlagen, die anschließend zu mehrlagigen MMC gepresst werden. Zudem ist mit Hilfe dieses Prozesses eine gezielte Einstellung der Faserverteilung, der Faserorientierung, d.h. Anordnung der UD-Lagen zueinander, der Lagenanzahl und des Faservolumenanteils im MMC realisierbar, um gezielten Anforderungen für verschiedene Anwendungsgebiete, insbesondere den Anforderungen des Divertors zu entsprechen. Der erste galvanische Schritt zur Beschichtung der einzelnen Fasern bestimmt die Dicke der Cu-Schicht auf den Einzelfasern, d.h. die Abstände zwischen den Fasern, während mit dem zweiten galvanischen Schritt die Dicke der einzelnen Faserlagen und damit deren Abstände in mehrlagigen MMC festgelegt werden. Das Cu wächst säulenförmig um die Fasern herum, bis die einzelnen Fasern nach ca. 8-10 Stunden „zusammenwachsen“ und eine UD-Lage bilden. Je gleichmäßiger die Beschichtungsstärke der Einzelfasern ist, desto ebenmäßiger ist die Faseranordnung und desto gleichmäßiger ist das Zusammenwachsen. Die Anpassung der Beschichtungszeiten erlaubt daher eine gezielte Einstellung des Faservolumens. Beispielsweise wird ein Faservolumenanteil von ~14%, der für den Mock-up verwendet wurde, mit den Beschichtungszeiten 1 h und 15 h erzielt. Ein Abschleifen der UD-Lagen vor dem Pressen wäre eine weitere Möglichkeit, den Faservolumenanteil im MMC zu erhöhen, setzt allerdings eine sehr gleichmäßige Verteilung der Fasern innerhalb der UD-Lagen voraus, um eine Faserbeschädigung zu vermeiden.

Mehrlagige MMC wurden durch Pressen mehrerer Faserlagen synthetisiert. Allein durch die Galvanisierung ist ein Zusammenwachsen eines mehrlagigen MMC nicht realisierbar, da die Zwischenräume bei mehreren Faserlagen nicht beschichtet würden. Der Schichtaufbau der flachen MMC bewirkt zudem eine gerichtete Festigkeitssteigerung, d.h. einzelne UD-Lagen können in unterschiedlichen Richtungen angeordnet werden, so dass, wie in dieser Arbeit verwendet, eine $0^\circ/0^\circ$ -Orientierung oder eine $0^\circ/90^\circ$ -Orientierung entsteht. Andere Orientierungsrichtungen, beispielsweise mit einem 45° -Winkel einzelner UD-Lagen zueinander, sind ebenfalls denkbar. Die Anzahl und die Größe der Lagen lassen sich beliebig variieren; der begrenzende Faktor liegt in der verwendeten Presse (Pressdruck und Presstemperatur).

Zu den Vorteilen dieses zweistufigen galvanischen Beschichtungsprozesses mit anschließendem Pressen zählt die gründliche Beseitigung der Oxidschicht (s. oben und Kapitel 3.3), bei gleichzeitiger Reduzierung des Ätz- und Reinigungsaufwands, da nicht alle einzelnen Fasern behandelt werden müssen, sondern lediglich die Oxidschicht, die sich auf den UD-Lagen gebildet hat.

So wird durch den neuen zweistufigen galvanischen Beschichtungsprozess eine gleichmäßige Verteilung und eine gute Verbindung der einzelnen Fasern ohne Poren und Grenzflächen der MMC erreicht. Die Vorbeschichtung der Fasern vermeidet Berührungspunkte zwischen den

Fasern, was eine Schwachstelle darstellen würde. Durch die Entfernung der Oxidschicht sind nur wenige Grenzflächen zwischen den Lagen vorhanden.

Die vorgestellten Herstellungsmethoden sind nicht auf die verwendeten Werkstoffe beschränkt. Bei Anpassung der Faser-Matrix-Grenzfläche sind auch weitere Werkstoffe, beispielsweise Wolframfasern mit einer Cu-Matrix, einsetzbar. Kleinere Faserdurchmesser bieten Möglichkeiten, die Defektdichte zu verringern (vgl. hierzu Kapitel 2.1.3) und erlauben eine noch gleichmäßigere Verteilung des Fasern im MMC bei gleichem Faservolumenanteil, was sich positiv auf die Wärmeleitfähigkeit auswirkt. Zur Verarbeitung von Fasern mit geringerem Faserdurchmesser ist die Verwendung einer kontinuierlichen PVD-Beschichtungsanlage erforderlich. Ein weiterer Vorteil liegt hierbei in der Verarbeitung von längeren Fasern und durch den maschinellen Prozess in einer gleichmäßigeren Beschichtungsstärke der Fasern.

8.2 Festigkeit des SiC/Cu-Werkstoffs

Verhalten des SiC_f/Cu-Werkstoffs unter Zugbelastung bei RT und erhöhter Temperatur

Die Untersuchungsergebnisse der Zugversuche (Kapitel 6.1.1, 6.1.2 und 6.1.3) zeigen die verschiedenen Einflüsse wie Faservolumenanteil, Temperatur und Faser-Matrix-Haftung auf das Festigkeitsverhalten des SiC_f/Cu-Werkstoffs. Sie belegen die grundsätzliche Eignung des SiC_f/Cu-Komposits für einen Fusionsreaktor (Divertor). Die für den Einsatz in einem Divertor geforderte Festigkeit R_m des Werkstoffs liegt bei Raumtemperatur und bei 300°C bei 300 MPa [27, 123]. Durch das Einbetten der Fasern wird Cu ($R_m = 220$ MPa bei RT) ab einem kritischen Faservolumenanteil von 4% verstärkt. Dabei besteht eine starke Abhängigkeit der Zugfestigkeit vom Faservolumenanteil. Mit steigendem Faservolumenanteil steigt wie erwartet auch die Zugfestigkeit des Komposits. Eine Zugfestigkeit R_m von ca. 385 MPa wird bei RT bereits mit einem Faservolumenanteil von 10% erreicht. Bei 300°C liegt der benötigte Faservolumenanteil bei ~13-14%, um eine Zugfestigkeit von über 300MPa zu erzielen.

Die Zugfestigkeit des Komposits bei Raumtemperatur liegt dabei unterhalb der errechneten Werte nach der linearen Mischungsregel. Dies begründet sich darin, dass bei der Mischungsregel von einem idealen Verbundwerkstoff, d.h. idealen Fasereigenschaften, einer idealen Faser-Matrix-Anbindung und einer idealen Verbindung innerhalb des Cu ausgegangen wird, die im Realfall nicht erreicht werden können. Schwachstellen, die bei den Zugproben durch Bruchflächenuntersuchungen mittels Rasterelektronenmikroskopie sichtbar gemacht wurden, reduzieren die Zugfestigkeit. Dazu zählen Poren sowie Grenzflächen, die durch Oxidschichten entstanden sind – d.h. das Cu der galvanisch beschichteten Einzelfaser verbindet sich nicht miteinander – außerdem die Schädigung der Faser durch die Ti-Anbindung an der Faser-Matrix-Grenzfläche. Diese Faktoren führen neben der Streuung der Festigkeitswerte der keramischen SiC-Fasern auch zu einer Streuung der Zugfestigkeit des Verbundwerkstoffs.

Der Einfluss der Ti-Zwischenschicht und die Streuung der Festigkeitswerte sind anhand von Einzelfaser-Zugversuchen im Vergleich unbeschichteter Fasern (Rohfasern) mit beschichteten (Ti-Zwischenschicht bzw. galvanischer Schicht) nachweisbar (vgl. Abb. 6-1). Die

untersuchten keramischen SCS6-Fasern unterliegen aufgrund ihrer Sprödigkeit einer großen Streuung in der Zugfestigkeit. Die gemessenen Werte liegen mit ~ 4250 MPa deutlich oberhalb der Werte des Herstellers von 3900 MPa, die bei keramischen Werkstoffen eher an der unteren Grenze des Streubereichs angegeben werden. Die Ti-Beschichtung hat dabei keinen Einfluss auf die Festigkeit der Rohfaser. Wird eine Wärmebehandlung vorgenommen, reduziert sich die Zugfestigkeit der mit Ti beschichteten Fasern (3830 MPa) deutlich um ~ 360 MPa. Die Bildung von TiC und Cu_4Ti bei einer Wärmebehandlung verbessert die Haftung zwischen Faser und Matrix, führt aber gleichzeitig zu einer Schädigung der Faser, die eine Reduzierung der Zugfestigkeit der Einzelfaser zur Folge hat [95, 96, 151]. Eine gute Faser-Matrix-Haftung ist allerdings essentiell, um eine hohe Festigkeit des MMC zu gewährleisten.

Bei Verwendung des Verbundwerkstoffs in höheren Temperaturbereichen (300°C und 550°C) ist die Festigkeit reduziert (vgl. Abb. 6-2 und Abb. 6-4). Je höher die Temperatur, desto geringer ist die Zugfestigkeit. Dennoch bewirkt das Einbringen der Fasern auch bei 300°C und bei 550°C noch eine Verstärkung des Cu und damit eine deutliche Festigkeitssteigerung. Auffallend ist das bei höheren Temperaturen, insbesondere bei 550°C , stark plastische Verhalten von Cu, das durch die Charakterisierung der Bruchflächen deutlich wird. Bei 550°C -Proben tritt im Gegensatz zu RT-Proben ein Duktilbruch in der Matrix auf, erkennbar durch die löchrige Struktur, auch Wabenstruktur genannt (Abb. 6-5 c)). Ein weiterer Unterschied betrifft die äußere C-Schicht der Faser, die bei 550°C überwiegend auf der Faser verbleibt, nachgewiesen durch REM-Untersuchungen. Bei RT-Proben haftet demgegenüber die C-Schicht durch die sehr gute Faser-Matrix-Anbindung am Cu durch Ti, was letztlich auch der gewünschte Zweck des Schicht-Aufbaus der Fasern ist. Demnach verlagert sich bei höherer Temperatur die Schwachstelle; sie liegt nicht mehr innerhalb der Faser, sondern mehrheitlich zwischen Faser und Matrix (vgl. Abb. 6-5). Das bedeutet, dass die Haftung innerhalb der C-Schichten der Faser größer als die Faser-Matrix-Haftung ist. Folglich verringert das plastische Verhalten des Cu bei hoher Temperatur die Kraftübertragung zwischen Matrix und Faser, die eine der Hauptaufgaben der Matrix darstellt (vgl. Kapitel 2.1.2). Eine ausreichende Kraftübertragung für die Faserverstärkung ist dennoch gegeben; dies lässt den Einsatz des Werkstoffs SCS6/Cu bei sehr hohen Temperaturen von 550°C , bei denen im Mock-up zudem vorwiegend Druckspannungen vorliegen, zu.

Den Einfluss der Faser-Matrix-Anbindung auf die Zugfestigkeit des Verbundwerkstoffs zeigt der Vergleich der SCS6-MMC mit ergänzenden Proben von SCS0-MMC (vgl. Kapitel 6.1.3). Die Zugfestigkeitswerte der SCS0-MMC liegen – auch hier ist ein linearer Anstieg mit zunehmendem Faservolumenanteil zu verzeichnen – leicht unter der Zugfestigkeit der SCS6-MMC. Im Vergleich zur Ausgangsfestigkeit der Faser, die bei SCS0-Fasern bei nur 2300 MPa liegt, ist die Festigkeitssteigerung des Cu im SCS0-MMC deutlich größer als beim SCS6-MMC mit einer Faserfestigkeit von 3900 MPa. Die schwächere Ausgangsfestigkeit der SCS0-Fasern ist in der fehlenden C-Schicht, die Oberflächendefekte ausheilt, begründet. Die von Köck [43, 98] entwickelte Ti-TaC-Schicht gleicht über die sehr gute Faser-Matrix-Anbindung die geringere Faserfestigkeit vollständig aus, und es werden nur leicht geringere Zugfestigkeiten als bei MMC mit SCS6-Fasern erzielt. Dies liegt zum Teil auch an der

Elimination der Schwachstelle innerhalb der äußeren C-Schicht der SCS6-Faser, die bei SCS0-Fasern nicht vorhanden ist. Das bedeutet wiederum, dass bei den MMC mit SCS6-Fasern ein Herausziehen der Faser (Faser-„Pull-out“) aus der C-Schicht auftritt, wie auch Schallemissionsmessungen zeigen (Abb. 6-10). Die Schallemissionsmessungen bei den MMC mit SCS0-Fasern, bei denen die Faseranzahl der Anzahl der Schallimpulse entspricht, sprechen nur für ein einmaliges Brechen der Fasern. An den jeweiligen Bruchstellen wird die Faser jedoch regelrecht zerstückelt (vgl. REM-Aufnahmen Abb. 6-9). Die Ergebnisse bestätigen die Bedeutung einer guten Faser-Matrix-Haftung für die Gesamtfestigkeit des Komposits bei RT.

Thermomechanisches Ermüdungsverhalten des SiC_f/Cu-Werkstoffs

Aufgrund der hohen thermischen Belastung (Wärmeflüsse) in einem Fusionskraftwerk wie DEMO treten am MMC wegen unterschiedlicher Materialausdehnungen thermisch induzierte mechanische Spannungen auf. Dieser überlagerte Belastungsfall aus Temperaturzyklus und mechanischer Dehnung kann im thermomechanischen Ermüdungsversuch (TMF) nachgestellt werden.

Bei den TMF-Versuchen (vgl. 6.1.4) haben alle Proben den Belastungen standgehalten. Innerhalb der Messlänge ist kein versagensrelevantes Verhalten festzustellen. Bei hohen Temperaturen zeigt sich ein ähnliches plastisches Verhalten des Materials Cu wie bereits bei den Zugversuchen. Da das plastische Verhalten unter diesen Bedingungen, die auf die Anforderungen der Divertor-Komponenten abgestimmt sind, nicht versagensursächlich ist, verspricht das Material SiC_f/Cu für diesen Anwendungsbereich auch unter überlagerten Temperatur- und Dehnungsbelastungen großes Potenzial.

Im Einzelnen zeigt sich bei den TMF-Versuchen eine Verlängerung der Proben mit einem Versagen außerhalb der Messlänge. Die Fasern werden teilweise aus dem Probenfuß gezogen (Abb. 6-14), erkennbar durch einen starken Anstieg des Maschinenwegs am Ende des Versuchs. Dies tritt bereits bei 550°C-Zugversuchen mit der gleichen Probengeometrie (44 mm) auf. Diese Effekte sind auf ein Kriechen der Proben außerhalb der Messlänge zurückzuführen. Das plastische Verhalten des Cu, das bereits bei den Zugversuchen nachgewiesen wurde, kann weiterhin durch die Wabenstruktur und durch die offene Hysterese des Spannungs-Dehnungsdiagramms nachgewiesen werden. Innerhalb der Messlänge werden Risse, die verstärkt im Randbereich auftreten, mit Hilfe von Querschliffen sichtbar. Die Risseinleitung tritt im äußeren Bereich an dem Cu-Rand der Probe auf, und die Risse werden in Richtung Probenmitte weitergeleitet (Abb. 6-16). Begründet ist dies durch die im äußeren Bereich auftretenden größten mechanischen Belastungen, die durch den thermischen Ausdehnungsunterschied des Cu-Rands zur faserverstärkten Zone und zwischen Faser und Matrix entstehen. Die äußeren Fasern bzw. der äußere Bereich muss diese Kräfte aufnehmen können. Ist dies nicht der Fall, beginnt die Versagenseinleitung außen und setzt sich in Richtung Probenmitte fort, d.h. es entstehen an Schwachstellen (z. B. Grenzflächen der beschichteten Fasern oder Faser-Matrix-Grenzfläche) Risse, die sich nach innen fortpflanzen. Nicht diese Risse, sondern das Kriechen außerhalb der Messlänge ist ursächlich für die

Versuchsabbrüche, weshalb eine Lebensdauer des Materials nicht bestimmt werden konnte. Auch bei dem thermischen Zyklieren (kraftfreie TMF-Versuche) treten bei einer Zyklanzahl von ~ 1430 keine versagensrelevanten Schäden innerhalb der Messlänge auf. Die geringe Probenverlängerung von 0,2% liegt außerhalb der Messlänge.

Das Problem der TMF-Versuche ist in der Probengeometrie zu sehen, da die Belastung nicht dauerhaft stabil in die Messlänge eingeleitet werden kann. Durch die Einleitung der Wärme in den Randbereich wird das Problem des Kriechens verschärft. Zum einen liegt dort aufgrund der dickeren Cu-Schicht ein hoher thermischer Ausdehnungsunterschied vor, zum anderen weist der Übergang der Einspannung zur Messlänge (Radius) durch mögliche Spannungsspitzen Schwachstellen auf. Eine Temperaturverteilung von der Probenmitte in Richtung Einspannung ist für diesen Fall sinnvoll. Die Anforderungen eines Divertors auf einen TMF-Versuch zu übertragen, erweist sich aufgrund der unterschiedlichen Belastungen innerhalb des MMC – z. B. treten an der obersten Lage andere Belastungen als an der untersten auf – als schwierig. Die TMF-Versuche dienen deshalb als Ergänzung zu Komponententests, die notwendig sind, um das Verhalten des MMC unter Wärmelast und der dadurch entstehenden sehr komplexen Spannungs- und Temperaturverteilung zu untersuchen.

8.3 Thermische Eigenschaften des SiC/Cu-Werkstoffs

Wärmeleitfähigkeit

Für den einwandfreien Wärmetransport vom PFM über die Wärmesenke in den Kühlkreislauf ist eine Wärmeleitfähigkeit von $200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ für den SiC_f/Cu-Werkstoff gefordert. Die Temperatur- und die Wärmeleitfähigkeit des MMC wurden anhand der Einflussgrößen des Faservolumenanteils, der Faserverteilung im MMC, der Beschaffenheit des Cu und der Prüf- und Presstemperatur beurteilt (vgl. Kapitel 6.2.1).

Die Wärmeleitfähigkeit von Cu dient dabei als Bezugsgröße für den Einfluss der Fasern auf die Wärmeleitfähigkeit des MMC. Die Wärmeleitfähigkeit von Cu wird durch dessen Reinheitsgrad bestimmt. So erzielt galvanisches Cu eine niedrigere Wärmeleitfähigkeit ($\sim 335 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ bei RT) als hochreines Cu (bis knapp $400 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$). Die SiC-Fasern tragen mit einer Wärmeleitfähigkeit von $16 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ kaum zur Wärmeleitfähigkeit des MMC bei, weshalb sie für deren Berechnung vernachlässigt wurden (vgl. Kapitel 6.2.1). Die Vernachlässigung der Leitfähigkeit der SiC-Fasern führt hierbei zu einem mit größerem Faservolumenanteil steigenden Fehler, bis z. B. maximal 3,2% bei einem Faservolumenanteil von 17% (vgl. Kapitel 4.3.2).

Die Wärmeleitfähigkeit eines aufgrund der Untersuchungsergebnisse für den Mock-up ausgewählten MMC mit $\sim 14\%$ Faservolumenanteil liegt bei $\sim 180 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ und damit nur knapp unter der geforderten von $200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (vgl. Kapitel 6.2.1). Sie ist niedriger als die des Cu (vgl. oben), da die SiC-Fasern die Wärmeleitfähigkeit und auch die Temperaturleitfähigkeit verringern; je mehr Fasern in das Cu eingebettet werden, desto geringer ist auch die Leitfähigkeit. Einen wesentlichen Einfluss hat die Beschaffenheit des Cu. Poren, die z. B. durch einen ungleichmäßigen Druck beim Pressen entstehen, oder Grenzflächen bzw. Risse

aufgrund von Oxidschichten mindern die Fähigkeit der Matrix, Wärme zu transportieren (Abb. 6-21). Eine gute Verbindung innerhalb des Cu, d.h. zwischen den einzelnen UD-Lagen, ist somit Voraussetzung, um die gute Wärmeleitfähigkeit des Cu voll ausnutzen zu können. Dies zeigt sich auch beim Vergleich mit der theoretisch berechneten Wärmeleitfähigkeit. Bei einer sehr guten Verbindung des Cu ohne Poren stimmen die gemessenen Werte mit den theoretischen überein.

Eine Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der Anzahl der UD-Lagen in einem MMC oder von der Orientierung der Lagen zueinander ($0^\circ/0^\circ$ oder $0^\circ/90^\circ$) ist nicht festzustellen. Ein weiterer wichtiger Aspekt besteht in der Faseranordnung. Durch einen geringen Abstand zwischen den Fasern und damit einem hohen Faservolumenanteil innerhalb einer Lage wird der Wärmetransport beeinträchtigt. Liegen folglich die Fasern innerhalb einer Lage sehr dicht beieinander, kann dies wie eine Wärmebarriere wirken. Eine unebenmäßige Faserverteilung innerhalb einer UD-Lage führt zu einem größeren Abstand zwischen den Fasern und zu einer gleichmäßigeren Verteilung innerhalb des gesamten MMC (über alle UD-Lagen) und begünstigt den Wärmetransport in der Matrix (Abb. 6-23). Folglich wirkt eine ebene Faserverteilung innerhalb einer Lage auf die Wärmeleitfähigkeit, insbesondere bei höheren Faservolumenanteilen, eher nachteilig.

Eine günstige Faserverteilung innerhalb des MMC wird u.a. durch eine höhere Press-temperatur (800°C gegenüber 650°) erreicht. Bei diesen Temperaturen wird die geforderte Wärmeleitfähigkeit von $200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ bei allen MMC mit einem Faservolumenanteil von 8-13% deutlich überschritten (Abb. 6-22). Die höhere Wärmeleitfähigkeit liegt zum einen an der gleichmäßigeren Verteilung der Fasern im gesamten MMC, da sich die Fasern aufgrund des „weicheren“ Cu während des Pressens besser verteilen. Zum anderen verbindet sich das Cu an der Oberfläche der UD-Lagen durch die hohen Temperaturen sehr gut miteinander, es findet ein Kornwachstum über die Grenzen der einzelnen UD-Lagen statt. Größere Körner führen gleichzeitig zu weniger Korngrenzen, das bedeutet, dass weniger Korngrenzen überwunden werden müssen und dadurch der Wärmetransport weiter begünstigt wird (Abb. 6-23). Nachteilig bei hohen Presstemperaturen ist, dass bei $0^\circ/90^\circ$ -Faserorientierungen zuviel Druck auf die Fasern aufgebracht wird und an den Kreuzungspunkten der Fasern ein Brechen stattfinden kann, das schon bei der Herstellung vermieden werden muss. In situ Tomographieuntersuchungen sowie REM-Untersuchungen zeigen, dass durch zyklische Wärmebelastungen, die im späteren Einsatzfall auftreten, eine Vergrößerung von vorhandenen Faserrissen und damit eine Verlängerung des MMC stattfindet. Die Risse werden größer, da Cu in den Spalt eindringt und beim nochmaligen Aufheizen die Faser durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten auseinanderdrückt. Aus diesem Grund wurde die Konsolidierungstemperatur im weiteren Verlauf der Probenherstellung von 800°C auf 650°C verringert und ein Pressdruck von $\sim 40 \text{ MPa}$ verwendet, da hierbei keine Faserrisse auftreten (Kapitel 6.3). Mit einer Konsolidierung bei 650°C , einem Druck von $\sim 40 \text{ MPa}$ und einer anschließenden Erhöhung der Temperatur auf 800°C bei gleichzeitiger Reduzierung des Pressdrucks ist dieses Problem voraussichtlich zu lösen.

Wärmeausdehnung

Aus Kenntnissen über die Wärmeausdehnungskoeffizienten (Kapitel 6.2.3) der Materialien lassen sich thermisch induzierte Spannungen in Bauteilen besser abschätzen. Dabei ist von besonderer Bedeutung, welchen Einfluss die Fasern auf den Wärmeausdehnungskoeffizienten haben. SiC-Fasern quer zur Messrichtung haben keinen Einfluss auf den Ausdehnungskoeffizienten; die Werte der MMC mit $V_f=13,5\%$ liegen mit $18,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (550°C) im Bereich der Werte des Kupfers. Sind Fasern in Messrichtung angeordnet, so wird die thermische Ausdehnung des Cu aufgrund des geringeren linearen Ausdehnungskoeffizienten der Fasern – bei RT beträgt dieser $4,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (vgl. Tab. 3-1) – behindert. Bei einem MMC mit einem Faservolumenanteil von $\sim 13,5\%$ beträgt der gemessene Ausdehnungskoeffizient $10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Dabei ist keine Abhängigkeit des Ausdehnungskoeffizienten vom Faservolumenanteil festzustellen. Offensichtlich kommt der Struktur und Verteilung der Fasern, wie bereits bei der Wärmeleitfähigkeit, eine bedeutendere Rolle als der Anzahl der Fasern zu. Um den Ausdehnungskoeffizienten des Cu zu reduzieren, müssen Schubkräfte von der Faser auf die Matrix und umgekehrt übertragen werden können. Dies benötigt eine gute Anbindung der Faser an die Matrix. Anhand des geringeren thermischen Ausdehnungskoeffizienten des MMC gegenüber Cu wird deutlich, dass auch bei höheren Temperaturen bis 550°C eine ausreichende Faser-Matrix-Anbindung vorliegt. Als weitere Einflussfaktoren auf die Ausdehnung des MMC sind die steigende Plastizität des Cu bei höheren Temperaturen und der Eigenspannungszustand zu erwähnen. Bereits bei Zugversuchen mit höherer Temperatur und bei TMF-Versuchen konnte die Plastizität und das Kriechen des Cu nachgewiesen werden, das bewirkt, dass die Faser das Cu aufgrund der geringeren Festigkeit an der Ausdehnung in Faserrichtung behindert. Der Eigenspannungszustand ist durch die Herstellung und die Ausdehnungsunterschiede der Fasern und der Matrix zu begründen. Folglich liegen nach der Herstellung bei Raumtemperatur Druckspannungen in der Faser und Zugspannungen in der Matrix vor. Nach dem Überschreiten des spannungsfreien Zustands beim Aufheizen induziert die Faser Druckspannungen in der Matrix, die der Ausdehnung entgegenwirken.

8.4 Verhalten des MMC im Flachziegel-Mock-up unter Wärmelast

Die Festigkeit und die thermischen Eigenschaften verschiedener SiC_f/Cu-MMC entsprechen den Anforderungen, so dass sich SiC_f/Cu für Anwendungen auch bei hohen Temperaturen von 550°C eignet. Das Verhalten eines geeigneten MMC in einer Gesamtkomponente, einem Flachziegel-Mock-up, wird unter Wärmelast, die den Bedingungen im Divertor eines zukünftigen Fusionsreaktors entspricht, beurteilt. Die wesentlichen Kriterien für die Auswahl des MMC für einen Flachziegel-Mock-up sind eine gute Wärmeleitfähigkeit bei einer gleichzeitig ausreichenden Festigkeit, außerdem die Vermeidung von Faserbrüchen bei der Herstellung, sowie die Belastungsfähigkeit unter gleichzeitiger thermischer Beanspruchung und thermisch induzierten mechanischen Spannungen.

Vorversuche - Thermoschocktests - an kleinen Mock-up-Komponenten, bestehend aus jeweils einem W-Ziegel, dem MMC und CuCrZr (Kapitel 7.1), weisen auf eine grundsätzliche

Machbarkeit hin. Zwar entstehen bereits beim Verlöten der Bauteile, ebenso wie bei den Thermoschocktests, durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten große Spannungen in den Materialien (Kapitel 6.2.3), dennoch überstanden alle getesteten Komponenten mit verschiedenen MMC 30 Thermoschock-Zyklen. Es tritt keine Delamination auf; dies lässt auf eine gute Verbindung zwischen den einzelnen UD-Lagen schließen. Einzelne Risse, die teilweise bereits direkt beim Lötprozess auftreten, bei dem die Materialien von fast 1000°C abgekühlt werden, finden sich auch nach den Thermoschocktests. Dabei zeigt sich, dass Risse vor allem in MMC vorkommen, bei denen bereits nach dem Konsolidierungsprozess Poren und Grenzflächen durch Oxidschichten sichtbar sind. Hohe thermisch induzierte mechanische Spannungen während des Lötens und durch die Thermoschocktests führen an diesen Schwachstellen zu einer Rissentstehung. Liegt eine gute Verbindung innerhalb des Cu vor, so werden die Spannungen, die durch die großen thermischen Ausdehnungsunterschiede zwischen den Materialien – W/MMC, MMC/CuCrZr und SiC_f/Cu – auftreten, aufgenommen; es entstehen keine oder nur wenige und kleine Risse.

Entsprechend den Auswahlkriterien für den Flachziegel-Mock-up wurde auf Basis der Untersuchungsergebnisse der mechanischen und thermischen Charakterisierung und der Thermoschocktests ein MMC verwendet, der einen Faservolumenanteil von 14%, eine ausreichende Festigkeit bei RT von deutlich über 300 MPa und eine nach den LFA-Messungen abgeschätzte gute Wärmeleitfähigkeit von $180 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ aufweist.

Wärmeleistungs tests mit einem Flachziegel-Mock-up, das aus acht W-Ziegeln, dem beschriebenen MMC und einem CuCrZr-Block als Wärmesenke bestand, belegen seine grundsätzliche mechanische und thermische Eignung.

Im Einzelnen erzielte ein Flachziegel-Mock-up mit einer guten Verbindung innerhalb des MMC vor und auch nach den Wärmeleistungs tests bei einem Wärmefluss von $10,5 \text{ MW/m}^2$ 80 Zyklen, bevor ein Versuchsabbruch stattfand (Abb. 7-5). Die Temperaturwerte der FEM-Simulation entsprechen bis $10,5 \text{ MW/m}^2$ den gemessenen Temperaturwerten, was auf eine gute Abschätzung der Wärmeleitfähigkeit schließen lässt (Abb. 7-3). Aufgrund des sich mit der Temperatur und Oberfläche stark ändernden Emissionskoeffizienten (ϵ) ist eine quantitative Verwendung der gemessenen W-Oberflächentemperaturen problematisch. Die Temperatur nimmt kontinuierlich von der W-Oberfläche bis zum Kühlkreislauf ab und beträgt an der heißesten Stelle der W-Oberfläche $\sim 1040^\circ\text{C}$. Als heißeste Punkte sind jeweils die Eckpunkte am Rande des Mock-ups identifizierbar. Die qualitative Auswertung der IR-Bilder zeigte bis $10,5 \text{ MW/m}^2$ eine gleichmäßige Oberflächentemperatur während des Wärmeflusses und eine ebenso gleichmäßige und schnelle Abkühlung. Dies ist ein Indiz für einen effizienten Wärmetransport von der W-Oberfläche bis zum Kühlkanal, der auch bis zu einer Zyklenanzahl von ~ 25 bei $10,5 \text{ MW/m}^2$ festzustellen ist. Während alle Ziegel mit Ausnahme eines Randziegels keinen Temperaturanstieg verzeichneten, kam es bei diesem Randziegel nach 40 Zyklen zu einer Überhitzung, die bei Fortführung des Tests zu einem Komplettersagen bis hin zum Abfallen des Ziegels und zur Zerstörung des MMC geführt hätte. Bei Abschatten dieses Ziegels wurden insgesamt 80 Zyklen bei $10,5 \text{ MW/m}^2$ erreicht. Dabei zeigten die Temperaturmessungen an der W-Oberfläche einen leichten aber kontinuierlichen

Temperaturanstieg, der auf Veränderungen und einen Schadensbeginn innerhalb des Materials hindeutet. Der MMC wies nur sehr wenige Risse zwischen den einzelnen Lagen auf (vgl. Metallographieuntersuchungen), die sich durch die Wärmeflusstests nicht weiter ausbreiteten. Demzufolge herrscht innerhalb des MMC eine gute Verbindung der einzelnen UD-Lagen ohne Poren. Ist zusätzlich auch die Verbindung zwischen den Materialien (Lötverbindung) intakt, so ist der Wärmetransport sehr effizient.

Problematisch sind die Randbereiche der Mock-ups, insbesondere an der obersten MMC-Lage bzw. an der Verbindungsstelle MMC zu W, an denen zum einen die höchsten Temperaturen, aber auch die größten Spannungen auftreten. Diese Eckpunkte können anhand einer 3D-FEM-Simulation als Orte mit der größten Spannung (von Mises Vergleichsspannung), sowohl im Eigenspannungszustand (nach Lötung) als auch während des Wärmeflusses und nach der Abkühlung, identifiziert werden (Abb. 7-2). Begründet sind diese Spannungen in den thermischen Ausdehnungsunterschieden zwischen den Materialien (vgl. Kapitel 6.2.3), also an der Faser-Matrix-Grenzfläche, an der Grenzfläche W und MMC und an der Grenzfläche zwischen MMC und CuCrZr. Ferner kommt es zu einer Überlagerung dieses Spannungszustands mit den Spannungen, die aufgrund des Temperaturgefälles von der W-Oberfläche bis zum Kühlkanal entstehen. Alle auftretenden Spannungen und besonders die Spannungsspitzen an den Eckpunkten müssen von den Materialien aufgenommen werden können. Besondere Schwachstellen sind dabei Orte, an denen verschiedene Materialien miteinander verbunden sind, also die Lötverbindungen, sowie die Grenzfläche zwischen den UD-Lagen und die Faser-Matrix-Grenzfläche. Eine Rissentstehung behindert den Wärmetransport, worauf die Temperatur ansteigt. Ist der Wärmetransport im großen Maße gestört, so kann dies aufgrund der steigenden Temperaturen zu höheren Belastungen (Temperatur, Spannungen) der Materialien führen, was eine Kettenreaktion und ein komplettes Versagen des Werkstoffs zur Folge hat (Abb. 7-8). Kleine Risse um die Fasern innerhalb des Cu des MMC an der untersten, speziell aber an der obersten UD-Lage, die aufgrund der thermisch induzierten Spannungen auftreten, sind an Orten größter Spannung sichtbar. Des Weiteren sind Poren und Risse an der Grenzfläche zwischen den Materialien W, MMC, und CuCrZr und auch innerhalb der Lötverbindung, die aus zwei Lötfolien besteht, erkennbar. Teilweise kommt es sogar zu einem Aufschmelzen der Lötfolie, ein Hinweis auf einen vollständigen Verbindungsfehler. Ein geringerer Wärmetransport und ein Temperaturanstieg bis zur Überhitzung an den oberen Lagen ist die Folge. Die lokale Begrenzung des Temperaturanstiegs weist auf eine gewisse Schadenstoleranz hin; ein plötzliches Versagen des gesamten Mock-ups ist nicht zu erwarten. Der MMC zeigt an der Stelle des überhitzten W-Ziegels, der auch dem Ort größter Spannungen entspricht, eine regelrechte Aufspaltung, insbesondere an der Faser-Matrix-Grenzfläche. Das Versagen ist an anderen Randstellen nicht sichtbar. Dies spricht nicht für ein alleiniges Versagen oder eine Überlastung des MMC aufgrund der dort sehr hohen thermischen Spannungen, sondern für ein Zusammenspiel mehrerer Faktoren. Ursache des Versagens ist folglich eine ungenügende Wärmeleitung in Kombination mit sehr hohen Spannungen, möglichen Verbindungsfehlern (Lötung) und Schwachstellen innerhalb des MMC (Risse).

Insgesamt zeigen die Ergebnisse das große Potenzial des Werkstoffs SiC_f/Cu, der die für den Einsatz auch bei hohen Temperaturen in Fusionsreaktoren wichtigen Eigenschaften einer ausreichenden Wärmeleitfähigkeit bei gleichzeitig hoher mechanischer Festigkeit und auch guter Aufnahmefähigkeit für große Wärmelasten miteinander vereint. Speziell in den Randbereichen der Flachziegel-Mock-ups treten sehr hohe thermisch induzierte Spannungen auf, die das Material sehr stark belasten, weshalb einer guten Verbindung der Materialien besondere Gewichtung zukommt. Durch eine Weiterentwicklung des Materials und der Fertigungsverfahren, insbesondere bei der Verbindung der Materialien (Lötung), aber auch durch eine weitere Optimierung des MMC z. B. durch 0°/90°-Orientierung oder eine Anpassung des Ausdehnungskoeffizienten kann das Verhalten eines Flachziegel-Mock-ups unter Wärmelast noch weiter verbessert werden. Beispielsweise kann eine gestufte Anpassung des Ausdehnungskoeffizienten an die Materialien W und CuCrZr, also das Verringern des Faservolumenanteils vom W zum CuCrZr Eigenspannungen im MMC reduzieren. Durch eine 0°/90°-Orientierung können vom MMC bzw. den Fasern sowohl Spannungen quer zur Kühlrichtung als auch in Kühlrichtung aufgenommen werden.

Durch einen mit SiC-Fasern verstärktes Cu-MMC ist es erstmals gelungen, ein Divertor-Komponenten-Modell (Flachziegel-Mock-up) mit CuCrZr-Wärmesenke zu erstellen, das eine höhere Temperatur von ~580-600°C an der Grenzfläche W/MMC erlaubt.

9. Zusammenfassung

In zukünftigen Fusionsreaktoren, z. B. DEMO, stellen die im Divertor auftretenden hohen Wärmeflüsse erhebliche Anforderungen an die Wärmeleitfähigkeit und an die Festigkeit der verwendeten Materialien. Der Einsatz faserverstärkter Werkstoffe stellt durch die Möglichkeit, aus der Kombination verschiedener Werkstoffe gezielt neue Materialeigenschaften zu entwickeln, eine Alternative zu herkömmlichen, für diese Bedingungen nicht geeigneten Materialien dar. Da Siliciumcarbid-faserverstärkte Kupfermatrix-Verbundwerkstoffe ($\text{SiC}_f/\text{Cu-MMC}$) eine gute Wärmeleitfähigkeit (Cu) und hohe Festigkeiten (SiC-Faser) aufweisen, versprechen sie, den Belastungen auch bei hohen Einsatztemperaturen standzuhalten.

Ziel dieser Arbeit war die Herstellung sowie die Charakterisierung und Weiterentwicklung eines SiC_f/Cu -Verbundwerkstoffs in Hinblick auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften, außerdem die Untersuchung des Verhaltens des MMC unter hohen Wärmeflüssen in einer Flachziegel-Komponente und der Anwendbarkeit des Materials für den Einsatz im Divertor.

Die Charakterisierung wurde anhand von zylindrischen und von flachen MMC vorgenommen. Die Anbindung der Faser an die Matrix erfolgte dabei über eine PVD-Einzelfaserbeschichtung in einer Sputteranlage: bei der SCS6-Faser über eine Ti-Zwischenschicht und bei der SCS0-Faser über das Ti-TaC-Schichtsystem. Zylindrische Proben ermöglichten die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften in Faserrichtung. Zur Herstellung dieser MMC-Rundproben konnte nach einer galvanischen Einzelfaserbeschichtung mit anschließendem Ätzen das HIP-Verfahren eingesetzt werden, nicht jedoch für die flachen MMC.

Die flachen MMC werden für die Bestimmung der thermischen Eigenschaften benötigt, insbesondere der Wärmeleitfähigkeit senkrecht zur Faserrichtung, wie sie auch für den Wärmetransport im Flachziegel-Mock-up zum Tragen kommt, und zudem als MMC-Zwischenschicht zum Aufbau des Mock-ups. Für die Herstellung der flachen MMC war es daher erforderlich, ein neuartiges Verfahren zu entwickeln. Dieses Verfahren kommt nicht nur bei den MMC-Proben zur Charakterisierung zum Einsatz, sondern ist auch als Fertigungsverfahren für MMC als Rohmaterial für Bauteile (z. B. Flachziegel-Mock-up) geeignet.

Bei diesem neu entwickelten Fertigungsverfahren erfolgte die Herstellung von flachen MMC nach der PVD-Einzelfaserbeschichtung in einem zweistufigen aufeinanderfolgenden galvanischen Beschichtungsprozess. Der erste Schritt besteht aus einer galvanischen Einzelfaserbeschichtung, bei der die Beschichtungsdicke, d.h. der Abstand zwischen den Fasern, über die Beschichtungszeit bestimmt werden kann. Im zweiten Schritt werden die Einzelfasern dicht nebeneinander gepackt und für mindestens 8 Stunden galvanisch beschichtet. Dadurch „wachsen“ die Fasern zusammen, und es entsteht eine unidirektionale Faserlage (UD-Lage). Mehrere Lagen werden anschließend übereinander geschichtet und in einer Vakuum-Heißpresse konsolidiert, um ein mehrlagiges MMC aufzubauen. Dabei sind durch die Anordnung der Faserlagen auch unterschiedliche Faserlagen-Orientierungen, z. B. $0^\circ/0^\circ$ oder $0^\circ/90^\circ$, möglich.

Die Entfernung der Oxidschicht der UD-Faserlagen bewirkt eine gute Verbindung innerhalb des Cu. Der zweistufige galvanische Prozess bietet so eine vorteilhafte Möglichkeit, MMC mit gezieltem Faservolumenanteil, gezielter Faserlagen-Orientierung, gleichmäßiger Faser-Verteilung und guter Verbindung zwischen den UD-Lagen innerhalb des Cu herzustellen.

Zugversuche an Einzelfasern und an Verbundproben gaben Aufschluss über die Zugfestigkeit und den E-Modul der SCS6-Faser sowie über den Komposit SCS6/Cu. Durch das Einbetten von SiC-Fasern konnte die Festigkeit des Cu-Werkstoffs bei RT und bei höheren Temperaturen bis 550°C gesteigert werden ($R_m \sim 385$ MPa bei RT und $V_f = 10\%$, $R_m \sim 190$ MPa bei 550°C und $V_f \sim 13-14\%$). Je größer dabei der Faservolumenanteil ist, desto größer ist ab einem sogenannten kritischen Faservolumenanteil von 4% die Zugfestigkeit. Bei höheren Temperaturen war ein plastisches Verhalten (Wabenbruch) des Kupfers festzustellen. Der Einfluss der Faser-Matrix-Anbindung wurde aus dem Vergleich der beiden Fasertypen SCS6 und SCS0 im Komposit untersucht. Eine gute Faser-Matrix-Anbindung steigert die Zugfestigkeit des MMC. Mit Hilfe von Schallemissionsmessungen konnte bei Raumtemperatur das unterschiedliche Bruchverhalten der SCS6- und SCS0-Faser analysiert werden.

Das thermomechanische Ermüdungsverhalten wurde anhand von TMF-Versuchen charakterisiert, bei denen auf Basis der im Flachziegel-Mock-up auftretenden Wärmelasten die Temperatur- und Dehnungszyklen überlagert wurden. Innerhalb der Messlänge traten Risse auf, die allerdings nicht als versagensrelevant zu werten sind, da die Proben aufgrund der Plastizität des Cu und der hohen Temperaturen nur außerhalb der Messlänge versagten. Die Proben können als „Durchläufer“ bezeichnet werden, d.h. sie hätten innerhalb der Messlänge mehr Zyklen standgehalten.

Die Temperaturleitfähigkeit und die Wärmeleitfähigkeit wurden anhand von LFA-Messungen analysiert. DSC-Messungen ermöglichten die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität des Cu. Der Einfluss des Faservolumenanteils, vor allem aber der Faseranordnung innerhalb des MMC und der Einfluss von Poren und Rissen wurde durch die Messungen deutlich. Poren und Risse, die z. B. durch Oxidschichten entstehen, verringern die Wärmeleitfähigkeit wesentlich. Je mehr Fasern in einem MMC vorhanden sind, desto schlechter ist der Wärmetransport, da die Fasern nur eine geringe Wärmeleitfähigkeit besitzen. Die Faserlagen-Orientierung und die Anzahl der UD-Lagen spielen dabei keine Rolle, wohl aber die Anordnung der einzelnen Fasern innerhalb des MMC. Eine gleichmäßige Verteilung, die beispielsweise durch hohe Presstemperaturen erzielt werden kann, ist für den Wärmefluss aufgrund größerer Abstände zwischen den Fasern günstiger. Durch geringere Faserabstände entstehen sogenannte Wärmebarrieren. Die Kenntnis der Wärmeausdehnungskoeffizienten, die mittels Dilatometer gemessen wurden, spielt eine große Rolle, um einerseits die Auswirkungen von thermisch induzierten Spannungen im MMC zu verstehen und zu berücksichtigen, andererseits auch den Ausdehnungskoeffizienten eines Verbundwerkstoffs durch eine gezielte Faseranordnung anpassen bzw. einstellen zu können. Der lineare Wärmeausdehnungskoeffizient von Cu wird durch SiC-Fasern quer zur Messrichtung nicht beeinflusst und steigt mit zunehmender Temperatur linear an. Befinden sich dagegen die Fasern in Messrichtung, wird der Wärmeausdehnungskoeffizient stark reduziert. Dabei konnte

wiederum das plastische Verhalten des Cu ab $\sim 300^\circ\text{C}$, das bereits bei TMF- und Zugversuchen festgestellt wurde, nachgewiesen werden.

Nach der Bestimmung der thermischen und mechanischen Eigenschaften des SCS6/Cu-Verbundwerkstoffs konnte eine MMC-Zwischenschicht mit ausreichender Wärmeleitfähigkeit und Festigkeit ausgewählt und hergestellt werden. Ein MMC mit $\sim 14\%$ Faservolumenanteil und $0^\circ/0^\circ$ -Faserorientierung wurde bei Pressbedingungen von 650°C und $\sim 40\text{ MPa}$, bei denen keine Faserrisse auftreten, synthetisiert. Die Wärmeleitfähigkeit liegt bei $\sim 180\text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

Drei Flachziegel-Mock-ups wurden aus je einem MMC, 8 W-Ziegeln und einem CuCrZr-Block, der mit einer Bohrung als Kühlkanal versehen ist, aufgebaut (Löten) und in dem Wärmeflusssteststand GLADIS getestet. Bei den Wärmeflussstests treten aufgrund des Temperaturgradienten und der thermischen Ausdehnungsunterschiede der Materialien (Faser-Matrix-Grenzfläche, W/MMC und MMC/CuCrZr) große Spannungen auf. Zur Prüfung des MMC-Verhaltens wurden Screening-Tests, bei denen der Wärmefluss schrittweise von $0,2$ auf $10,5\text{ MW/m}^2$ (Belastungszeit 30 s) erhöht wurde, und zyklische Tests bei $10,5\text{ MW/m}^2$ für jeweils 20 Sekunden in jeder Minute durchgeführt. Die Belastungen betragen je nach Mock-up 20 und 40 bzw. 80 Zyklen. Neben den Experimenten wurde die Temperaturverteilung mit einer 2D-Finite-Elemente-Simulation modelliert, deren Ergebnisse mit den Messergebnissen gut übereinstimmen. 3D-FEM-Spannungssimulationen gaben Aufschluss über die Orte der größten Spannung. Spannungsspitzen traten dabei im Randbereich des Mock-ups an der Grenzfläche zwischen Wolfram und dem MMC auf.

Ist die Verbindung zwischen den Materialien nicht gestört oder sind keine großen Risse in den Werkstoffen vorhanden, so ist bis zu einer Zyklenanzahl von 80 bei $10,5\text{ MW/m}^2$ ein effizienter Wärmetransport von der W-Oberfläche bis zum Kühlkanal feststellbar. Dies zeigt die gleichmäßige Oberflächentemperatur sowie die gleichmäßige und schnelle Abkühlung. Innerhalb der Lagen sind nur sehr wenige Risse vorhanden, eine Rissausbreitung ist nicht feststellbar, d.h. diese Risse sind nicht versagensrelevant. Das MMC zeigt eine gute Verbindung der einzelnen Lagen ohne Anzeichen von Poren. Problematisch sind die Randbereiche, vor allem zwischen W und dem MMC, da hier sowohl die größte Temperatur als auch Spannungsspitzen aufgrund des Temperaturgefälles und der thermischen Ausdehnungsunterschiede zwischen den Materialien auftreten. In der Kombination mit Verbindungsfehlern, z. B. unzureichende Lötung oder auch große Risse innerhalb des MMC zwischen den Lagen oder an der Faser-Matrix-Grenzfläche, kann dies durch den ungenügenden Wärmetransport zu einer Überhitzung bis zum vollständigen Verlust des W-Ziegels führen. Sowohl kleinere Risse um die Fasern an den Orten der größten Spannung an der obersten UD-Lage, als auch Lötungsfehler, d.h. Risse zwischen den Materialien bis zum Aufschmelzen, waren stellenweise sichtbar. Treten diese Fehler am Rand auf, so führt dies zu einem lokalen Versagen des Wärmetransports.

Die Untersuchungsergebnisse zeigen das große Potenzial des Werkstoffs SiC_f/Cu auch für den Einsatz als Wärmesenkenmaterial in zukünftigen Fusionsreaktoren, da durch die Kombination der Werkstoffe hohe Wärmeleitfähigkeiten mit einer guten mechanischen Festigkeit bis Temperaturen von 550°C erzielt werden.

Anhang

Anhang A Probenpräparation für Querschliffe

Zur Anfertigung von Querschliffen wurde nach folgendem Arbeitsablauf vorgegangen:

Einbetten – Schleifen – Polieren – Ätzen

Einbetten:

Die Proben werden zunächst in dem Einbettmittel Aralditlösung mit Härter im Mischungsverhältnis 5:1 eingebettet. Die Trocknungszeit beträgt etwa 24 Stunden.

Schleifen:

Das Schleifen besteht aus zwei Stufen:

- Planschleifen mit Korngrößen 120 und 220
- Feinschleifen mit Korngrößen 600 und 1200

Schleifscheiben für alle Schleifschritte: MD-Piano-Scheiben (STRUERS GmbH)

Die Schleifscheiben werden mit Wasser verwendet.

Die Korngrößen entsprechen vergleichbaren SiC-Schleifpapieren, die alternativ zu dem MD-System angewendet werden können.

Polieren:

Das Polieren unterteilt sich in drei aufeinander folgende Schritte:

- Polierscheibe TexMet mit Poliermittel MetaDi Supreme 6 µm (Diamantpaste polykristallin) und Diamantschmiermittel MetaDiFluid, DiaLub SW (Buehler GmbH)
- Polierscheibe NEW LAM classic, Poliertuch orange mit Polierpaste BioDiamant 1 µm (Heraeus Kulzer GmbH)
- PolierScheibe MD Chem mit Poliermittel Aluminiumoxid-Suspension, MicroPolish II (A) alpha 0,3 µm und Wasser

Ätzen:

Nach dem Schleifen und Polieren erfolgt die Ätzung. Zunächst wird eine Zwischenätzung mit 10%iger wässriger Eisen(III)-nitratlösung durchgeführt, anschließend die Mikroätzung mit Ammoniumchloridlösung. Diese besteht aus 120 ml H₂O mit 10 g Diammoniumtetrachlorocuprat (II). Dazu wird 25%ige Ammoniaklösung solange zugegeben, bis sich der Niederschlag gelöst hat. Die Ätzdauer beider Ätzungen liegt bei wenigen Sekunden. Die Informationen der Ätzungen sind aus [159] entnommen.

Veröffentlichungen, Vorträge und Poster

Veröffentlichungen

- Paffenholz, V., S. Lindig, A. Brendel and H. Bolt: *Synthesis and analysis of the thermal behavior of SiC-fibre reinforced copper matrix composites as heat sink material*. In: 1st International Conference on New Materials for Extreme Environments. (Eds.) Linsmeier, C.; Reinelt, M. Advanced Materials Research **59**. Trans Tech Publications Ltd, Stafa-Zurich (2009) 153-157.
url: <http://www.scientific.net>
- Brendel, A., V. Paffenholz, T. Köck and H. Bolt: *Mechanical properties of SiC long fibre reinforced copper*. In: Journal of Nuclear Materials **386-388**, 837-840 (2009).
doi: 10.1016/j.jnucmat.2008.12.251
url: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.12.251>
- Brendel, A., V. Paffenholz and T. Köck: *Mechanische Charakterisierung von SiC-faserverstärkten Kupfermatrix-Verbundwerkstoffen*. In: Verbundwerkstoffe - 17. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, (Eds.) W. Krenkel. Wiley-VCH, Weinheim (2009) 127-133.

Vorträge

- Paffenholz, V., A. Brendel, T. Köck, C. Popescu and H. Bolt: *Mechanische Eigenschaften von SiC faserverstärkten Cu-Matrix Verbundwerkstoffen*. 17. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, 2009-04-01 to 2009-04-03, Bayreuth.
- Paffenholz, V., H. Greuner, B. Böswirth and A. Brendel: *Heat flux tests of SiC-fibre reinforced Cu matrix composite*. European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes (EUROMAT 2009), 2009-09-07 to 2009-09-10, Glasgow.
- Brendel, A., V. Paffenholz, T. Köck and A. Herrmann: *Faserverstärktes Kupfer für Bauteile in Fusionsreaktoren*. 14. Nationales Symposium SAMPE Deutschland e.V. "Fasern und Matrix", 2008-02-27 to 2008-02-28, Technische Universität München, Garching.
url: <http://www.sampe.de>
- Schöbel, M., H.P. Degischer, V. Paffenholz and A. Herrmann, *In situ thermal fatigue studies on monofilament reinforced copper composites for heat sink applications at high temperatures*. European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes (EUROMAT 2009), 2009-09-07 to 2009-09-10, Glasgow.

Poster

- Paffenholz, V., A. Brendel, S. Lindig and H. Bolt: *Synthesis and analysis of the thermal behavior of SiC-fibre reinforced copper matrix composites as heat sink material*. 1st International Conference on New Materials for Extreme Environments (ExtreMat), 2008-06-02 to 2008-06-04, San Sebastian.
- Paffenholz, V. and A. Brendel: *SiC-Fibre reinforced Copper as Heat Sink Material for Fusion Applications*. Fachbeirat, 2008-06-19, Garching.
- Brendel, A., V. Paffenholz and T. Köck: *SiC fibre reinforced copper as heat sink material - a comparison of SCS 6 and SCS 0 fibres*. New Congress "Materials Science and Engineering" (MSE 2008), 2008-09-01 to 2008-09-04, Nürnberg.
- Köppen, M., J. Du, H. Löchel, M. Oberkofler, V. Paffenholz, M. Richly, J. Riesch, A. Vollmer and C. Linsmeier: *Investigation of Reaction Mechanisms in Quaternary Surfaces with Energy-resolved Photoelectron Spectroscopy*. First Joint BER II and BESSY II Users' Meeting, 2009-11-12 to 2009-11-13, Berlin.

Literaturverzeichnis

1. *Kernfusion*, Offenbach: Forschungszentrum Jülich, Forschungszentrum Karlsruhe, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik - Helmholtz Gemeinschaft, 2006.
2. Schumacher, U., *Status and problems of fusion reactor development*. *Naturwissenschaften*, 88(3): 102-112, 2001.
3. Bolt, H., et al., *Materials for the plasma-facing components of fusion reactors*. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333(Part 1): 66-73, 2004.
4. Bolt, H., et al., *Plasma facing and high heat flux materials - needs for ITER and beyond*. *Journal of Nuclear Materials*, 307-311(Part 1): 43-52, 2002.
5. *ITER Technical Basis, Technical Report*: International Atomic Energy Agency, 2002.
6. Andreani, R. and M. Gasparotto, *Overview of fusion nuclear technology in Europe*. *Fusion Engineering and Design*, 61-62: 27-36, 2002.
7. Schumacher, U., *Fusionsforschung*, Darmstadt: Wissenschaftliche Buchgesellschaft, 1993.
8. Fouquet, S., et al., *Acceptance criteria for the ITER divertor vertical target*. *Fusion Engineering and Design*, 81(1-7): 265-268, 2006.
9. Kukushkin, A.S., et al., *Divertor issues on ITER and extrapolation to reactors*. *Fusion Engineering and Design*, 65(3): 355-366, 2003.
10. Merola, M., et al., *European contribution to the development of the ITER divertor*. *Fusion Engineering and Design*, 66-68: 211-217, 2003.
11. Janeschitz, G., et al., *Divertor development for ITER*. *Fusion Engineering and Design*, 39-40: 173-187, 1998.
12. Tivey, R., et al., *ITER R&D: Vacuum Vessel and In-Vessel Components: Divertor Cassette*. *Fusion Engineering and Design*, 55(2-3): 219-229, 2001.
13. Ferrari, M., et al., *Evaluation of divertor conceptual designs for a fusion power plant*. *Fusion Engineering and Design*, 56-57: 255-259, 2001.
14. Ihli, T., et al., *An advanced He-cooled divertor concept: Design, cooling technology, and thermohydraulic analyses with CFD*. *Fusion Engineering and Design*, 75-79: 371-375, 2005.
15. Li Puma, A., et al., *Optimization of a water-cooled divertor for the European power plant conceptual study*. *Fusion Engineering and Design*, 61-62: 177-183, 2002.
16. Norajitra, P., et al., *Divertor conceptual designs for a fusion power plant*. *Fusion Engineering and Design*, 83(7-9): 893-902, 2008.
17. Tavassoli, A.A.F., *Materials design data for fusion reactors*. *Journal of Nuclear Materials*, 258-263(Part 1): 85-96, 1998.
18. Tavassoli, A.A.F., *Overview of advanced techniques for fabrication and testing of ITER multilayer plasma facing walls*. *Fusion Engineering and Design*, 39-40: 189-200, 1998.
19. Zinkle, S.J. and N.M. Ghoniem, *Operating temperature windows for fusion reactor structural materials*. *Fusion Engineering and Design*, 51-52: 55-71, 2000.

20. Maisonnier, D., et al., *EFDA Final Report of the European Fusion Power Plant Conceptual Study (PPCS)*. 2005, EFDA.
21. Merola, M., et al., *Overview on fabrication and joining of plasma facing and high heat flux materials for ITER*. Journal of Nuclear Materials, 307-311(Part 2): 1524-1532, 2002.
22. Bisio, M., et al., *Manufacturing and testing in reactor relevant conditions of brazed plasma facing components of the ITER divertor*. Fusion Engineering and Design, 75-79: 277-283, 2005.
23. Casalegno, V., et al., *Non-destructive characterization of carbon fiber composite/Cu joints for nuclear fusion applications*. Fusion Engineering and Design, 83(5-6): 702-712, 2008.
24. Casalegno, V., et al., *One-step brazing process for CFC monoblock joints and mechanical testing*. Journal of Nuclear Materials, 393(2): 300-305, 2009.
25. Linke, J., *High heat flux performance of plasma facing materials and components under service conditions in future fusion reactors*. Fusion Science and Technology, 53(2T): 278-287, 2008.
26. Schlosser, J., et al., *Technologies for ITER divertor vertical target plasma facing components*. Nuclear Fusion, 45(6): 512-518, 2005.
27. You, J.-H., *Design feasibility study of a divertor component reinforced with fibrous metal matrix composite laminate*. Journal of Nuclear Materials, 336(1): 97-109, 2005.
28. Kalinin, G.M., et al., *Specification of properties and design allowables for copper alloys used in HHF components of ITER*. Journal of Nuclear Materials, 307-311(Part 1): 668-672, 2002.
29. You, J.H. and H. Bolt, *Structural analysis of a plasma facing component reinforced with fibrous metal matrix composite laminate*. Journal of Nuclear Materials, 329-333(Part 1): 702-705, 2004.
30. Edwards, D.J., B.N. Singh, and S. Tähtinen, *Effect of heat treatments on precipitate microstructure and mechanical properties of a CuCrZr alloy*. Journal of Nuclear Materials, 367-370(Part 2): 904-909, 2007.
31. Kalinin, G.M., et al., *Ageing effect on the properties of CuCrZr alloy used for the ITER HHF components*. Journal of Nuclear Materials, 367-370(Part 2): 920-924, 2007.
32. Ivanov, A.D., et al., *Effect of heat treatments on the properties of CuCrZr alloys*. Journal of Nuclear Materials, 307-311(Part 1): 673-676, 2002.
33. Peters, P.W.M., J. Hemptenmacher, and H. Schurmann, *Faser- und drahtverstärkte Kupferlegierungen als Wärmesenke für Fusionsreaktoren*. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 38(9): 755-765, 2007.
34. Maisonnier, D., et al., *The European power plant conceptual study*. Fusion Engineering and Design, 75-79: 1173-1179, 2005.
35. Peters, P.W.M., J. Hemptenmacher, and H. Schurmann, *Fibre and wire reinforced copper alloys as heat sinks for fusion reactors*. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 38(9): 755-765, 2007.
36. You, J.H. and H. Bolt, *Analysis of singular interface stresses in dissimilar material joints for plasma facing components*. Journal of Nuclear Materials, 299(1): 1-8, 2001.

37. You, J.H. and H. Bolt, *Thermal stress intensity factor of interfacial cracks of a plasma facing component under high heat flux loading*. Fusion Engineering and Design, 65(4): 483-492, 2003.
38. Kim, B.Y. and J.H. You, *Three-dimensional shakedown analysis of fiber-reinforced metal matrix composite (FRMMC) layered plasma-facing component for high heat flux loading*. Fusion Engineering and Design, 84(2-6): 1033-1037, 2009.
39. Brendel, A., et al., *Promising composite heat sink material for the divertor of future fusion reactors*. Journal of Nuclear Materials, 367-370(Part 2): 1476-1480, 2007.
40. You, J.H., B.Y. Kim, and M. Miskiewicz, *Shakedown analysis of fibre-reinforced copper matrix composites by direct and incremental approaches*. Mechanics of Materials, 41(7): 857-867, 2009.
41. Luo, X., et al., *The fabrication and property of SiC fiber reinforced copper matrix composites*. Materials Science and Engineering: A, 459(1-2): 244-250, 2007.
42. You, J.H. and H. Bolt, *Prediction of plastic deformation of fiber-reinforced copper matrix composites*. Journal of Nuclear Materials, 307: 74-78, 2002.
43. Köck, T., *Herstellung und Charakterisierung eines SiC/Cu-Metall-Matrix-Verbundwerkstoffes mit angepasster Faser/Matrix-Grenzfläche*, Garching: TUM, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 2007
44. Riccardi, B., et al., *Status of the European R&D activities on SiCf/SiC composites for fusion reactors*. Fusion Engineering and Design, 51-52: 11-22, 2000.
45. Bohse, J. and G. Kroh, *Micromechanics and Acoustic-Emission Analysis of the Failure Process of Thermoplastic Composites*. Journal of Materials Science, 27(2): 298-306, 1992.
46. Kurumada, A., et al., *Evaluation of the integrity of divertor models of tungsten or SiC/SiC composites joined with copper*. Journal of Nuclear Materials, 313-316: 245-249, 2003.
47. Ryazanov, A.I., et al., *Radiation swelling of SiC under neutron irradiation*. Journal of Nuclear Materials, 307-311(Part 2): 1107-1111, 2002.
48. Scholz, H.W., et al., *Swelling behaviour and TEM studies of SiCf/SiC composites after fusion relevant helium implantation*. Journal of Nuclear Materials, 258-263(Part 2): 1572-1576, 1998.
49. van der Schaaf, B., et al., *European structural materials development for fusion applications*. Fusion Engineering and Design, 48(3-4): 499-508, 2000.
50. Hasegawa, A., et al., *Critical issues and current status of SiC/SiC composites for fusion*. Journal of Nuclear Materials, 283-287(Part 1): 128-137, 2000.
51. Popescu, C., *Processing and Characterisation of SiC-Fibre reinforced Cu-Matrix Composites*, Garching: TUM, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 2004.
52. Kaw, A.K., *Mechanics of Composite Materials*, Boca Raton, CA: CRC Press, 1997.
53. Berthelot, J.-M., *Composite Materials - Mechanical Behavior and Structural Analysis*. Mechanical Engineering Series, New York, NY: Springer, 1999.
54. Hull, D.C., T.W., *An Introduction to Composite Materials*. 2nd Ed., Repr. ed. Cambridge Solid State Science Series, Cambridge: Cambridge Univ. Press, 2000.

55. Daniel, I.M.I., Ori *Engineering Mechanics of Composite Materials*, New York, NY: Oxford Univ.Press, 1994.
56. Koblelev, V., *Bruchmechanische Kriterien für Faserverbundwerkstoffe und ihre Optimierung hinsichtlich eines lokalen Bruchverhaltens*. Fortschritt-Berichte VDI. Reihe 18: Mechanik/Bruchmechanik. Vol. 262, Düsseldorf: VDI Verlag, 2001.
57. Baier, H., *Faserverbundwerkstoffe*, München: TUM, 2004/2005.
58. Cahn, R.W.H., P.; Kramer, E.J., *Materials Science and Technology - Structure and Properties of Composite*. Vol. 13, Weinheim: VHC Verlagsgesellschaft mbH, 1993.
59. Meetham, G.W., Van de Voorde, Marcel H., *Materials for High Temperature Engineering Applications*. Engineering Materials, Berlin: Springer, 2000.
60. Zeidler, A., *Abschaetzung der Versagensgrenze von Faserverbundwerkstoffen mit duktiler Matrix - Eine mikromechanische Studie*. Fortschritt-Berichte VDI. Reihe 18: Mechanik/Bruchmechanik. Vol. 236, Duesseldorf: VDI-Verl., 1998.
61. Kainer, K.U., *Metallische Verbundwerkstoffe*, Oberursel: DGM Informationsgesellschaft Verl., 1994.
62. Suresh, S.M., A.; Needleman, A., *Fundamentals of Metal-Matrix Composites*, Boston, MA: Butterworth-Heinemann, 1993.
63. Leyens, C., J. Hausmann, and J. Kumpfert, *Continuous fiber reinforced titanium matrix composites: Fabrication, properties and applications*. Advanced Engineering Materials, 5(6): 399-410, 2003.
64. Voyiadjis, G.Z. and D.H. Allen, *Damage and Interfacial Debonding in Composites - Based on the Presentations made in the Five Session Symposium Studies in Applied Mathematics*, 32nd Society of Engineering Science Meeting, New Orleans, LA(US), 29.10.1995 1.11.1995. Vol. 44, Amsterdam: Elsevier 1996.
65. Stöckel, D., *Metallische Verbundwerkstoffe*. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 19(8): 261-271, 1988.
66. Kupferinstitut, D., *Kupfer / Vorkommen, Gewinnung, Eigenschaften, Verarbeitung, Verwendung - i.004 02/97*, Düsseldorf, 1997.
67. Porz, F., G. Grathwohl, and R. Hamminger, *Siliziumkarbid als Strukturmaterial im Bereich der ersten Wand von Kernfusionsanlagen*. Journal of Nuclear Materials, 124: 195-214, 1984.
68. Fenici, P., et al., *Current status of SiC/SiC composites R&D*. Journal of Nuclear Materials, 258-263(Part 1): 215-225, 1998.
69. Noda, T., et al., *Materials selection for reduced activation of fusion reactors*. Journal of Nuclear Materials, 155-157(Part 2): 581-584, 1988.
70. Dienst, W., *Assessment of silicon carbide as a potential wall protection material for fusion reactors*. Fusion Engineering and Design, 16: 311-316, 1991.
71. Herrmann, A., *Interface Optimization of Tungsten Fiber-Reinforced Copper for Heat Sink Application*, Garching: TUM, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 2009.
72. Speyer, R.F., *Thermal Analysis of Materials*. Materials Engineering. Vol. 5, New York, NY: Dekker, 1994.
73. Paffenholz, V., *Temperaturbestimmung von Preforms in Abhängigkeit der Materialfeuchtigkeit*. Lehrstuhl für Medizintechnik mit Schwerpunkt biokompatible

- Werkstoffe und Prozesstechnik in Zusammenarbeit mit ITEM GmbH, Garching: TU München 2006.
74. Gruner, K., *Grundlagen der berührungslosen Temperaturmessung "Strahlungsthermometrie"*, Berlin Raytek GmbH, 2004.
 75. Schindel, B., *Thermographie in der Theorie und Praxis*, Ismaning: ebs Automatisierte Thermographie und Systemtechnik GmbH, 2004.
 76. Chawla, K.K., *Fibrous Materials*. Cambridge Solid State Science Series, Cambridge: Cambridge Univ. Press, 1998.
 77. Bargel, H.-J. and G. Schulze, *Werkstoffkunde*, Berlin: Springer Verlag, 1999.
 78. Specialty Materials, I., *SCS Silicon Carbide Fiber Technical Presentation*, Lowell, Massachusetts.
 79. Dudek, H.J., R. Leucht, and A. Werner, *Tensile properties of monofilament and multifilament composites with different titanium matrices*. Scripta Materialia, 34(10): 1575-1579, 1996.
 80. Peters, P.W.M. and J. Hemptenmacher, *Oxidation of the carbon protective coating in SCS-6 fibre reinforced titanium alloys*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 33(10): 1373-1379, 2002.
 81. Peters, P.W.M., et al., *Influence of interfacial stress transfer on fatigue crack growth in SiC-fibre reinforced titanium alloys*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 32(3-4): 561-567.
 82. Xia, Z.H., P.W.M. Peters, and H.J. Dudek, *Finite element modelling of fatigue crack initiation in SiC-fibre reinforced titanium alloys*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 31(10): 1031-1037, 2000.
 83. Zeng, W.D., P.W.M. Peters, and Y. Tanaka, *Interfacial bond strength and fracture energy at room and elevated temperature in titanium matrix composites (SCS-6/Timetal 834)*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 33(9): 1159-1170, 2002.
 84. Bettge, D., et al., *Mechanical behavior and fatigue damage of a titanium matrix composite reinforced with continuous SiC fibers*. Materials Science and Engineering: A, 452-453: 536-544, 2007.
 85. Dinter, J., P.W.M. Peters, and J. Hemptenmacher, *Finite element modelling of the push-out test for SiC fibre-reinforced titanium alloys*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 27(9): 749-753, 1996.
 86. Gundel, D.B. and F.E. Wawner, *Experimental and theoretical assessment of the longitudinal tensile strength of unidirectional SiC-fiber/titanium-matrix composites*. Composites Science and Technology, 57(4): 471-481, 1997.
 87. Gundel, D.B. and F.E. Wawner, *The influence of defects on the response of titanium/SiC fiber composites to thermal exposure*. Composites Engineering, 4(1): 47-65, 1994.
 88. Jansson, S., D.J. Dal Bello, and F.A. Leckie, *Transverse and cyclic thermal loading of the fiber reinforced metal-matrix composite SCS6/Ti-15-3*. Acta Metallurgica et Materialia, 42(12): 4015-4024, 1994.
 89. Cotterill, P.J. and P. Bowen, *Fatigue crack growth in a fibre-reinforced titanium MMC at ambient and elevated temperatures*. Composites, 24(3): 214-221, 1993.

90. Smith, P.R., et al., *Heat treatment effects on SiC fiber*. Journal of Materials Science, 33(24): 5855-5872, 1998.
91. Ning, X.J. and P. Pirouz, *The Microstructure of Scs-6 Sic Fiber*. Journal of Materials Research, 6(10): 2234-2248, 1991.
92. Guo, S.Q., et al., *Microstructure and role of outermost coating for tensile strength of SiC fiber*. Acta Materialia, 46(14): 4941-4954, 1998.
93. Ning, X.J., et al., *The Structure of Carbon in Chemically Vapor-Deposited Sic Monofilaments*. Journal of Materials Research, 5(12): 2865-2876, 1990.
94. Brendel, A., et al., *SiC-fibre reinforced copper as heat sink material for fusion applications*. Journal of Nuclear Materials, 329-333(Part 1): 804-808, 2004.
95. Brendel, A., et al., *Interface modification of SiC-fibre/copper matrix composites by applying a titanium interlayer*. Surface and Coatings Technology, 200(1-4): 161-164, 2005.
96. Brendel, A., et al., *Titanium as coupling agent in SiC fibre reinforced copper matrix composites*. Materials Chemistry and Physics, 91(1): 116-123, 2005.
97. You, J.H., et al., *Fiber push-out study of a copper matrix composite with an engineered interface: Experiments and cohesive element simulation*. International Journal of Solids and Structures, In Press, Corrected Proof.
98. Köck, T., A. Brendel, and H. Bolt, *Interface reactions between silicon carbide and interlayers in silicon carbide-copper metal-matrix composites*. Journal of Nuclear Materials, 362(2-3): 197-201, 2007.
99. Miller, S., *Untersuchung der chemischen Wechselwirkung von Titan und Kohlenstoff mittels Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie*, Bayreuth: Universität Bayreuth, 1997.
100. Schumann, H., *Metallographie*. 13 ed, Weinheim: Wiley-VCH Verlag, 1991.
101. Leucht, R. and H.J. Dudek, *Properties of SiC-fibre reinforced titanium alloys processed by fibre coating and hot isostatic pressing*. Materials Science and Engineering: A, 188(1-2): 201-210, 1994.
102. Peters, P., J. Hemptenmacher, and H. Schurmann, *Production of MMCs on the basis of fibres coated with the metal alloy by magnetron sputtering*. 931-935, 2007.
103. Peters, P.W.M., J. Hemptenmacher, and D. Muchilo, *Elevated temperature properties of SiC-fibre reinforced CuCrIZr, a candidate heat sink material for application in fusion reactors*. Physica Scripta, T128: 209-212, 2007.
104. Paffenholz, V., et al., *Synthesis and analysis of the thermal behavior of SiC-fibre reinforced copper matrix composites as heat sink material*. 1st International Conference on New Materials for Extreme Environments, 59: 153-157, 2009.
105. Schmidt, P.F., *Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse*. Kontakt & Studium, Band 444, ed. W.J. Bartz, Technische Akademie Esslingen, Renningen-Malmsheim: expert verlag, 1994.
106. Wang, Z.L. and J.L. Lee, *Electron microscopy Techniques for Imaging and Analysis of Nanoparticles*. Developments in Surface Contamination and Cleaning, ed. R. Kohli and H. Texas, Norwich, NY: William Andrew, 2008.
107. Beitz, W. and K.-H. Grote, *Dubbel Taschenbuch fuer den Maschinenbau*. 19., voell.neubearb.Aufl. ed, Berlin: Springer, 1997.

108. Fischer, U., et al., *Tabellenbuch Metall - Tabellen, Formeln, Übersichten, Normen*. 41., überarb. Aufl. ed. Europa Fachbuchreihe für Metallberufe, Haan-Grutten: Verl. Europa-Lehrmittel, 1999.
109. Klein, M. and B.D. DIN Deutsches Institut fuer Normung e.V., *Einfuehrung in die DIN-Normen*. 12., neubearb. u. erw. Aufl. ed, ed. K.G. Krieg, Stuttgart: Teubner, 1997.
110. White, M.A., *Properties of Materials*, Oxford: Oxford Univ. Press, 1999.
111. Haselbach, W. and B. Lauke, *Acoustic emission of debonding between fibre and matrix to evaluate local adhesion*. *Composites Science and Technology*, 63(15): 2155-2162, 2003.
112. Hufenbach, W. and H. Richter, *Qualitative Schallemissionsuntersuchungen an textilverstärkten Keramiken*, Dresden: Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik; Technische Universität Dresden, 2007.
113. Loutas, T.H. and V. Kostopoulos, *Health monitoring of carbon/carbon, woven reinforced composites. Damage assessment by using advanced signal processing techniques. Part I: Acoustic emission monitoring and damage mechanisms evolution*. *Composites Science and Technology*, 69(2): 265-272, 2009.
114. Park, J.-M., W.-G. Shin, and D.-J. Yoon, *A study of interfacial aspects of epoxy-based composites reinforced with dual basalt and SiC fibres by means of the fragmentation and acoustic emission techniques*. *Composites Science and Technology*, 59(3): 355-370, 1999.
115. Shin, D.W., K.H. Auh, and H. Tanaka, *Tensile Properties of Ceramic-Matrix Fiber Composites*. *Journal of the American Ceramic Society*, 78(11): 3137-3141, 1995.
116. Yu, Y.H., et al., *A study on the failure detection of composite materials using an acoustic emission*. *Composite Structures*, 75(1-4): 163-169, 2006.
117. Kauffmann, F., et al., *On the origin of acoustic emission during room temperature compressive deformation of a gamma-TiAl based alloy*. *Intermetallics*, 8(7): 823-830, 2000.
118. Rossoll, A., et al., *Measurement of damage evolution in continuous ceramic fibre-reinforced metals by acoustic emission*. *Scripta Materialia*, 59(8): 842-845, 2008.
119. Zwerschke, S.P., A. Wanner, and E. Arzt, *Evolution of fiber fragmentation in a short-fiber-reinforced metal-matrix model composite during tensile creep deformation - An acoustic emission study*. *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 33(5): 1549-1557, 2002.
120. Kühn, H.J. and S. Ledworuski, *Der TMF-Versuch, Einfluss der Versuchseinrichtung und der Versuchsführung auf die Ergebnisse*. Kennwertermittlung für die Praxis, ed. A.W. Prof. Dr. Holger Frenz, 2007.
121. ASTM, *E 2368-04: Standard Practice for Strain Controlled Thermomechanical Fatigue Testing*, 2004.
122. ISO, *ISO/DIS 12111, Metallic materials - Fatigue testing - Strain-controlled thermomechanical fatigue testing method (Draft)*, 2008.
123. You, J.H., *Plastic failure risk of a metal matrix composite structure under variable thermal loads*. *International Journal of Mechanical Sciences*, 51(11-12): 816-824, 2009.
124. Hatakeyama, T. and Z. Liu, *Handbook of Thermal Analysis*, Chichester: Wiley, 2000.

125. Newnham, R.E., *Properties of Materials - Anisotropy, Symmetry, Structure*, New York, NY: Oxford Univ.Press, 2005.
126. Blundell, S.J. and K.M. Blundell, *Concepts in Thermal Physics*, New York, NY: Oxford Univ.Press, 2006.
127. Netzsch, *Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit - LFA 427 D 1108 Produktprospekt*: NETZSCH-Gerätebau GmbH.
128. Netzsch, *LFA 427, Operating Instructions, 03.93*: Netzsch-Gerätebau GmbH.
129. Netzsch, *Brochure_DSC404C-d*: NETZSCH-Gerätebau GmbH.
130. Haines, P.J., *Principles of Thermal Analysis and Calorimetry*, Cambridge(GB): Royal Society of Chemistry, 2002.
131. Brown, M.E., *Principles and Practice - Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry*. Vol. 1, Amsterdam: Elsevier, 1998.
132. Netzsch, *DSC 404 C Pegasus Bedienungsanleitung*, Selb: NETZSCH-Gerätebau GmbH, 1998.
133. Greuner, H., et al., *High heat flux facility GLADIS:: Operational characteristics and results of W7-X pre-series target tests*. Journal of Nuclear Materials, 367-370(Part 2): 1444-1448, 2007.
134. Greuner, H., et al., *High heat flux tests of the WENDELSTEIN 7-X pre-series target elements: Experimental evaluation of the thermo-mechanical behaviour*. Fusion Engineering and Design, 82(15-24): 1713-1719, 2007.
135. Greuner, H., et al., *Design, performance and construction of a 2 MW ion beam test facility for plasma facing components*. Fusion Engineering and Design, 75-79: 345-350, 2005.
136. Boscary, J., et al., *Pre-series and testing route for the serial fabrication of W7-X target elements*. Fusion Engineering and Design, 84(2-6): 497-500, 2009.
137. Greuner, H., et al., *Cyclic heat load testing of improved CFC/Cu bonding for the W 7-X divertor targets*. Journal of Nuclear Materials, 386-388: 772-775, 2009.
138. Greuner, H., et al., *Review of the high heat flux testing as an integrated part of W7-X divertor development*. Fusion Engineering and Design, 84(2-6): 848-852, 2009.
139. Appendino, P., et al., *Proposal for a new technique to join CFC composites to copper*. Journal of Nuclear Materials, 348(1-2): 102-107, 2006.
140. Salvo, M., et al., *One-step brazing process to join CFC composites to copper and copper alloy*. Journal of Nuclear Materials, 374(1-2): 69-74, 2008.
141. Merola, M., et al., *Influence of the manufacturing heat cycles on the CuCrZr properties*. Journal of Nuclear Materials, 307-311(Part 1): 677-680, 2002.
142. Groth, C. and G. Mueller, *FEM für Praktiker - Temperaturfelder. Basiswissen und Arbeitsbeispiele zur Methode der Finiten Elemente mit dem FE-Programm ANSYS 5.0: Temperaturfeldberechnungen, Bd. 463*, Renningen-Malmsheim: expert-Verl., 1995.
143. Greuner, H., et al., *Development of Divertor Targets for WENDELSTEIN 7-X*. 1998.
144. Worbs, P., *Wetting Behavior of Titanium Carbide Films for Carbon-Copper Braze Joints in High Heat Flux Components*, Garching: TUM, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 2009.

145. *VDI-Wärmeatlas*. Vol. 3, Düsseldorf: VDI, 1977.
146. Stephan, K., *Wärmeübergang beim Kondensieren und beim Sieden*, Berlin: Springer Verlag, 1988.
147. Tong, L.S., *Phenomenological Study of Critical Heat-Flux*. Mechanical Engineering, 97(12): 105-105, 1975.
148. Tong, L.S. and G.F. Hewitt, *Overall Viewpoint of Flow Boiling Chf Mechanisms*. Mechanical Engineering, 94(9): 56-&, 1972.
149. You, J.H., *persönliche Mitteilung*, Garching, 2009.
150. *ITER Material Properties Handbook*: ITER Document No. G74 MA16, 2005.
151. Brendel, A., et al., *Mechanical properties of SiC long fibre reinforced copper*. Journal of Nuclear Materials, 386-388: 837-840, 2009.
152. Kupferinstitut, D., *Cu-DHP*, Stand 2005.
153. Guo, S.Q. and Y. Kagawa, *Characterization of interface sliding damage in SiC fiber-reinforced Ti-15-3 matrix composite by cyclic fatigue*. Acta Materialia, 45(6): 2257-2270, 1997.
154. Kuchling, H., *Taschenbuch der Physik*, Thun: Deutsch.
155. Lindig, S., *persönliche Mitteilung*, Garching, 2009.
156. Luo, X., et al., *The thermal expansion behavior of unidirectional SiC fiber-reinforced Cu-matrix composites*. Scripta Materialia, 58(5): 401-404, 2008.
157. Schöbel, M., et al., *In situ thermal fatigue studies on monofilament reinforced copper composites for heat sink applications at high temperatures*. EUROMAT, Glasgow, 2009.
158. Schöbel, M., et al., *Residual stresses and thermal fatigue damage in monofilament reinforced copper investigated by in situ Diffraction and Tomography*, Presentation at IPP, Garching: TU Wien, 2009.
159. Petzow, G., *Ätzen - Metallographisches, Keramographisches, Plastographisches* 6. überarbeitete Auflage ed. Materialkundlich-Technische Reihe Berlin: Gebrüder Borntraeger, 1994.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen Personen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Mein erster Dank gilt meinem Doktorvater *Prof. Dr. Dr. Harald Bolt*, der es mir ermöglichte, diese Arbeit am IPP durchzuführen. Für sein Vertrauen, seine Unterstützung und sein Interesse an meiner Arbeit möchte ich mich sehr herzlich bedanken.

Bei *Prof. Dr. E. Werner* möchte ich mich für die Bereitschaft bedanken, sich als Zweitgutachter zur Verfügung zu stellen.

Prof. Dr. H. Baier danke ich für die freundliche Unterstützung, meine Promotion an der Fakultät für Maschinenwesen durchführen zu können.

Besonders großer Dank gilt meiner Betreuerin *Dr. Annegret Brendel*, die mir drei Jahre lang mit Rat und Tat zur Seite stand. Für ihr Vertrauen, ihren persönlichen Einsatz, die Unterstützung bei vielen Experimenten und die anregenden Diskussionen möchte ich mich herzlich bedanken. Danke!

Ein großer Dank geht an *Dr. Christian Linsmeier*, der mir stets als kompetenter und motivierender Ratgeber zur Seite stand. Vielen Dank auch für die Leitung und Organisation des hilfreichen Doktorandenseminars. *Stefan Lindig* danke ich für die Unterstützung bei vielen Versuchen und die wertvollen Tipps und Anregungen zum Ende der Arbeit.

Ein besonderer Dank gilt *Josef Schäftner*, der mir in allen technischen Arbeiten stets zur Seite stand und ohne den viele Aufgaben nicht möglich gewesen wären, sowie dem gesamten Werkstatt-Team der MF. Ebenso danke ich *Gabi Matern* für die großartige Unterstützung in der Metallographie und die netten Gespräche. *Henri Greuner* und *Bernd Böswirth* danke ich für die hilfreiche Unterstützung bei der Vorbereitung und Auswertung der Wärmefluss tests und für deren professionelle Durchführung sowie *Dr. Yeong-Ha You* für die Durchführung der FEM-Simulation. *Hans Stegbauer* von der Zentralwerkstatt danke ich für die zügige Wärmebehandlung der MMC-Proben.

Für das sehr angenehme Arbeitsklima und die großartige Unterstützung während der vergangenen drei Jahre danke ich meinen lieben Arbeitskollegen des Bereichs MF und vor allem der Arbeitsgruppe MSC. Für die vielen Tipps und die Unterstützung bei Problemen kleinerer und größerer Art danke ich speziell *Dr. Martin Balden*, *Freimut Koch*, *Till Höschen*, *Dr. Almut Wildner*, *Dr. Hans Maier* und *Karola Bald-Solimman*. Meinem Vorgänger *Dr. Thomas Köck* danke ich für die vielen Tipps zu Beginn meiner Promotion.

Einen lieben Dank für ihre Hilfsbereitschaft und die vielen schönen, oft auch erheiternden Kaffeerunden schulde ich *Arno Weghorn*, *Joachim Dorner* und *Michael Fußeder*.

Besonders danken möchte ich meiner Mitdotorandin *Dr. Aurelia Herrmann* für das offene Ohr, die fachliche, vor allem aber die persönliche Unterstützung der letzten Jahre und die Freundschaft, die daraus entstanden ist.

Ich danke auch *Dr. Klaus Schmid* und *Dr. Peter Worbs* für ihre wertvollen Ratschläge, ihre Freundschaft und die sportlichen Aktivitäten sowie *Johann Riesch* und *Rainer Piechozek* für die vielen konstruktiven und aufbauenden Gespräche.

Weiter möchte ich mich bei all meinen Mitdoktoranden, Diplomanten und Praktikanten nicht nur für die großartige Unterstützung und Arbeitsatmosphäre, sondern auch für viele gemeinsame Unternehmungen bedanken: *Thomas Pickert*, *Dr. Christoph Adelhelm*, *Martin Oberkofler*, *Martin Köppen*, *Dr. Matthias Reinelt*, *Florian Kost*, *Juan Du*, *Cosima Boswell*, *Susanne Köppl*, *Heun Lee*, *Beata Tyburska*, *Marcin Rasinski* und *Alessandro Zivelonghi*. Herzlichen Dank für die schöne und unvergessliche Zeit am IPP und die vielen neugewonnenen Freundschaften.

Ein großer Dank gilt auch allen Mitwirkenden der MTU, die mir die Durchführung der mechanischen Tests ermöglichten und mir auch später noch mit Rat und Tat zur Seite standen. Allen voran danke ich dafür *Thomas Brendel* sowie meinem späteren Mitdoktoranden *Stefan Kimmig*. Danke Stefan, für die vielen konstruktiven Gespräche.

Durch die Teilnahme an ExtreMat-Treffen durfte ich vielen Leuten begegnen, bei denen ich mich für die erfolgreiche Zusammenarbeit und die vielen wertvollen Tipps bedanken möchte. Mein Dank geht an *Michael Schöbel* von der TU Wien und *Dr. Gerald Pintsuk* von der FZJ.

Einen ganz besonderen Dank schulde ich meinen Eltern, meinen Brüdern und meinen Freunden, die mir immer zur Seite standen. Vielen lieben Dank für die großartige Unterstützung während der letzten drei Jahre!

Garching bei München, im März 2010

Verena Paffenholz