Miniaturmessverfahren zur Bestimmung mechanischer Kennwerte von Lotwerkstoffen aus der Mikroelektronik

vorgelegt von Diplom-Ingenieur Alexander Häse

Von der Fakultät V Verkehrs- und Maschinensysteme der Technischen Universität Berlin zur Verleihung des akademischen Grades Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss

Vorsitzender:	Prof. Dr. rer. nat. V. Popov,
Erster Gutachter:	Prof. Dr. rer. nat. Wolfgang H. Müller,
Zweiter Gutachter:	Prof. DrIng. J. Villain,

Tag der Aussprache: 28.06.2006

Berlin, 2006 D 83

PROMOTIONSAUSSCHUSS

Vorsitzender:	Prof. Dr. rer. nat. V. Popov, Lehrstuhl für Systemdynamik und Reibungsphysik, Technische Universität Berlin
Erster Gutachter:	Prof. Dr. rer. nat. Wolfgang H. Müller, Lehrstuhl für Kontinuumsmechanik und Materialtheorie, Technische Universität Berlin
Zweiter Gutachter:	Prof. DrIng. J. Villain, Fachbereich Elektrotechnik, Fachhochschule Augsburg
Tag der Abgabe: Tag der Aussprache:	22.05.2006 28.06.2006

Für meine Frau Yvonne, die mir immer mit guten Rat zur Seite stand

und meine Tochter Lea-Sophie, deren Lächeln mich immer wieder aufgebaut hat.

Danksagung

Herrn Prof. Dr. rer. nat. Wolfgang H. Müller möchte ich für seine Betreuung und wissenschaftlichen Unterstützung meiner Dissertation danken. Durch seine Anregungen und Forderungen nach qualitativen Ergebnissen ist diese Arbeit überhaupt erst zustande gekommen.

Herrn Prof. Dr.-Ing. J. Villain danke ich für die ausgezeichnete und ergebnissreiche Zusammenarbeit zwischen den Instituten der FH Augsburg und der TU Berlin. Des weiteren stammen eine Vielzahl der in dieser Arbeit untersuchten Materialproben aus seinem Fachbereich. Die wissenschaftlichen Diskussionen mit ihm waren immer sehr angenehm und produktiv.

Besonderen Dank gilt auch meinen Kollegen (Thomas Böhme, Jens Sterthaus und Dr. Kerstin Weinberg) im Institut, die mir immer mit Rat und Tat zur Seite standen.

Unserem technischen Mitarbeiter Arion Juritza bin ich besonders zu Dank verpflichtet, da er die Betreuung unseres Labors übernommen hat und viele der hier verwendeten Messergebnisse produziert hat.

Meinen Eltern danke ich für die ständige Unterstützung während meines Studiums und meiner Assistenzzeit.

Erklärung des Autors

Hiermit erkläre ich, Dipl.-Ing. Alexander Häse, an Eides statt, die vorliegende Dissertation selbstständig und ohne Mithilfe Dritter verfasst zu haben.

Berlin, den:

Unterschrift:

Inhaltsverzeichnis

Da	anks	agung	v
Er	rklär	ing des Autors	vii
In	halts	verzeichnis	viii
A	bbild	ungsverzeichnis	xiv
Τa	abelle	enverzeichnis	xvi
Sy	vmbo	lverzeichnis	xix
1	Ein	eitung	1
2	Här	teprüfverfahren	3
	2.1	Historische Entwicklung der Härteprüfung	3
		2.1.1 Brinellhärte	4
		2.1.2 Rockwellhärte	6
		2.1.3 Vickers- und Knoophärte	7
		2.1.4 Nanohärte (Berkovich)	11
	2.2	Randbedingungen zur Vermeidung systematischer Messfehler	13
3	Def	ormation von Metallen	17
	3.1	Elastizität	17
	3.2	Plastizität	18
	3.3	Fließbedingungen	20
	3.4	Verformungsverhalten bei hohen Temperaturen und konstanter	
		Belastung (Kriechen)	23
4	Mir	iaturmessverfahren	27
	4.1	Theoretische Betrachtung des Nanoindenters	27
		4.1.1 Kalibrierung des Nanoindenters	29
		4.1.2 Bestimmung der Fließspannung	38

		4.1.3	Bestimmung von Kriecheigenschaften mittels Nanoinden-	
			tation	44
	4.2	Miniat	turzugmaschine	45
		4.2.1	Aufbau der Versuchseinrichtung	45
		4.2.2	Automatische Messprozedur	51
		4.2.3	Verfahren zur Auswertung der Zugversuche	53
5	Rel	evante	Materialdaten aus der Literatur	59
6	Exp	erime	ntelle Untersuchungen	71
	6.1	Miniat	turzugversuche	71
	6.2	Nanoi	ndentermessungen	75
		6.2.1	Messungen an Lotproben	75
		6.2.2	Messungen an Vollmaterialproben intermetallischer Phasen	84
		6.2.3	Messungen an Lötverbindungen	93
7	Dis	kussior	n der Messergebnisse	99
	7.1	Fehler	quellen Nanoindenter	100
		7.1.1	Zufällige Fehler	100
		7.1.2	Systematische Fehler	104
	7.2	Fehler	quellen Zugversuche	105
		7.2.1	Zufällige Fehler	106
		7.2.2	Systematische Fehler	107
	7.3	Vergle	ich der verwendeten Messmethoden	108
8	Zus	ammei	nfassung	111
\mathbf{A}	Ma	tLab-P	rogramm zur Kalibrierung des Nanoindenters	113
В	Ma	tLab-P	rogramm zur Auswertung der Zugversuche	117
Li	terat	urverz	zeichnis	121

Abbildungsverzeichnis

2.1	Brinell Indenter: Draufsicht auf den Indent (links) und Form des	-
	Prutkorpers	5
2.2	Diamantkegel der Rockwell C Härteprüfung nach [56]	6
2.3	Vickers Indenter: Draufsicht (links) und Schnitt nach [34]	7
2.4	"Dachkante" c bei vierseitigen Pyramiden am Beispiel des Vickers-	
	Diamanten	9
2.5	Knoop Indenter: Draufsicht (links) und Schnitt nach [34]	10
2.6	Schematischer Vergleich zwischen Vickers- und Knoophärte nach	
	$[21] \ldots \ldots$	11
2.7	Berkovich Indenter: Draufsicht (links) und Schnitt nach [34]	12
3.1	Resultat eines 1D-Zugversuchs: Spannung auf Ausgangsquerschnitt	
	bezogen (durchgezogen), Spannung in realem Querschnitt (gestri-	
	chelt)	18
3.2	Beispiele von plastischen Materialgesetzen nach [42],[36]	20
3.3	Fließkurven in der Deviatorebene	22
3.4	Stufenversetzung und Quergleiten einer Versetzung nach [5]	24
3.5	Klettern von Versetzungen nach [5]	25
3.6	Schematische Kriechkurven (Dehnung (l) und Dehnungsgeschwin-	
	digkeit) bei konstanter Spannung und Temperatur	25
4.1	Schematischer Aufbau und Foto des NanoTest	28
4.2	Detailansicht von Probenhalter und Prüfspitze, Diamantspitze bei	
	500facher Vergrößerung (rechts)	29
4.3	Darstellung des Indentationsvorgangs nach [66]	30
4.4	Schematische Last-Eindringtiefen-Kurve	31
4.5	Normierte Entlastungskurven von fused silica, Stahl und Kupfer	33
4.6	Kalibriermessung an Quarzglas (Linie=Sollwert)	34
4.7	Kontrollmessung an Stahl (Linie=Mittelwert)	35
4.8	Frame compliance in Abhängigkeit der maximaler Eindringtiefe	36
4.9	Schematische Last-Eindringtiefen-Kurve mit Haltephase bei maxi-	
	maler Last	37
4.10	Plastische Zone um einen sphärischen oder zylinderförmigen Hohl-	
	raum nach $[43]$	38

4.11	Schematische Darstellung einer elastisch-plastischen Indentierung durch einen spitzen Indenter, beschrieben mit dem "expanding ca-	
	vity model"	40
4.12	Darstellung der Gleichung (4.16) (links) und die mittels Potenzge- setz gefittete Funktion (Funktionswerte deckungsgleich mit Fit)	41
4.13	Exponent m der mittels Potenzgesetz interpolierten Funktion 4.17 in Abhängigkeit von der Beiggenzehl	/1
111	Denschnung den Eließenennung mit Hilfe den plastischen Zene	41
4.14	berechnung der Fliebspahlung mit Hille der plastischen Zone	42
4.15 4.16	Abweichung des nydrostatischen Volumens vom Idealzustand Gemessene Tiefenänderung während 20 sekündigen Haltezeiten bei	43
	konstanter Last und unterschiedlichen Eindringtiefen (Material:	4.4
4.17	SnAgCu	44 46
4.18	Schematische Darstellung der Probenhalterung (links), Foto der	
	an der Zugmaschine befestigten Halterung	47
4.19	Laserextensometer P50 der Firma Fiedler Optoelektronik GmbH	
	(Bild entnommen von [94]), rechts im Verbund mit der Zugma-	. –
	schine Tytron-250	47
4.20	Miniaturzugprobe mit Markierungsstreifen für den Laserexten-	
	someter und Darstellung der gemessenen Ausgangslänge (Pro-	
	bekörper der FH Augsburg)	48
4.21	Zerrissene Probe mit Lasermarkierung (die Filzstreifen auf den	
	Halterung verbessern die Signalqualität)	48
4.22	Arbeitsprinzip des Laserextensometers mit rotierendem planparal-	
	$lelem Kubus [32] \dots \dots$	49
4.23	Schema der Signalanalyse des Laserextensometers [32]	50
4.24	Programmaufbau für Miniaturzugversuche (Bildschirmfoto von der Regelungssoftware MPT von <i>MTS</i>	52
4.25	Schematische Darstellung der Versuchsprozedur (die Beschriftun-	
	gen entsprechen den Prozessnummern aus Tabelle 4.3)	53
4.26	Spannungs-Dehnungs-Diagramm einer Miniaturzugprobe, Nahan-	
	sicht des Koordinatenursprungs verdeutlicht die notwendige Ver-	
	schiebung des Graphen (rechts)	54
4.27	Darstellung der Messwertmittlung im Bereich bis zur Hälfte der	
	maximalen Spannung	55
4.28	Vergleich von Gestalt und Auswirkungen auf das Ergebnis von	
	Polynomen erster bis vierter Ordnung für die Bestimmung des E-	
	Moduls	56
4.29	Schema zur Bestimmung der mechanischen Kennwerte mittels	
	Spannungs-Dehnungs-Diagramm (dehnungsgesteuert)	57
۳ 1		
5.1	Gemitteite Hartewerte aus Tabelle 5.1 (Fehlverhalten symbolisie- ren die Minima und Maxima der zitierten Werte)	62

5.2	Gemittelte E-Moduli aus Tabelle 5.2 bei Raumtemperatur (Fehl- verhalten symbolisieren die Minima und Maxima der zitierten Werte)	66
6.1	Durchgeführte Miniaturzugversuche	72
6.2	Beispiel verwertbarer Messergebnisse (links) und nicht auswertba- rer Messdaten	73
6.3	Vergleich der mittels Zugversuch gemessenen Materialkennwerte mit der Literatur (SnAgCu), wobei die Beschriftung der Numme- rierung in Tabelle 6.1 entspricht	74
6.4	Ursprünglich für Zugversuche vorgesehene Lotprobe im Original- zustand (links) und für die Nanoindentation präpariert.	76
6.5	Struktur verschiedener Legierungszusammensetzungen (oben: SnAg3, SnAg2Cu0,5; unten: SnAg4Cu1,2) (aus [86])	5; 77
6.6	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an dem bleifreien Lotwerkstoff SnAg2Cu0,5 (Messwerte und Mittelwert)	78
6.7	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an dem bleifreien Lotwerkstoff SnAg2Cu1,2 (Messwerte und Mittelwert)	79
6.8	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an dem bleifreien Lotwerkstoff SnAg4Cu0,5 (Messwerte und Mittelwert)	80
6.9	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an dem bleifreien Lotwerkstoff SnAg4Cu1,2 (Messwerte und Mittelwert)	81
6.10	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an dem bleifreien Lotwerkstoff SnAg3,5 (Messwerte und Mittelwert)	82
6.11	Vergleich der durch Nanoindentation und Zugversuche an Lotma- terialien ermittelten mechanischen Kennwerte	83
6.12	Vollmaterialproben der intermetallischen Phasen bleifreier SnAgCu- Lote (Durchmesser ca. 1 cm)	85
6.13	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetal- lischen Phase Ag_3Sn (Messwerte und Mittelwert)	86
6.14	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetal- lischen Phase Cu_3Sn (Messwerte und Mittelwert)	87
6.15	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetal- lischen Phase Cu_6Sn_5 (Messwerte und Mittelwert)	88
6.16	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetal- lischen Phase Ni_3Sn_4 (Messwerte und Mittelwert)	89
6.17	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetal- lischen Phase $(Cu,Ni)_3Sn$ (Messwerte und Mittelwert)	90
6.18	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetal- lischen Phase $(Cu,Ni)_6Sn_5$ (Messwerte und Mittelwert)	91
6.19	Vergleich der gemessenen Daten mit den in der Literatur gefunde- nen Werten (siehe Kapitel 5)	92
6.20	Proben für die Messung von Materialparametern unter realisti- schen Rahmenbedingungen	94

6.21	Auswertung der Nanoindentationsexperimente an einer Lötverbin-	
	dung SnAg5,5Cu1 auf angeätzter Kupferfolie, 2x Reflow + 24h	
	Alterung (175 °C)	95
6.22	Auswertung der Härtewerte einzelner Phasen innerhalb einer Lötver-	
	bindung	96
6.23	Auswertung der E-Moduli einzelner Phasen innerhalb einer Lötver-	
	bindung	96
6.24	Auswertung der Fließspannungen einzelner Phasen innerhalb einer	
	Lötverbindung	96
6.25	Vergleich der in einer Lötverbindung gemessenen Daten mit den	
	in der Literatur gefundenen Werten (siehe Kapitel 5)	97
6.26	Vergleich der gemessenen Fließspannungen der intermetallischen	
	Phasen als Vollmaterialprobe und in getesteter Lötverbindung	98
71	Relative Fehler der gemessenen Härtewerte und reduzierten F-	
1.1	Moduli in Abhängigkeit von der Eindringtiefe	102
7.2	Relativer Fehler der berechneten Fließspannungen in Abhängigkeit	102
	von der Eindringtiefe	103
7.3	Auswirkungen verschiedenen Haltezeiten bei maximaler Last auf	100
	die Entlastungskurve (v.l.n.r. 10 s. 20 s. 30 s)	104
7.4	Negative Dehnungen aufgrund der Probenmarkierungen	106

Tabellenverzeichnis

2.1	Mohs Härteskala von 1822 [56]	4
$3.1 \\ 3.2$	Homologe Temperatur 0,4 einiger Lote (Werte aus [77]) Standardisierte Temperaturbedingungen von oberflächenmontier-	23
	ten Bauteilen, sortiert nach Anwendung (entnommen aus $\left[27 \right] \right) ~.~$	24
$4.1 \\ 4.2$	Zur Kalibrierung verwendete Materialien	31
13	(aus [66])	33
4.0	(Reihenfolge angepasst an Abb. 4.24)	53
5.1	Härtewerte in der Literatur	61
5.2 5.2	Elastische Eigenschaften in der Literatur	65
0.0	in der Literatur (* Einheiten, die nicht in der Literatur angegeben	
	waren, wurden aus dem Kontext erklärt)	67
5.4	Thermische und mechanische Material parameter in der Literatur .	68
6.1	Ergebnisse der durchgeführten Messungen aus dem in Abb. 6.1 geplanten Testraster	74
6.2	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von SnAg2Cu0,5 inklusive Standardabweichung der Messwerte	78
6.3	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von SnAg2Cu1,2	
	inklusive Standardabweichung der Messwerte	79
6.4	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von SnAg4Cu0,5 inklusive Standardabweichung der Messwerte	80
6.5	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von SnAg4Cu1,2	
	inklusive Standardabweichung der Messwerte	81
6.6	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von SnAg3,5 inklusive Standardabweichung der Messwerte	82
6.7	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von Ag_3Sn in- klusive Standardabweichung der Messwerte	86

6.8	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von Cu ₃ Sn in-	
	klusive Standardabweichung der Messwerte	87
6.9	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von Cu_6Sn_5 in-	
	klusive Standardabweichung der Messwerte	88
6.10	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von Ni_3Sn_4 in-	
	klusive Standardabweichung der Messwerte	89
6.11	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von $(Cu, Ni)_3$ Sn	
	inklusive Standardabweichung der Messwerte	90
6.12	Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von $(Cu, Ni)_6 Sn_5$	
	inklusive Standardabweichung der Messwerte	91
6.13	Fließspannungen intermetallischer Phasen bleifreier Lote	93
6.14	Gemittelte Materialparameter der einzelnen intermetallischen Pha-	
	sen	96
7.1	Minimale Fehler der drei gemessenen Materialkennwerte (abhängig	
	von der Eindringtiefe)	105

${f Symbol verzeichnis}$

Pyramidenwinkel, [°]
Fehlergröße
Deformations rate, $\left[\frac{1}{s}\right]$
geometrieabhängige Konstante von Eindringkörpern, [-]
Poissonzahl, [-]
equivalent cone angle, $[^{\circ}]$
Spannung, $\left[\frac{N}{m^2}\right]$
Cauchy-Spannung, $\left[\frac{N}{m^2}\right]$
Fließspannung, [MPa]
Hauptspannung, $\left[\frac{N}{m^2}\right]$
Spannungstensor, $\left[\frac{N}{m^2}\right]$
Dehnungstensor, [-]
Tensor der Hauptspannungen, $[\frac{N}{m^2}]$
Hauptspannungsdeviator, $\left[\frac{N}{m^2}\right]$
einachsige Dehnung, [-]
Henckysche Dehnung, [-]
Fließkurve
Fläche, $[m^2]$
Seitenlänge von Berkovich-Diamant, [mm]
temperaturabhängige Koeffizienten in Kriechgesetzen

$A_{\rm proj}$	Projektion der Eindruckoberfläche, $[mm^2]$
$A_{\rm surf}$	Kontaktfläche eines Indenters, $[mm^2]$
C	contact compliance, $\left[\frac{mm}{N}\right]$
С	Dachkantenlänge bei vierseitiger Pyramide, [mm]
C_f	frame compliance, $\left[\frac{mm}{N}\right]$
C_s	specimen compliance, $\left[\frac{mm}{N}\right]$
CTE	thermischer Ausdehnungskoeffizient, $\left[\frac{\mathrm{ppm}}{\mathrm{K}}\right]$
D	Kugeldurchmesser bei Brinellhärtemessung, [mm]
d	Eindruckdurchmesser bei Härtemessung, [mm]
d^*	durch Dachkante verlängerte Pyramidendiagonale, [mm]
DAF	diamond area function
E	E-Modul, [MPa]
E_r	reduziertes E-Modul, [MPa]
f	Frequenz, [Hz]
h	Eindringtiefe bei Härtemessungen, [mm]
h_c	Kontakttiefe, [mm]
h_f	verbleibende Eindringtiefe nach dem Entlasten, [mm]
HB	Brinellhärte, $\left[\frac{\mathrm{kp}}{\mathrm{mm}^2}\right]$
HK	Knoophärte, $\left[\frac{\text{kp}}{\text{mm}^2}\right]$
HN	Nanohärte, [GPa]
HN^*	auf Kontaktfläche bezogene Nanohärte, [GPa]
HRB	Rockwellhärte B, [HRB]
HRC	Rockwellhärte C, [HRC]
HV	Vickershärte, $\left[\frac{\text{kp}}{\text{mm}^2}\right]$
$K_{\rm IC}$	Bruchzähigkeit, [MPa \sqrt{m}]
l	Querschnittslänge von Berkovich-Diamant, [mm]

P	Last bei Härtemessungen, [kp bzw. N]
Q_i	Aktivierungsenergie, $\left[\frac{J}{mol}\right]$
R	universelle Gaskonstante, $\left[\frac{J}{\text{mol}\cdot K}\right]$
R_F	Vergleichsspannung, $\left[\frac{N}{m^2}\right]$
R_m	Zugfestigkeit, [MPa]
S	Steifigkeit von Material und Indenter, $[\frac{\rm N}{\rm mm}]$
Т	Temperatur, [K bzw. °C
T_s	Schmelztemperatur, [K bzw. °C]
T_{hom}	homologe Temperatur, [-]
v	Zuggeschwindigkeit beim einachsigen Zugversuch, $\left[\frac{mm}{s}\right]$

Kapitel 1 Einleitung

Besonders in den letzten 20 Jahren sind im Bereich der Mikroelektronik enorme Fortschritte gemacht worden. Dies ist insbesondere auf den immer höher werdenden Grad der Miniaturisierung und der damit verbunden höheren Integrationsdichten zurückzuführen. Schaltkreise, die in den 50er Jahren noch große Räume gefüllt haben, passen heute in münzgroße Mikrochips. Die für die Schaltungen verwendeten Materialen wurden der steigenden Belastung (thermisch und mechanisch) schrittweise angepasst, aber gerade für die Verbindung der Bauelemente auf dem zugehörigen Träger wird seit Jahren das selbe Material verwendet. Die Rede ist vom eutektischen Zinn-Blei-Lot SnPb37Gew%, welches hinreichend untersucht wurde und dessen Materialparameter bekannt sind.

Im Rahmen der Umweltpolitik der Europäischen Union wurden in den letzten Jahren mehrere Gesetze verabschiedet (RoHS - Restriction of Hazardous Substances 2002/95/EC [30], WEEE - Waste Electrical and Electronic Equipment 2002/96/EG [31] und ElektroG [24]), welche die Verwendung von Blei in Lotwerkstoffen der zivilen Nutzung ab dem 01.07.2006 im gesamten EU-Raum verbieten. Damit soll das giftige Metall Blei so weit wie möglich aus dem weltweit noch unzureichend recycelten Elektronikschrott entfernt werden. Die Aufgabe besteht nun in der Identifizierung eines oder mehrerer neuartiger Lotmaterialien, die sowohl den verschärften Umweltschutzbestimmungen als auch den gestiegenen Ansprüchen der immer komplexer werdenden elektronischen Bauteilen genügen. So soll einerseits die Verarbeitungstemperatur in Bereichen bleiben, die für die Leiterplatte (organischer Träger FR4 max. 250-270 °C) und elektronischen Bauteile unbedenklich sind, andererseits soll die Lebensdauer der Lötverbindungen nicht niedriger sein als bei bleihaltigen Loten. Neben diesen notwendigen mechanischen Eigenschaften spielen natürlich auch chemische (Korrosivität) und elektrische (Leitfähigkeit) Eigenschaften eine herausragende Rolle bei der Suche nach einem neuen Lotwerkstoff. Die zur Zeit favorisierten Materialien sind das ternäre Lot SnAgCu und die binäre Verbindung SnAg in variierenden Zusammensetzungen um den eutektischen Punkt.

Um erste Aussagen über das Materialverhalten machen zu können, benötigt

man unter anderem die Spannungs-Dehnungskurve bei verschiedenen Temperaturen und die Härte der einzelnen im Verbund Bauteil-Leiterplatte vorkommenden Materialien. Schon beim bleihaltigen Lot wurde die Abhängigkeit einiger (nichtlinearer) mechanischer Materialparameter von der Probengröße erkannt ([88]). Damit können zwar als erste Näherung die Ergebnisse aus Messungen am sog. bulk-Material (nur ein Material, makroskopische Probengröße) verwendet werden, aber für Anwendungen, deren Anforderungsprofil im Grenzbereich der Dauerfestigkeit des Materials liegt, ist eine anwendungsorientierte (mikroskopische) Messung nötig. Durch die hohe Schaltkreisdichte sind die zu messenden Probenmengen in den Mikrometerbereich gerückt. Daher müssen für das neue Lot Messgeräte im Bereich der Bestimmung mechanischer Materialkennwerte eingesetzt werden, die der Miniaturisierung angepassten wurden.

Ziel dieser Arbeit soll es sein, Messverfahren auf ihre Anwendbarkeit in Verbindung mit Miniaturproben zu untersuchen und Auswerteverfahren zu entwickeln, die die Bestimmung von mechanischen Kenndaten der neuen Lotwerkstoffe ermöglichen. Dafür wird ein Indentierungsverfahren in Form des Nanoindenters verwendet, sowie eine Miniaturzugvorrichtung. Der Einfluss der Härtemessmethoden auf die industrielle Entwicklung von Werkstoffen wird in einer kurzen historischen Zusammenstellung erläutert. Des weiteren wird die gängige Bestimmung von Härte und E-Modul mittels Eindringversuch beschrieben. Darüber hinaus wird eine neue Methode zur Berechnung der Fließspannung im Rahmen der Härteprüfung mit einem Nanoindenter vorgestellt. Die zuvor durchgeführten Zugversuche werden hauptsächlich zu Vergleichszwecken für die Ergebnisse des Nanoindenters verwendet. Um die Güte der gemessenen Daten zu klären, werden die experimentellen Ergebnisse anderer Autoren tabellarisch aufgelistet und zu Vergleichszwecken verwendet. Abschließend soll die Aussagekraft der gemessenen Materialparameter annhand theoretischer und auf Erfahrungswerten basierender Fehlerbetrachtung erfolgen.

Kapitel 2 Härteprüfverfahren

Im Laufe des letzten Jahrhunderts sind eine Vielzahl von Verfahren entstanden, um die Eigenschaften und das Verhalten von Materialien in bestimmten anwendungsbezogenen Situationen zu beschreiben. Damit ist man von der Verwendung einzelner Werkstoffe durch Erfahrung und Probieren zur zielgerichteten Entwicklung von Materialien gelangt. Eine der ältesten Methoden der mechanischen Werkstoffprüfung ist die Bestimmung der Härte durch das Eindringen eines härteren Körpers in einen weicheren. Der dabei gemessene Widerstand gegen das Eindringen bestimmt nach Martens (siehe [20]) die "technische Härte" des Materials. Dabei muss festgestellt werden, dass es für die Härte keinen absoluten Wert gibt. Die gemessene Größe hängt immer stark von der Messmethode, dem zu vermessenden Prüfkörper (Oberflächenbeschaffenheit, Vorgeschichte u.ä.) und äußeren Einflüssen ab.

Der aus den verschiedenen Verfahren bestimmte Wert stellt auch heute noch einen wichtigen Kennwert zur Beurteilung, vor allem metallischer Werkstoffe, dar. Die Härteprüfung ist trotz moderner Messverfahren (z.B. Röntgendiffraktometrie o.ä.) auch aktuell noch weit verbreitet, da sie bei ausreichend großen Bauteilen vor Ort durchgeführt werden kann (tragbare Geräte können magnetisch oder mechanisch auf dem Prüfstück befestigt werden). Durch die sehr kleinen Eindrücke der Prüfkörper ist diese Messmethode im Prinzip zerstörungsfrei und das geprüfte Bauteil kann danach weiter verwendet werden. Bei kleineren Proben ist die Wiederverwendung durch den Eindruck und die entstandenen Risse natürlich ausgeschlossen. Um die Entwicklung der modernen Härtemessverfahren nachvollziehen zu können, soll im Folgenden ein kurzer historischer Abriss vergangener und aktueller Methoden zur Härtebestimmung gegeben werden.

2.1 Historische Entwicklung der Härteprüfung

In der Tat haben Menschen in vorgeschichtlicher Zeit bereits primitive Methoden der Härtebestimmung gekannt. Durch das Aneinanderreiben und -ritzen zweier

Härtewert	repräsentatives Material
1	Talk
2	Gips
3	Calcit
4	Flussspat
5	Apatit
6	Feldspat
7	Quarz
8	Topas
9	Korund
10	Diamant

Tabelle 2.1: Mohs Härteskala von 1822 [56]

Steine konnten sie den härteren der beiden ermitteln. Dieses Prinzip verwendete auch Mohs im Jahre 1822, um die nach ihm benannte Härteskala zu erstellen (Tab. 2.1). Die Einteilung und die Wahl der Referenzmaterialien erfolgte willkürlich, d.h. die Abstände der Härtewerte in der Mohs-Skala sind nicht regelmäßig. Erst ca. ein Jahrhundert später wurden die sog. statischen Eindringhärtemessverfahren entwickelt. Hierbei wurden nicht, wie bisher üblich, beliebige Materialien (z.B. Gips ritzt Talk etc.) zur Härtebestimmung verwendet, sondern speziell entwickelte Prüfkörper bestimmten das Verfahren. Zum Beginn des 20. Jahrhunderts entstanden eine Vielzahl solcher Messmethoden, bei der ein sehr harter Eindringkörper aus gehärtetem Stahl oder später aus Diamant unter statischer Last in das zu prüfende Material gedrückt wird. Es gibt Verfahren, die wegen ihrer willkürlich erstellten Härteskala (z.B. Rockwell, siehe auch Kapitel 2.1.2) nur durch Tabellen mit anderen Härteprüfverfahren verglichen werden können. Andere Messverfahren können bei Einhaltung vorgeschriebener Rahmenbedingungen durch später in diesem Kapitel beschriebene Formeln ineinander ungerechnet werden.

2.1.1 Brinellhärte

Zum Beginn des 20. Jahrhunderts wurde die Entwicklung und Anwendung industrieller Härtemessmethoden stark vorangetrieben. 1900 präsentierte J.A. Brinell auf der Pariser Weltausstellung ein neues Prüfverfahren zur Bestimmung der Härte mittels eines kugelförmigen Eindringkörpers. Für die nächsten 20 Jahre sollte dieses Verfahren der wichtigste Test für metallische Werkstoffe werden. Der wichtigste Grund für die Wahl des sphärischen Eindringkörpers waren wohl zerstörungsarmen Resultate des Versuchs. Im Gegensatz zu einem spitzen Indenter treten keine Risse durch das Eindringen der Kugel in das Material auf. Zusätzlich existierte zu einem runden Indenter ein analytischer Hintergrund. H.



Abbildung 2.1: Brinell Indenter: Draufsicht auf den Indent (links) und Form des Prüfkörpers

Hertz entwickelte 1880 die nach ihm benannte Kontakttheorie zwischen zwei Kugeln, aus der man unter Verwendung eines unendlichen Radiuses einer der Kugeln die Theorie des Kugelkontakts mit einem unendlichen Halbraum ableiten kann (siehe [46]).

Brinell verwendete eine gehärtete Stahlkugel mit einem Durchmesser von 10 mm, die mit einer Last von 3000 kg für 30 s belastet wurde. Bei weichen Materialien wurde diese Last auf 500 kg reduziert, damit die Eindrücke nicht zu tief wurden. Der Durchmesser des entstandenen verbleibenden Eindrucks wird vermessen und die daraus berechnete Eindruckfläche mit der Kraft in Relation gesetzt. Daraus ergibt sich mit folgender Formel die Brinellhärte:

$$HB = \frac{P}{A} = \frac{P}{\frac{\pi D}{2}(D - \sqrt{D^2 - d^2})} = \frac{P}{\pi Dh_0},$$
(2.1)

mit der Kraft P in der (veralteten) Einheit kp (Kilopond;1 kp ≈ 10 N), dem Kugeldurchmesser D in mm, dem Eindruckdurchmesser d in mm und der Eindringtiefe h_0 in mm. Der Durchmesser des Eindrucks d sollte in zwei orthogonal zueinander stehende Richtungen d_1 und d_2 mit einer Genauigkeit von 1/100 mm gemessen werden, um diese dann zu mitteln (siehe Abb. 2.1). Das Verhältnis von Prüfkraft und resultierender Eindruckoberfläche ist bei diesem Verfahren nur dann für ein Material konstant, wenn das Verhältnis von Kraft zu Kugeldurchmesser multipliziert mit der Eindringtiefe gleich bleibt. Es besteht bei diesem Verfahren demnach eine Restriktion für alle variablen Versuchsparameter, wodurch das Brinellverfahren sehr unhandlich und anfällig für Messfehler ist. Stahlkugeln als Eindringkörper können nur bis zu einer Brinellhärte von HB = 400 verwendet werden. Danach wirkt sich die Verformung der Kugel auf das Ergebnis aus. Durch die abgeflachte Kugel werden bei gleichbleibender Kraft größere Eindrücke erzeugt, als dies bei unverformter Kugel der Fall sein würde. Mit Gleichung 2.1 resultiert daraus eine unterschätzte Härte.

Schon in der Anfangszeit der industriellen Härtemesstechnik wurden die Auswirkungen unterschiedlicher Oberflächenprofile auf die Härte festgestellt. Das sog. "sink in-" (einsinken des Randes) und "pile up-"Phänomen (Wulstbildung um den Rand) wurden durch Brinell näher untersucht (siehe [56]), da die Oberflächenform Auswirkungen auf die gemessene Härte hat.

Die Entwicklung des Härtemessverfahrens nach Brinell führte dazu, dass die Bestimmung der Härte zu einem Werkzeug der Materialforschung und durch automatische Härtetestmaschinen auch zu einem Maß der Qualitätskontrolle in der industriellen Produktion wurde.

2.1.2 Rockwellhärte

Während der Zeit um den Ersten Weltkrieg wurden praktisch alle Härtemessungen nach dem Verfahren von Brinell durchgeführt. Besonders in der Phase 1910-1920 entwickelte sich die Massenproduktion in den USA (hauptsächlich in der Fahrzeugindustrie) derart, dass immer mehr Härtetests zur Sicherung der Qualität erforderlich wurden. Dem konnten die Prüflabore nicht nachkommen, da der Brinelltest sehr langsam war und außerdem zu große Eindrücke hinterließ, als dass man ihn an fertigen Produktionserzeugnissen durchführen konnte. Zusätzlich konnte der Test nicht an gehärtetem Stahl durchgeführt werden.

Daraufhin entwickelte der Metallurge S.P. Rockwell den nach ihm benannten Härtetester. Zusammen mit dem Maschinenhersteller C. H. Wilson wurden seine Ideen 1920 ergänzt und verbessert, so dass eine Testvorrichtung entstand, die sowohl im Labor, als auch in Fabriken verwendet werden konnte. Um jegliche Art von Material testen zu können (weich bis sehr hart) wurden verschiedene Prüfspitzen entwickelt, die wiederum mit verschiedenen Kräften belastet werden. Demzufolge gibt es nicht eine Rockwellhärte, sondern Härten verschiedener Kategorien. Die bekanntesten sind die Rockwell C Härte (HRC) bei der für harte Materialien ein Diamantkonus mit abgerundeter Spitze verwendet wird (siehe Abb. 2.2) und die Rockwell B Härte (HRB) für weiche Materialien mit einer Stahlkugel von 1/16 inch = 1,59 mm Durchmesser als Prüfkörper.

Die wichtigste Neuerung aller Rockwellmethoden gegenüber den bisher verwendeten Verfahren stellt die Belastung durch eine geringe "Vorkraft" dar. Es wird eine Federkraft von 10 kp auf die Probe aufgebracht, bevor das eigentliche Prüfgewicht von zusätzlich 90 kg (HRB) bzw. 140 kg (HRC) auf das Materi-



Abbildung 2.2: Diamantkegel der Rockwell C Härteprüfung nach [56]

al drückt. Damit ist eine aufwändige Oberflächenpräparation nicht notwendig, da die Härte aus der Differenz zwischen Vorkraft und Hauptprüfkraft resultiert. Die Probe wird nun soweit entlastet, dass die Vorkraft verbleibt und die Härte an einer fest installierten Skala an der Maschine abgelesen werden kann, wobei große Härtewerte kleinen Eindringtiefen entsprechen. Die Einteilung der Härteskala ist willkürlich festgelegt worden. Jeweils 0,002 mm Eindringtiefe entsprechen einer Rockwellhärteeinheit. Der Wertebereich schwankt aber zwischen den einzelnen Verfahren (HRB: 0-130; HBC: 0-100). Die Grundformel der Härte, das Verhältnis aus Kraft zu Eindruckoberfläche, wird bei diesem Verfahren somit nicht verwendet. Die Eindringtiefe wird wie folgt berechnet:

 $h(HRB) = (130 - x) \cdot 0,002, \tag{2.2}$

 $h(HRC) = (100 - x) \cdot 0,002, \tag{2.3}$

wobei h der entsprechenden Indenttiefe nach Entlastung der Hauptprüfkraft und x dem an der Maschine abgelesenen Härtewert entspricht. Bei Geräten mit Mikrometerskalierung müssen demnach die inversen Gleichungen verwendet werden, um die Härte zu berechnen.

Die willkürliche Festlegung der Härteskala erklärt die Schwierigkeiten der Umrechnung in andere Skalen. Tabellen wie sie z.B. bei V.E. Lysaght [56] angegeben sind, ermöglichen den Vergleich der verschiedenen Rockwellskalen untereinander und mit anderen Messmethoden.

2.1.3 Vickers- und Knoophärte

Im Jahre 1925 wurde ein neues Härtemessverfahren von Smith u. Sandland entwickelt (siehe z.B. [76]) und nach der britischen Rüstungsfirma Vickers benannt. Eine konstante Prüfkraft drückt eine regelmäßige, vierseitige Diamantpyramide (siehe Abb. 2.3) senkrecht in den Prüfkörper, deren bleibender Eindruck nach dem Abheben ermittelt wird. Man definiert die zu diesem Verfahren zugehörige



Abbildung 2.3: Vickers Indenter: Draufsicht (links) und Schnitt nach [34]

Härte HV aus:

$$HV = \frac{P}{A(d)},\tag{2.4}$$

wobei zu beachten ist, dass auch diese Prüfkraft P der Norm gemäß in der veralteten Einheit kp anzugeben ist. Die permanente Eindruckoberfläche A in mm² wird durch optische Vermessung der Eindruckdiagonale d und aus der Form der Pyramide gewonnen. Es gilt:

$$A(d) = \frac{d^2}{2\sin(68^\circ)},$$
(2.5)

mit dem Mittelwert der beiden Eindruckdiagonalen $d = \frac{d_1+d_2}{2}$ und dem halben Spitzenwinkel zwischen den gegenüberliegenden Flächen als Geometriedaten (vergleiche Abb. 2.3).

Erstmals wird mit dieser Härteprüfmethode die geometrische Selbstähnlichkeit eines Indenters genutzt. Eine Figur kann als selbstähnlich bezeichnet werden, wenn Teile der Figur kleine Kopien der gesamten Figur sind (Definition entstammt der Mathematik der Fraktale). Bei einer Variation der Eindringtiefe ändern sich proportional dazu die Diagonalen des Eindrucks. Daraus folgt mit Gleichung (2.5), dass sich die Fläche des Eindrucks mit dem Quadrat der Tiefe des Eindrucks ändert:

$$A \sim h^2. \tag{2.6}$$

Anhand des Kick'schen Ähnlichkeitsgesetzes (siehe [22]):

$$P \sim d^2 \sim h^2 \tag{2.7}$$

wird ersichtlich, dass die aufgebrachte Last ebenfalls quadratisch mit steigender Eindruckdiagonale wächst. Somit kann aus der Definition der Vickershärte (Gleichung (2.4)) geschlussfolgert werden, dass diese nicht von der Tiefe abhängt. Dadurch sind keine genormten Prüfbedingungen erforderlich, die das Prüfen von Materialien mit stark unterschiedlichen Härten verhindern.

Die in der Herleitung von Gleichung (2.4) getroffenen Annahmen sind für den Fall großer Verformungen getroffen worden (Prüfkraft ab 1000 p \approx 10 N). Immer kleinere Prüfkörper oder dünnere Beschichtungen verlagerten einen Teil der Härtemessungen in sehr niedrige Kraftbereiche (max. 1 N). Für diesen Zweig der Materialprüfung wurde der Begriff "Mikrohärte" geprägt. Versuchsaufbau und Berechnung der Mikrovickershärte sind identisch mit dem Makrobereich, aber der Einfluss nicht idealer Versuchsbedingungen sind hier weitaus gravierender. Schon mit der Herstellung des Mikrovickersdiamanten werden Fehler gemacht, die massive Auswirkungen auf das Messergebnis haben. Bei einer quadratischen Grundfläche der Pyramide kann eine produktionsbedingte "Dachkante" c existieren (Abb. 2.4), deren maximale Größe im Makrobereich 2 µm nicht überschritten



Abbildung 2.4: "Dachkante" c bei vierseitigen Pyramiden am Beispiel des Vickers-Diamanten

werden darf. Im Mikrobereich gibt es keine Norm, die eine maximale Länge der "Dachkante" definiert. Damit muss im ungünstigsten Fall mit einer dem Makrobereich entsprechenden Länge von c gerechnet werden. Eine bedingungslose Reduzierung der Eindringtiefe ist damit nicht möglich, da schon bei einer idealen Eindruckdiagonale d von 4 µm die Verlängerung einer Seitenkante um diese Toleranz (b + c in Abb. 2.4) zu einer um ca. 40% längeren Diagonale führt, was durch folgende kurze Rechnung gezeigt wird:

Die Seitenkanten b des Eindrucks mit $d = 4 \,\mu\text{m}$ Diagonalenlänge eines idealen Vickersdiamanten errechnet sich zu:

$$b = \sqrt{0.5} \, d^2 = 2,828 \,\mu\mathrm{m}.\tag{2.8}$$

Eine der beiden Seiten b wird um die Dachkantenlänge von 2 µm verlängert und damit eine neue Diagonale berechnet.

$$d^* = \sqrt{b^2 + (b + 2\,\mu\text{m})^2} = 5,59\,\mu\text{m}$$
(2.9)

$$d^* = d + 39,5\% \cdot d \tag{2.10}$$

Diese wird wieder auf eine quadratische Grundfläche mit Gleichung (2.5) zurückgerechnet, was zu einem Fehler des Härtewertes von $\Delta HV/HV = 25\%$ führt ([20]). Die maximale "Dachkante", sowie andere für die Kalibrierung und Messung notwendige Rahmenbedingungen, sind in ISO-Normen festgelegt worden (ISO 6507, ISO 146, ISO 640; entnommen aus [87]).

Parallel zur Reduzierung der Prüfkraft wird natürlich auch die Eindruckgröße sehr klein. Damit muss beachtet werden, dass nicht immer von homogenem isotropen Materialverhalten ausgegangen werden kann. Die Platzierung eines Indents in einem einzelnen Korn resultiert in der Ermittlung der Kristallhärte dieses materiellen Teilbereichs des Prüfkörpers. Daher wurde unter anderem von Tertsch [82] die Trennung von "Kristallhärte" und "Gefügehärte" gefordert. Auch äußere Einflüsse (z.B. Stöße und Erschütterungen) gehen verstärkt in das Ergebnis ein (nach Bückle [3] bis zu 65%). Neben den Fehlerquellen durch das eigentliche Messverfahren muss auch die optische Bestimmung der Eindruckoberfläche als Fehlerquelle erwähnt werden. Durch die Größe der bleibenden Eindrücke muss diese Auswertung im Lichtmikroskop erfolgen, so dass nicht nur Fehler durch den Experimentator, sondern auch optische Fehler (Auflösungsvermögen, Linsenfehler und ungenaue Mikrometerteilung) auftreten.

Sämtliche hier getroffenen Aussagen zur Beeinflussung der Vickershärte treffen auch auf das 1939 von Knoop, Peters und Emerson entwickelte Knoop-Verfahren zu. Der Prüfstempel hat ebenfalls eine pyramidenförmige Spitze, jedoch mit rhombischer Grundfläche (siehe Abb. 2.5).



Abbildung 2.5: Knoop Indenter: Draufsicht (links) und Schnitt nach [34]

Diese Form hat eine 2,8fach größere Diagonale bei ca. 35% geringerer Eindringtiefe als die Vickerspyramide. Damit können Indente mit geringeren Tiefen genauer vermessen werden. Nach dem Entfernen des Eindringkörpers wird wie beim Vickers-Verfahren die in diesem Fall längere der beiden Diagonalen des verbleibenden Eindrucks ausgemessen. Daraus wird allerdings die Projektion der Eindruckoberfläche bestimmt:

$$A_{\rm proj} = 2h^2 \tan \alpha_1 \tan \alpha_2, \tag{2.11}$$

mit den halben Spitzenwinkeln $\alpha_1 = 86, 25^{\circ}$ und $\alpha_2 = 65^{\circ}$ und der Eindringtiefe h (siehe Abb. 2.5). Damit wird die Knoophärte mit folgender Gleichung berechnet:

$$HK = \frac{P}{A_{\rm proj}}.$$
(2.12)

Ein Vergleich zwischen Vickers- und Knoophärte kann zum einen bei gleicher Eindringtiefe, zum anderen bei gleicher Prüflast erfolgen. Die im Folgenden dargestellten Umrechnungen wurden im Rahmen einer Ringuntersuchung in den Jahren 1965 bis 1969 von deutschen Industriewerken und wissenschaftlichen Instituten durchgeführt (siehe z.B. [21]). Die Zahlen an den Härten geben die Prüfkraft in Kilopond an.

$$\begin{array}{ccc} HV_{0,2} \leftrightarrow & HK_{0,5} \\ HV_{0,3} \leftrightarrow & HK_{1,0} \end{array} \right\} \text{ ungefähr gleiche Eindringtiefe}$$
 (2.13)

$$HV_{0,3} \leftrightarrow HK_{0,3}$$
 } gleiche Prüfkraft (2.14)

Alle drei genannten Kombinationen ergaben qualitativ das gleiche Ergebnis (siehe Abb. 2.6), wobei der untere Schnittpunkt mit der Diagonalen bei ca. 100 kp/mm² und der obere ca. zwischen 700 und 800 kp/mm² liegt. Für einen einfachen linearen Zusammenhang ist die Krümmung der Kurve zu stark, so dass D. Dengel [20] folgende Funktion vorschlägt:

$$H_1 = a \cdot (H_2)^b \qquad \text{mit } H_{1,2} = HV \text{ oder } HK, (2.15)$$

mit den für jede Umrechnung anzupassenden Konstanten a und b.



Abbildung 2.6: Schematischer Vergleich zwischen Vickers- und Knoophärte nach [21]

2.1.4 Nanohärte (Berkovich)

Im Laufe der Jahre wurden die bisher beschriebenen Prüfverfahren ständig weiterentwickelt, um in immer kleineren Gebieten die Härte zu bestimmen. Aufgrund der vierseitigen Form der spitzen Indenter überwiegt ab einer bestimmten Eindringtiefe der fertigungsbedingte Messfehler (siehe Auswirkung der "Dachkante" im vorangegangenen Kapitel). Daher schlug 1951 E.S. Berkovich eine dreiseitige Pyramidenform mit dem gleichem Verhältnis zwischen Eindringtiefe und projizierter Fläche (zukünftig immer mit A_{proj} bezeichnete) des permanenten Eindrucks vor. Durch die spezielle Form ist es nicht möglich, eine "Dachkante" wie beim Vickersindenter zu erzeugen. Der einzige indenterbezogene systematische Fehler bei der Härtemessung stellt die Abrundung der Spitze dar. Abb. 2.7 zeigt die ideale Geometrie des Berkovich-Indenters. Die Nanohärte HN wird wie beim Knoop-Indenter mittels A_{proj} bestimmt:

$$HN = \frac{P}{A_{\rm proj}}.$$
(2.16)



Abbildung 2.7: Berkovich Indenter: Draufsicht (links) und Schnitt nach [34]

Mit dieser Entwicklung war es möglich geworden, Eindrücke mit Tiefen bis ca. 200 Nanometer anzufertigen. Die Auswertung der Eindruckoberfläche kann bei diesen Größenordnungen nicht mehr durch lichtmikroskopische Auswertung erfolgen. Es ist zwar möglich die Eindrücke mittels Elektronenmikroskopie zu vermessen, aber diese Methode ist sehr umständlich und teuer. Erst durch die kontinuierliche Aufzeichnung der Tiefe des Indenters und der darauf wirkenden Kraft (engl.: depth-sensing indentation technique) konnte der nichtideale Zusammenhang zwischen Eindringtiefe und Fläche eines Indents zu jedem Prüfkörper individuell ermittelt werden. Durch Kalibriermessungen an einem Material mit bekannter Härte kann die Fläche des Eindrucks als Funktion der Tiefe interpoliert werden. Die ideale Flächenfunktion (sog. **D**iamond **A**rea **F**unction, DAF) kann aus der Geometrie des Berkovich-Diamanten berechnet werden:

$$A_{\text{proj}} = \frac{al}{2} = \frac{\sqrt{3}}{4}a^2$$

mit

$$a = 2\sqrt{3}\tan(65, 3^{\circ})h,$$

$$A_{\text{proj}} = (3\sqrt{3}\tan^2(65, 3^{\circ}))h^2 = 24, 56 \cdot h^2.$$
(2.17)

Um die Abweichung der realen DAF von der idealen zu beschreiben hat sich ein einfacher Polynomansatz höherer Ordnung etabliert (siehe z.B. [66] oder [41]). Die Bestimmung der DAF des in dieser Arbeit verwendeten Nanoindenters wird in Kap. 4.1.1 beschrieben.

Da gegenwärtig sowohl die Nanoindentation für sehr feine Strukturen, als auch die Vickershärtemessung im Mikro-, Kleinlast- und Makrobereich verwendet werden, sollten beide Werte miteinander vergleichbar sein. Vorteilhaft ist an dieser Stelle die Übereinstimmung der projizierten Oberflächen in Abhängigkeit zur Eindringtiefe zwischen beiden Verfahren. Man kann also eine modifizierte Nanohärte bezüglich der gesamten Kontaktfläche einführen:

$$HN^{*} = \frac{P}{A_{\text{surf}}}$$

$$A_{\text{surf}} = 3\frac{ab}{2} = 3\frac{a^{2}}{4\sqrt{3}\sin(65,3^{\circ})}$$

$$= \left(3\frac{\sqrt{3}\tan^{2}(65,3^{\circ})}{\sin(65,3^{\circ})}\right)h^{2} = 27,05h^{2}.$$
(2.18)

Dieser Wert entspricht der Vickershärte (in SI-Einheiten), womit durch den Vergleich zwischen Gleichung (2.16) mit (2.17) und (2.18) zu erkennen ist, dass ein konstanter Faktor den Vergleich zwischen Nanohärte und Vickershärte ermöglicht:

$$9,81\frac{N}{kp}HV = \frac{24,56}{27,05}HN = 0,908\,HN,\tag{2.19}$$

wobei die Umrechnung von Kilopond in Newton schon integriert wurde.

Durch die kontinuierliche Aufzeichnung der Eindringtiefe und der dafür benötigten Last konnten weitere Materialparameter bestimmt werden. Die Arbeit von Oliver und Pharr [66] beschreibt die Bestimmung des reduzierten E-Moduls E_r mittels der Entlastungskurve. Des weiteren ist es möglich Härteänderungen im Material, wie sie z.B. durch dünne Beschichtungen auftreten (siehe auch [85]), zu erkennen. Dabei wird eine Änderung des Anstiegs der Belastungskurve beobachtet. Mit Messverfahren, die nur das Resultat des Eindrucks für die Auswertung betrachten, kann dieses Detail nicht erfasst werden.

2.2 Randbedingungen zur Vermeidung systematischer Messfehler

Im Folgenden sollen die Einflussgrößen auf das Ergebnis einer Mikro- und insbesondere einer Nanohärtemessung dargestellt werden, deren Auswirkungen durch den Experimentator aktiv beeinflussbar sind. Meist spielen diese Parameter bei Versuchen im Makrobereich keine oder eine nur untergeordnete Rolle, gewinnen aber bei Reduktion der Prüfkraft verstärkt an Einfluss. Die nachfolgenden Faktoren sollen nun näher betrachtet werden:

- (a) die Präparation der Probenoberfläche ist von bedeutendem Einfluss
- (b) Indentationen im Bereich der Korngrößen resultieren in "inhomogenen" Materialwerten
- (c) Einkristalle sind nicht isotrop

(d) die Härtemessversuche stellen oft eine dynamische Umsetzung einer statischen Theorie dar

Zu (a): In den gesamten Theorien der Härteprüfung geht man von einer ideal glatten Oberfläche aus, die außerdem dieselbe Materialcharakteristik wie die tieferliegenden Bereiche der Probe besitzt. Sowohl experimentelle Untersuchungen, als auch theoretische Überlegungen (siehe [81]) haben für *makroskopische* Messungen eine *Unabhängigkeit* der Härte von der Rauhigkeit der Oberfläche gezeigt. Die im Verhältnis zum Eindringkörper um Größenordnungen kleineren Unebenheiten der Probenoberfläche bewirken keine Änderung der Eindringtiefe. Ändert sich, wie im Falle der Nanoindentation, das Verhältnis der Größe des Diamants zur Unebenheit auf Eins (beides gleich groß), sind die Auswirkungen der nicht mehr planen Oberfläche leicht ersichtlich. Durch sorgfältige Präparation der Probe kann dieser Einfluss minimiert werden.

Einen weiteren Aspekt der Oberflächenbehandlung wurde von M. Braunovic [7] untersucht. Dieser fand einen Zusammenhang zwischen der gemessenen Härte und der Intensität des Schleifvorgangs mit dem die Probe bearbeitet wurde. Durch die Schleifkörner wird die Oberfläche kaltverfestigt (engl.: work hardening). Dieser Effekt ist umso größer, je gröber die Schleifscheibe ist. Idealerweise sollte die Präparation mit einem elektrolytischen Poliervorgang enden, wobei das Anätzen der Oberfläche in einer ähnlich geringen Verfestigungen resultiert. Die Auswirkungen der Verfestigung sind nur dicht an der Oberfläche messbar, dem Messbereich von Härtemessverfahren im Mikrometerbereich.

Zu(b)+(c): Bei Härtemessungen geht man davon aus, dass die an verschiedenen Stellen gemessenen Materialparameter die gesamte Probe repräsentieren, d.h. man geht von einem homogenen Gefüge aus. Mit Hilfe der Mikro- und Nanoindentation können sehr kleine Bereiche vermessen werden, die unter Umständen kleiner als die Korngrößen im Material sind. Es wird demnach nicht die Härte des Gefüges gemessen, sondern einzelner Körner (daher forderte H. Tertsch [82] die Trennung von "Kristallhärte" und "Gefügehärte"). Erst durch vielfache Messungen und Mittelung der Resultate durch geeignete Homogenisierungsverfahren kann die Gefügehärte bestimmt werden. Erschwerend kommt hinzu, dass die wenigsten Kristalle isotrop sind, wodurch zusätzliche Schwankungen in den Messwerten zu erwarten sind.

Zu (d): Wie im vorangegangenen Kapitel gezeigt wurde, entstanden die Methoden der Härtemessung aus statischen Versuchen. Eine Probe wurde mit einem wohldefinierten Gewicht belastet und der resultierende Eindruck vermessen. Moderne Prüfgeräte verwenden kaum noch Gewichte für die Kraftaufbringung, sondern realisieren dies mittels Hydraulik oder elektronischer Messtechnik. Hierbei kann die Belastungs- und Entlastungsgeschwindigkeit gesteuert werden. Um den Messvorgang zu beschleunigen, wird häufig die Geschwindigkeit erhöht. Damit wird nicht wie beabsichtigt die statische Härte gemessen, sondern eine dynamische, die nicht mit anderen Werten vergleichbar ist. Besonders schwierig ist die möglichst langsame Belastung im Millinewton-Bereich, da die Stabilität der Kraft durch messtechnische Schwankungen begrenzt ist. Hier muss ein geeigneter Mittelweg zwischen quasistatischer Belastung und Messgenauigkeit gefunden werden. Außerdem erschwert bei sehr duktilen Materialien die Kriechdeformation die Bestimmung der statischen Härte.

Zusätzlich können unbeabsichtigte dynamische Einflüsse das Ergebnis beeinflussen, so stellte z.B. Bückle (aus [22]) eine Verfälschung der Mikrohärteergebnisse um bis zu 65% durch die Wechselstromschwingungen einer Mikroskoplampe fest. D.h. Vibrationen jeglicher Art sollten unbedingt von der Versuchsanordnung ferngehalten werden.

In ihrer Arbeit stellen Samuels und Mulhearn [74] die Auswirkungen von finiten Probenabmessungen dar. Sie führten dabei Experimente im Makrobereich durch, um die Gestalt der plastischen Zone (siehe auch [46] und 4.1.2 in dieser Arbeit) unter dem Eindruck zu untersuchen. Dabei stellten sie eine Abweichung der Form dieser Zone im Vergleich zur semiinfiniten Probe fest, falls bestimmte geometrische Bedingungen nicht erfüllt wurden:

•	minimaler Abstand zwischen den Eindrücken:	$2,7 d_i$
•	minimaler Abstand zum Rand der Probe:	$1,8 d_i$
•	minimale Probendicke:	$2,5 d_i$

Ausschlaggebend für die Größe der plastischen Zone ist der Durchmesser des Eindrucks d_i . Das Unterschreiten dieser Grenzen kann in der Verfälschung der Härtewerte, durch die Interaktion mehrere plastischer Zonen untereinander oder mit dem Rand der Probe resultieren.
Kapitel 3 Deformation von Metallen

Bei der Indentation einer Probe laufen im Inneren des Materials verschiedene Deformationsmechanismen ab, die in ihrem Zusammenspiel zu der beobachteten Gesamtverformung führen. Um die Methode der Nanoindentation und die damit verbundene Identifikation der einzelnen Materialparameter zu verstehen, sollen in diesem Kapitel kurz die Prozesse erklärt werden, die hauptsächlich den Ablauf eines Indentationsvorganges beeinflussen.

3.1 Elastizität

Die einfachste Art der Deformation ist reversibel elastisch. Bereits 1675 entdeckte R. Hooke die später nach ihm benannte lineare Gesetzmäßigkeit zwischen der Spannung σ und der resultierender Verformung ε bei kleinen aufgebrachten Kräften:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon, \tag{3.1}$$

wobei die materialabhängige Proportionalitätskonstante E als Elastizitätsmodul (*engl.*: Young's Modulus) bezeichnet wird. Das Hooke'sche Gesetz kann zumindest für kristalline Werkstoffe durch die Existenz eines Potentials, welches durch die anziehenden und abstoßenden Kräfte der einzelnen Gitteratome gebildet wird, atomistisch erklärt werden. Im Ruhezustand nehmen die Atome den Gitterabstand ein, der dem Potentialminimum entspricht. Wird von außen eine moderate Kraft angelegt, so werden die Gitterabstände verändert und somit das Minimum der Wechselwirkungsenergie der Atome verlassen. Während dieser Verformung tritt eine Volumenänderung auf, da die geometrischen Eigenschaften des Kristallgitters verändert werden. Ohne Krafteinleitung bewegen sich die Atome wieder in die ursprüngliche Position zurück, d.h. die ideale elastische Deformation ist vollständig reversibel. Abb. 3.1 zeigt das Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines uniaxialen Zugversuchs einer Metallprobe. Der lineare Teil der Kurve, im Bereich



Abbildung 3.1: Resultat eines 1D-Zugversuchs: Spannung auf Ausgangsquerschnitt bezogen (durchgezogen), Spannung in realem Querschnitt (gestrichelt)

kleiner Dehnungen, beschreibt den elastischen Bereich. Anhand der Steigung der Geraden kann der E-Modul mittels folgender Gleichung bestimmt werden:

 $E = \tan \alpha, \tag{3.2}$

wobei α dem Anstieg der elastischen Gerade entspricht. Im idealen Fall wird der Übergang vom linear elastischen Bereich zum plastischen Bereich als Fließspannung bezeichnet (*engl.*: yield stress σ_y). Bei realen duktilen Materialien ist dieser Übergang fließend, so dass die Dehngrenze $R_{p0,2}$ als Beginn des plastischen Materialverhaltens definiert wird. Diese Spannung wird durch den Schnitt der auf $\varepsilon = 0, 2\%$ parallelverschobenen elastischen Gerade mit der Spannungs-Dehnungs-Kurve festgelegt (siehe auch Abb. 4.29).

3.2 Plastizität

Wie oben beschrieben, zeigen fast alle Materialien unter kleiner Last ein elastisches Verhalten. Beim Übergang zum plastischen Materialverhalten ändert sich die Art der Deformation beruhend auf mikroskopischen irreversiblen Mechanismen, nämlich Versetzungsbewegungen bzw. Abgleiten von Kristallebenen. Der Übergang zwischen elastischem und plastischem Bereich ist durch eine Änderung der Steigung im Spannungs-Dehnungs-Diagramm erkennbar. In Abb. 3.1 beschreiben zwei Graphen den plastischen Bereich der Materialprobe. Die durchgezogene Linie stellt die sog. Ingenieurspannung dar. Diese bezieht sich immer auf den Ausgangsquerschnitt der Zugprobe. Sobald der Punkt der Zugfestigkeit R_m überschritten wird fällt diese Kurve ab, da die Zugkraft, die für das Strecken der Probe nötig ist abnimmt. Die Volumenkonstanz der plastischen Verformung (siehe unten) sorgt aber bei der Streckung der Probe für eine Verringerung des Querschnitts, wodurch die Abnahme der Zugkraft durch Querschnittsverminderung bzw. einer lokalen Einschnürung der Probe erklärbar ist. Die Berechnung der Spannung mittels Ausgangsdurchmesser ist daher nicht korrekt. Eine Umrechnung der Ingenieurspannung in die wahre Spannung (Cauchy-Spannung) erfolgt näherungsweise durch:

$$\sigma_t = \sigma(1+\varepsilon) \tag{3.3}$$

mit der wahren Spannungen σ_t , sowie der entsprechenden Größe bezogen auf den Ausgangsquerschnitt der Materialprobe. Dem äquivalent wird die Ingenieurdehnung immer mit Hilfe der Ausgangslänge der Probe berechnet. Die tatsächliche Dehnung kann mit der sog. Logarithmischen oder Henckyschen Dehnung berechnet werden. Diese ist mit der Ingenieurdehnung wie folgt verknüpft:

$$\varepsilon_t = \log(1+\varepsilon) \tag{3.4}$$

Ein Vorteil dieses Dehnungsmaßes ist die Additivität der Dehnungen, welche bei der Ingenieurspannung nicht gegeben ist:

$$\varepsilon_1 = \frac{l_1 - l_0}{l_0} \quad \text{und} \quad \varepsilon_2 = \frac{l_2 - l_1}{l_1}$$

aber :
$$\varepsilon = \frac{l_2 - l_0}{l_0} \neq \quad \varepsilon_1 + \varepsilon_2$$
(3.5)

Wohingegen bei der Logarithmischen Dehnung gilt:

$$\varepsilon_{1} = \log\left(\frac{l_{1}}{l_{0}}\right) \quad \text{und} \quad \varepsilon_{2} = \log\left(\frac{l_{2}}{l_{1}}\right)$$

und :
$$\varepsilon = \log\left(\frac{l_{2}}{l_{0}}\right) = \log\left(\frac{l_{2}l_{1}}{l_{1}l_{0}}\right) = \varepsilon_{1} + \varepsilon_{2}.$$
 (3.6)

Ein weiterer Vorteil ist der symmetrische Definitionsbereich der Logarithmischen Dehnung, der von $-\infty$ (für den akademischen Fall l = 0) bis ∞ (für $l = \infty$) reicht. Die Ingenieurdehnung hat dagegen einen unsymmetrischen Definitionsbereich von $[-1,\infty)$.

Der gestrichelte Graph in Abb. 3.1 gibt den wahren Spannungs-Dehnungs-Verlauf eines einachsigen Zugversuchs wieder, bei dem die Spannung stetig steigend ist.

Das als Plastizität bezeichnete Verhalten wird insbesondere durch das Wandern von Versetzungen in den sog. Gleitebenen, welche im wesentlichen durch die höchsten atomaren Besetzungsdichten im Kristall gekennzeichnet sind (siehe auch Kap. 3.4), hervorgerufen. Durch das Abgleiten einzelner Ebenen des Kristalls werden solange innere Spannungen abgebaut, bis sie wieder auf Niveau der Fließspannung sind und damit elastisches Materialverhalten einsetzt, oder der belastete Körper zerstört wird. Da bei der plastischen Deformation nicht die Gitterabstände variiert werden, ist diese Art der Verformung volumenkonstant.

Für die Modellierung der Plastizität versucht man durch Vereinfachung und Idealisierung Materialgesetze zu schaffen, die einzeln oder zusammen das reale Materialverhalten nachbilden. In Abb. 3.2 sind Beispiele für zwei stark idealisierte (a,b) und eine realistische Modellierung (c) der plastischen Verformung von Metallen dargestellt.



Abbildung 3.2: Beispiele von plastischen Materialgesetzen nach [42],[36]

3.3 Fließbedingungen

Die Kenntnis des Spannungs-Dehnungs-Diagramms, respektive der nichtlinearen Fließspannungen ist für viele ingenieurwissenschaftliche Anwendungen nötig. In einem eindimensionalen Experiment ist diese Grenze deutlich an der Änderung des Anstiegs der Spannungs-Dehnungskurve abzulesen, wohingegen mehrdimensionale Probleme die Definition einer Spannung erschweren, bei der das Material zu fließen beginnt.

Der Übergang zu mehrdimensionalen Problemen erfordert die Einführung eines Spannungs- und Dehnungstensors zweiter Stufe:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix}, \quad \underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix}.$$
(3.7)

Diese Tensoren sind symmetrisch und deren Einträge im allgemeinen nicht trivialen Fall ungleich Null. Nach [8] kann jeder symmetrischer Tensor zweiter Stufe derart transformiert werden, dass der Tensor diagonalisiert wird (Einträge nur auf der Hauptachse). In diesem so genannten Hauptachsensystem entsprechen die Einträge auf der Hauptdiagonalen den Eigenwerten des Tensors. Nach der Transformation hat der Tensor der Hauptspannungen $\underline{\widetilde{\sigma}}$ folgende Struktur:

$$\underline{\widetilde{\underline{\sigma}}} = \begin{pmatrix} \sigma_I & 0 & 0\\ 0 & \sigma_{II} & 0\\ 0 & 0 & \sigma_{III} \end{pmatrix}, \tag{3.8}$$

wobei σ_I , σ_{II} , σ_{III} die Hauptspannungen (Eigenwerte) des Spannungstensors $\underline{\sigma}$ sind. Jeder Tensor zweiter Stufe kann in seinen Kugelanteil (repräsentiert Volumenänderung) und seinen spurfreien Anteil, den Deviator (repräsentiert Gestaltänderung) zerlegt werden:

$$\underline{\underline{\widetilde{\sigma}}} = \underbrace{\frac{1}{3}}_{Kugeltensor} \underbrace{\underline{\widetilde{\sigma}}}_{Deviator} + \underbrace{\underline{\widetilde{\sigma}}'}_{Deviator}$$
(3.9)

Wie zuvor erwähnt, tritt nur durch elastische Deformation eine Volumenveränderung auf, d.h. der Spuranteil des Tensors hat keinen Einfluss auf den Beginn des Fließens. Die Kugeltensoren sind ein linearer Vektorraum, der linear unabhängig zum Vektorraum der Deviatoren ist. Die Vereinigung dieser beiden linearen Gruppen beschreiben den linearen Raum der Tensoren zweiter Stufe. Daher steht der Raum der Kugeltensoren senkrecht auf der Deviatorebene (im dreidimensionalen Raum \mathbb{V}^3).

Die Fließkurve φ muss wegen der Volumenkonstanz der plastischen Deformation in der Deviatorebene liegen und zusätzliche aus der Anschauung resultierende Eigenschaften besitzen (entnommen aus [10]):

- 1. der elastische Bereich ist ein einfach zusammenhängendes Gebiet im Spannungsraum, deshalb ist φ eine geschlossen Kurve,
- 2. für stabile Werkstoffe ist φ konvex,
- 3. ein isotroper Werkstoff erzwingt folgende Symmetriebedingungen:

$$\varphi(\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III}) = \varphi(\sigma_{II}, \sigma_I, \sigma_{III}) = \varphi(\sigma_I, \sigma_{III}, \sigma_{II}) \dots,$$

4. gleiches Zug-Druckverhalten fordert nachstehende Symmetriebedingungen:

$$\varphi(\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III}) = \varphi(-\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III}) = \varphi(\sigma_I, -\sigma_{II}, \sigma_{III}) \dots$$

Diese Bedingungen schränken die Menge der zulässigen Fließkurven stark ein, da eine Kurve mit sechs Symmetrieachsen und durch die einachsige Fließspannung vorgegebenen Werten in den Hauptspannungsrichtungen gesucht wird. Abb. 3.3 zeigt den Raum der möglichen Fließkurven in der Deviatorebene zwischen dem inneren und äußeren Sechseck. Die Fließbedingungen von Tresca und v. Mises haben



Abbildung 3.3: Fließkurven in der Deviatorebene

sich dabei größtenteils durchgesetzt. Im Folgenden wird die gesuchte Vergleichsspannung für den mehrdimensionalen Spannungszustand mit R_F bezeichnet. Diese stellt ein Hilfsmittel dar, den mehrdimensionalen Spannungszustand auf einen eindimensionalen zurückzuführen. Mit der Vergleichsspannung ist es möglich die im eindimensionalen Zugversuch gewonnenen Materialparameter auch in komplexeren Spannungszuständen zu verwenden. So wird z.B. das Überschreiten der Fließspannung durch die Vergleichsspannung als Einsetzen von Plastizität gewertet.

Bei der sechseckigen Kurve von Tresca hat man für jedes Segment eine eigene lineare Funktion, die verallgemeinert geschrieben werden kann als:

$$\sigma_{max} - \sigma_{min} = R_F,\tag{3.10}$$

wobei hier immer die minimale und maximale Hauptspannung benutzt werden:

$$\sigma_{max} = \max(\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III})$$

$$\sigma_{min} = \min(\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III}).$$
(3.11)

Im Gegensatz dazu ist die Kreisform der v. Mises Fließbedingung mathematisch sehr einfach zu handhaben. Sie kann im Raum der Deviatorhauptspannungen geschrieben werden als Kugelgleichung:

$$\sigma_I^{'2} + \sigma_{II}^{'2} + \sigma_{III}^{'2} - \frac{2}{3}R_F^2 = 0, \qquad (3.12)$$

oder als Funktion der Hauptspannungen:

$$R_F = \frac{1}{\sqrt{2}}\sqrt{(\sigma_I - \sigma_{II})^2 + (\sigma_{II} - \sigma_{III})^2 + (\sigma_{III} - \sigma_I)^2}.$$
(3.13)

In vielen Fachgebieten (z.B. Bauingenieurwesen) wird die v. Mises- Vergleichsspannung auch aus den Einträgen des ursprünglichen Spannungstensors $\underline{\sigma}$ berechnet ([17]):

$$R_F = \left[\sigma_{11}^2 + \sigma_{22}^2 + \sigma_{33}^2 - (\sigma_{11}\sigma_{22} + \sigma_{22}\sigma_{33} + \sigma_{33}\sigma_{11}) + 3(\sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2)\right]^{1/2}.$$
(3.14)

Obwohl die meisten experimentellen Daten besser mit der Fließfunktion von v. Mises übereinstimmen, wird für bestimmte Werkstoffe auch das Kriterium von Tresca verwendet (z.B. Beton). Besonders bei Anwendungen, bei denen die Lage des Hauptachsensystems bekannt ist und der genutzte Bereich im Hauptspannungsraum konstant bleibt, hat die einfache Form von Gleichung (3.10) Vorteile.

3.4 Verformungsverhalten bei hohen Temperaturen und konstanter Belastung (Kriechen)

Die Bezeichnung "hohe" Temperatur soll erst einmal relativiert werden. Aus diesem Grund wird die homologe Temperatur eingeführt, die dem Verhältnis zwischen der aktuell vorliegenden Temperatur und der Schmelztemperatur T_s des betrachteten Materials entspricht ([5]):

$$T_{hom} = \frac{T}{T_s}, \quad \text{jeweils in K.}$$
 (3.15)

Mittels diesem Temperaturverhältnis ist es möglich thermischen Eigenschaften verschiedener Metalle miteinander zu vergleichen. Ab einer homologen Temperatur $T_{hom} \geq 0,4$ verfügen die Kristallgitter der Metalle über ausreichend innere Energie, um auch bei konstanter Last eine zeitabhängige Deformation ("Kriechen") auszuführen, die in starkem Maße von der thermischen Bewegung des Kristallgitters abhängt. In Tabelle 3.1 sind für einige Materialien die Grenztemperaturen angegeben, ab der zeitabhängige Deformationsprozesse einsetzen.

Metall/Lot	Schmelztemperatur T_s	Temperatur bei
	in °C	$T_{hom} = 0, 4$ in °C
Blei	321	-35
SnPb37	183	-91
SnAg3.5	221	-75
SnAg3.2Cu0.5	218	-77

Tabelle 3.1: Homologe Temperatur 0,4 einiger Lote (Werte aus [77])

In der Industrie haben sich Standards durchgesetzt, in denen festgelegt wird, welchen Temperaturbereich über eine bestimmte Zeit ein Bauteil einer definierten

Einsatzgebiet	T_{min}	T_{max}	ΔT^1	t_D	Zyklen	Lebens-
	in °C	in °C		in h	/Jahr	Dauer in a
Haushalt	0	+60	35	12	365	1-3
Computer	+15	+60	20	2	1460	~ 5
Telekommunikation	-40	+85	35	12	365	7-20
ziv. Luftfahrt	-55	+95	20	12	365	~ 20
Automobil	-55	+95	60	12	60	~ 10
Fahrgastzelle						
Militär-	-55	+95	40	12	100	~ 5
fahrzeuge						
Automobil	-55	+125	60	1	1000	~ 5
Motorraum						

Tabelle 3.2: Standardisierte Temperaturbedingungen von oberflächenmontiertenBauteilen, sortiert nach Anwendung (entnommen aus [27])



Abbildung 3.4: Stufenversetzung und Quergleiten einer Versetzung nach [5]

Produktklasse unbeschadet überstehen muss. In Tabelle 3.2 ist ein Auszug dieser Mindestanforderungen festgehalten. Man kann auch erkennen, dass zusätzlich Temperaturwechselbelastungen auftreten können, welche zu thermischen Spannungen in den elektronischen Bauteilen und ihren Verbindungen führen. Vergleicht man die Tabellen 3.1 und 3.2 miteinander, so ist die Relevanz der Kriechvorgänge sofort erkennbar.

Die als Kriechen bezeichnete plastische Verformung wird durch Versetzungsbewegung, -erzeugung und -aufstau verursacht. Als Versetzungen werden linienförmige Gitterstörungen der ansonsten gleichförmigen Kristallstruktur bezeichnet (siehe Abb. 3.4), die zwar eine Abweichung von einem idealen Kristall darstellen, aber erst durch ihre Existenz eine plastische Verformung von Metallen ermöglichen. Ein idealer versetzungsfreier Kristall verfügt über eine sehr hohe Festigkeit, ist aber vollständig spröde.

Die starke Temperaturabhängigkeit des Kriechvorgangs kann mit der für Versetzungsgleiten erforderlichen kritischen Schubspannung τ_{krit} erklärt werden, da

 $^{^{1}\}Delta T$ entspricht der maximalen Temperaturdifferenz eines Temperaturzykluses, ausgenommen der entstehenden Wärme durch Spannungsdissipation







Abbildung 3.6: Schematische Kriechkurven (Dehnung (1) und Dehnungsgeschwindigkeit) bei konstanter Spannung und Temperatur

diese mit steigender Temperatur abnimmt. Im Gegensatz zum Materialverhalten bei niedrigen Temperaturen, bei dem Plastizität nur durch Quergleiten der Versetzungen erfolgt (bei Annahme eines Einkristalls), kann bei hohen Temperaturen, durch die erhöhte innere Energie des Gitters (thermische Beweglichkeit), Versetzungsklettern (siehe Abb. 3.5) auftreten. Werden die Versetzungsbewegungen durch Hindernisse (Korngrenzen, Einschlüsse, Versetzungslinien) aufgehalten, so spricht man von Materialverfestigung. Der strukturelle Umbau des Gefüges durch Quergleiten und Klettern bewirkt generell ein Abbau von Versetzungshindernissen ([5]), wodurch plastische Deformation erleichtert wird. Man spricht hier von Materialentfestigung. Diese beiden Vorgänge dominieren das zeitabhängige Verhalten von Metallen. Je nachdem in welcher Phase sich der Kriechvorgang befindet überwiegt Ver- oder Entfestigung. Abb. 3.6 zeigt beispielhaft eine typische Kriechkurve, die in drei Bereiche unterteilt wird:

- I) Primär- oder Übergangskriechen
- II) Sekundär- oder stationäres Kriechen
- III) Tertiär- oder beschleunigtes Kriechen.

Auf einen Probekörper wird eine so hohe Last aufgebracht, dass es zu plastischer Verformung kommt. Wird die Last nun konstant gehalten, und übersteigt die Temperatur $T_{hom} \geq 0, 4$, setzt Primärkriechen ein. Es kommt zu weiterer plastischer Verformung bei zunehmender Verfestigung des Materials, verbunden mit abnehmender Kriechgeschwindigkeit, da in der ersten Phase die Verfestigungsvorgänge die gleichzeitig ablaufende Entfestigung übersteigen. Bei Temperaturen im Bereich der kritischen Temperatur kann die Deformationsgeschwindigkeit auch gegen Null gehen und der Kriechprozess stoppt. Ab einem bestimmten Punkt sind Verfestigung und Entfestigung gleich groß, welches den Bereich des stationären Kriechens charakterisiert. Die Kriechgeschwindigkeit ist hier konstant. Maßgebend ist in diesem Bereich das Klettern (siehe Abb. 3.5) und das Gleichgewicht zwischen erzeugten und ausgelöschten Versetzungen. Am Ende der Kriechkurve steht das beschleunigte Kriechen, da nun die Entfestigungsprozesse überwiegen und es zur Einschnürung oder Rissbildung kommt. Bei weiterer Belastung wird der Probekörper durch den Kriechbruch zerstört.

Für die ingenieurwissenschaftliche Beschreibung des uniaxialen Kriechens haben sich in der Vergangenheit mehrere Modelle etabliert, welche aber nur den sekundären Kriechbereich beschreiben (siehe u.a. [33], [75] und [72]):

$$\dot{\varepsilon}_{1}(\sigma) = A_{1} \cdot \sigma^{n},
\dot{\varepsilon}_{2}(\sigma) = A_{2} \cdot \exp(\gamma \sigma),
\dot{\varepsilon}_{3}(\sigma) = A_{3} \cdot \sinh^{n}(\alpha \sigma).$$
(3.16)

Die Konstanten n, γ und α sind materialspezifisch. Die Temperaturabhängigkeit der Dehnungsgeschwindigkeit ist in den Variablen A_1 bis A_3 enthalten, welche durch die sog. Arrhenius-Gleichung beschrieben werden:

$$A_i = C_i \cdot \exp\left(-\frac{Q_i}{RT}\right), \quad \text{mit } R = 8,314 \frac{J}{\text{mol K}}.$$
(3.17)

Auch in dieser Gleichung gibt es materialbezogene Konstanten, die mittels Experiment bestimmt werden müssen, wobei hier die Aktivierungsenergie für den Kriechmechanismus Q_i , die universelle Gaskonstante R und die Materialtemperatur T benutzt werden.

Kapitel 4

Miniaturmessverfahren

In diesem Kapitel werden die verwendeten Messverfahren für die Bestimmung mechanischer Materialkennwerte beschrieben und deren Auswertemethoden erläutert.

Das erste Verfahren stellt eine modifizierte Variante der klassischen einachsigen Zugversuche dar. Dabei werden Probekörper mit 1 mm Durchmesser verwendet, um die eventuell vorhandenen Größeneffekte bei der Übertragung der mechanischen Kennwerte auf das reale Bauteil erfassen zu können. Zusätzlich soll gezeigt werden, ob die Reduktion der Probengröße Einfluss auf die Durchführbarkeit der Versuche hat und zusätzlich existieren damit Vergleichswerte, die mit einer klassischen Methode der Materialkennwertbestimmung erzeugt wurden. Die verwendeten Proben wurden an der Fachhochschule Augsburg hergestellt und uns für die Untersuchungen zur Verfügung gestellt.

Mit der Verwendung des Nanoindenters soll gezeigt werden, dass es möglich ist mechanische Kennwerte von Probenregionen zu ermitteln, deren Größe sich im μ m-Bereich befindet. In diesem Kapitel soll die Kalibrierung, Handhabung und die Auswertemethoden des Nanoindenters erklärt werden.

4.1 Theoretische Betrachtung des Nanoindenters

Im Folgenden soll sowohl der technische Aufbau, als auch die Messmöglichkeiten des Miniaturhärtemessverfahrens beschrieben und erläutert werden. Die in dieser Arbeit verwendete Maschine NanoTest stammt von der Firma *Micro Materials Ltd.*, *UK* [4] und verwendet als Eindringkörper eine dreiseitige Pyramide nach Berkovich (siehe auch [34] und Kap. 2.1.4 dieser Arbeit).

Jede Härteprüfmaschine arbeitet nach dem gleichen Prinzip: Ein harter Indenter unterschiedlichster Geometrie wird in das zu prüfende Material gedrückt. Bei älteren Geräten bzw. im Bereich der Makroprüfverfahren kann dies, wie in Kap. 2 dargestellt, mittels eines durch wohldefinierte Gewichte beschwerten Prüfstempels erfolgen (Verfahren nach Vickers DIN EN ISO 6507, Brinell DIN EN ISO 6506 u.a.). Die Lastaufbringung durch Gewichte ist im Bereich der Mikrohärteprüfung, bei eine maximalen Last von $\ll 1$ N, nicht mehr möglich, da hier schon kleinste Schwankungen bei der Belastung zu nicht tolerierbaren Fehlerwerten führen würden. Zusätzlich soll ein detailliertes Abbild der Be- und Entlastungsvorgänge aufgezeichnet werden, um weitere Materialparameter zu bestimmen. Die bei der Härtemessung im Mikrobereich wirkenden, sehr geringen Kräfte erzeugen Eindrücke von ca. 100 nm - 1 µm Tiefe, d.h. sowohl die Kraft-, als auch die Wegsteuerung müssen sehr sensibel sein.

Abb. 4.1 zeigt den schematischen Aufbau des hier benutzten Nanoindenters, dessen Konstruktion möglichst wenig Reibung erzeugen und die sehr kleinen Messgrößen mit hoher Genauigkeit erfassen soll. Zusätzlich ist in Abb. 4.2 eine detailliere Ansicht der eingebetteten Probe zusammen mit der Halterung der Prüfspitze sowie eine mikroskopische Aufnahme des Berkovichdiamanten zu sehen. Die Kraft wird durch die im oberen Teil des Aufbaus befindlichen Magnet-



Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau und Foto des NanoTest

Spule-Kombination erzeugt. Durch eine Pendelbewegung wird die aufgebrachte Kraft auf die Probe übertragen. Wie die Kraft, so wird auch die Eindringtiefe elektronisch gemessen. Über eine Wheatstonebrücke wird der Pendelweg bestimmt. Beide Messgrößen werden absolut berührungsfrei ermittelt, so dass auf diesem Weg keine Beeinträchtigung der Messergebnisse auftritt. Die gesamte Apparatur ist auf einer pneumatischen Unterkonstruktion errichtet, die äußere Störungen dämpft und so die Messgenauigkeit erhöht. Zusätzlich ist ein Klimakammer installiert, welche sowohl die Temperatur (ca. 27 °C), als auch die Luftfeuchtigkeit konstant hält. Die Temperatur im Inneren der Kammer ist leicht gegenüber der Raumtemperatur erhöht, um so die Gefahr der Kondensation der Luftfeuchtigkeit



Abbildung 4.2: Detailansicht von Probenhalter und Prüfspitze, Diamantspitze bei 500facher Vergrößerung (rechts)

an den Geräten zu eliminieren. Die Konstanz der Temperatur ist außerordentlich wichtig, da die thermische Expansion der Messgeräte, ausgelöst durch wenige K Differenz, im Bereich der gemessenen Eindringtiefen liegt. Im Gegensatz zu den Prüfmaschinen, die in makroskopischen Größenordnungen messen, sind bei der hier verwendeten Methode nicht nur die Eindringtiefen sehr klein, sondern auch die Bereiche, in denen die Eindrücke gesetzt werden sollen. Aus diesem Grund ist eine sehr genaue Positionierung der Messungen erforderlich. Deshalb kann die Probenhalterung vor ein integriertes Mikroskop mit Okularrevolver gefahren werden. Sowohl Steuerung (Änderung der Vergrößerung und Schärfeneinstellung), als auch die Betrachtung des Bildes erfolgen elektronisch vom Arbeitsplatz aus. Ein Eingriff in die vor äußeren Einflüssen geschützte Umgebung des Nanoindenters ist nicht nötig. Die Position von Indenter und mikroskopischem Abbild sind so auf einander abgestimmt, dass die anvisierte Probenregion mit einer maximalen Abweichung von 5 µm indentiert wird. Aufgrund der Positionierungsungenauigkeiten können sehr kleine Probenregionen nur sehr schwer mit einem Indent getroffen werden. Daher wird immer ein Array von Eindrücken im anvisierten Gebiet platziert, um so mit einem oder mehreren Indents die gewünschte Phase zu treffen.

4.1.1 Kalibrierung des Nanoindenters

In erster Linie sind die Prüfverfahren durch Indentation zur Bestimmung der Härte eines Materials konzipiert worden. Dabei liegt jedem dieser Verfahren die Grunddefinition der Härte zugrunde:

$$H = \frac{P_{\max}}{A},\tag{4.1}$$

wobei P_{max} die maximal aufgebrachte Last und A die wahre, respektive die projizierte Fläche des verbleibenden Eindrucks ist. Die Methode der Nanoindentation verwendet, wie in Kap. 2.1.4 beschrieben, die projizierte Fläche des verbleibenden



Abbildung 4.3: Darstellung des Indentationsvorgangs nach [66]

Eindrucks. Könnte man die Eindrücke lichtmikroskopisch auswerten, so erscheinen die Flächen bei viele Materialien größer, als durch Rückrechnung mit bekannten Härtewerten ermittelte A_{proj} (eine genauere Erläuterung dieses Sachverhaltes wird später in diesem Kapitel gegeben). Abb. 4.3 stellt diesen Sachverhalt anschaulich dar. Durch das "sink in"-Phänomen ist die resultierende eingedrückte Oberfläche der Probe größer als die mit dem Indenter in Kontakt stehende. Daher wird für die Bestimmung von A_{proj} die Kontakttiefe h_c verwendet, womit die ideale DAF nach Gleichung 2.17 geschrieben werden kann:

$$A_{\rm proj} = 24,56 \cdot h_c^2. \tag{4.2}$$

Die Form des verwendeten Indenters ist nahe an der idealen Geometrie, trotzdem können mit Gleichung (4.2) keine optimalen Ergebnisse erzeugt werden, da Oberflächendeformationen und Ausrundung der Spitze nicht beachtet werden, aber bei den sehr geringen Eindringtiefen zu messbaren Fehlern führen. Dafür benutzen Oliver und Pharr [66] einen erweiterten Polynomansatz:

$$A_{\rm proj} = 24,56 \cdot h_c^2 + C_1 \cdot h_c + C_2 \cdot h_c^{\frac{1}{2}} \dots C_8 \cdot h_c^{\frac{1}{128}}.$$
(4.3)

Die Notwendigkeit eines Ansatzes mit acht zu bestimmenden Parametern erscheint fraglich. Für die in dieser Arbeit vorgenommenen Messungen wurde stattdessen eine in der Ansatzordnung reduziere DAF verwendet, wobei für die bessere Übertragbarkeit in die Steuerungs- und Auswertesoftware der Messapparatur keine Wurzelterme verwendet werden:

$$A_{\rm proj} = C_1 \cdot h_c^3 + 24,56 \cdot h_c^2 + C_2 \cdot h_c + C_3.$$
(4.4)

In Anlehnung an die ideale Indentergeometrie wird die Konstante des quadratischen Terms bei 24,56 belassen.

Für die Bestimmung der DAF müssen Kalibriermessungen mit Materialien durchgeführt werden, deren Härte und E-Modul bekannt sind (siehe Tabelle 4.1).



Abbildung 4.4: Schematische Last-Eindringtiefen-Kurve

Um eine möglichst allgemeingültige DAF zu erhalten, wurden zahlreiche Messungen mit unterschiedlichen maximalen Eindringtiefen (150-1800 nm) durchgeführt. Die gemessenen Wertepaare aus Last und Eindringtiefe gleichen dem in Abb. 4.4 dargestellten Schema, wobei jeweils Be- und Entlastung aufgezeichnet werden. Die Maschine arbeitet dabei mit einer zuvor definierten Belastungs- und Entla-

	Härte NH [GPa]	reduziertes E-Modul E_r [GPa]
Quarzglas	8,8	69,6
Lagerstahl EN 31	8-10	ca. 200

 Tabelle 4.1: Zur Kalibrierung verwendete Materialien

stungsgeschwindigkeit, die sich aus der gewählten Eindringtiefe und der maximalen Belastungszeit (jeweils max. 20 s für die Be- und Entlastungsphase, vom Hersteller vorgegebene Empfehlung) errechnet. Eine viel kürzere Belastungszeit würde dem Charakter eines statischen Experiments widersprechen und eine längere Belastungszeit führt zu unerwünschten Kriecheffekten bzw. zu messtechnischen Schwankungen.

Leider ist die Steuerung des Nanoindenter dabei etwas unhandlich in der Bedienung. Sowohl maximale Kraft, als auch maximale Tiefe können vorgegeben, die Belastungsgeschwindigkeit kann aber nur in mN/s, nicht aber in nm/s angegeben werden, d.h. bei vorgegebener Tiefe muss die Last bekannt sein, um nicht zu schnell oder zu langsam zu belasten. Zusätzlich ist bei einer Probe mit unterschiedlich harten Materialien keine konstante Belastungsgeschwindigkeit während einer Messung zu realisieren.

Für die Kalibrierung der Apparatur wird im ersten Schritt aus der maximalen Last P_{max} jedes Eindrucks und der bekannten Härte des Materials mittels Gleichung (4.1) die Fläche des Indents $A_{\text{pr,soll}}$ bestimmt. Unter der Annahme rein elastischer Entlastung der gesamten Kontaktfläche bei maximaler Eindringtiefe, wird die Steigung S (Steifigkeit der Kombination aus Probe und Maschine) bei h_{max} für die Bestimmung der Kontakttiefe h_c verwendet (siehe Abb. 4.4). Dafür wird der Entlastungsast durch ein Polynom gefittet, welches danach abgeleitet werden kann:

$$S = \frac{\mathrm{d}P}{\mathrm{d}h} \Big|_{h_{\mathrm{max}}}.$$
(4.5)

Die Invertierung dieser Gleichung führt auf die sog. contact compliance $C = \frac{1}{S}$, der Summe der Nachgiebigkeiten von Probe C_s und Maschine C_f . Mittels der folgenden von Bulychev et al. [9] erstmals verwendeten Formel kann die Nachgiebigkeit der Probe und damit die der Maschine ermittelt werden:

$$C_s = \frac{\sqrt{\pi}}{2E_{r,kalib}} \frac{1}{\sqrt{A_{\rm pr,kalib}}}.$$
(4.6)

Hierfür wird der sogenannte "reduzierte" E-Modul E_r des Kalibriermaterials benötigt. Dieser kann aus den kombinierten Materialeigenschaften der Probe und des Berkovichdiamanten berechnet werden:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i},\tag{4.7}$$

mit den Materialkonstanten (E, ν) und den Konstanten des Indenters (E_i, ν_i) , wobei ν jeweils der Poissonzahl (Querkontraktionszahl) entspricht, die im uniaxialen Zugversuch das Verhältnis zwischen Quer- und Längsdehnung beschreibt.

Wie in Abb. 4.3 abzulesen ist, kann die Gesamteindringtiefe h als Summe aus der Kontakttiefe h_c und der Verschiebung der Oberfläche an der Grenze zur Kontaktfläche h_s geschrieben werden. Sneddon [79] hat für die Verschiebung der Oberfläche folgende Gleichung entwickelt:

$$h_s = \epsilon \frac{P_{\max}}{S},\tag{4.8}$$

womit sich eine Kontakttiefe in Abhängigkeit von der maximalen Eindringtiefe, der maximalen Kraft und der Systemsteifigkeit ergibt:

$$h_c = h_{\max} - \epsilon \frac{P_{\max}}{S}.$$
(4.9)

Indenterkopfgeometrie	m	ϵ
flach	1	1
Paraboloid	1,5	0,75
Konus	2	0,72
Indenter aus [66]	1,4	0,75

Tabelle 4.2: Geometrieabhängige Konstante für verschiedene Eindringkörper (aus [66])

Die Festlegung der geometriespezifischen Konstante ϵ wird im Folgenden erläutert. In ihrer Arbeit erklären Oliver und Pharr [66], dass falls sich die auf die maximale Eindringtiefe normierten Entlastungsäste aus den Versuchen mit verschiedenen Materialien gleichen, so ist die Verwendung dieses Indenters zur Untersuchung von Materialien mit stark voneinander abweichender Materialparametern zulässig. Abb. 4.5 zeigt die gute Übereinstimmung bei dem hier verwendeten Berkovich-Diamant. Zusätzlich wird in [79] die Möglichkeit aufgezeigt, mittels



Abbildung 4.5: Normierte Entlastungskurven von fused silica, Stahl und Kupfer

Interpolation dieser Werte durch ein Potenzgesetz, die noch unbekannte geometrieabhängige Konstante ϵ zu bestimmen:

$$P = \alpha h^m. \tag{4.10}$$

Dabei richtet sich der Wert des Geometriefaktors nach der Größe des Exponenten m (siehe Tab. 4.2). Die interpolierten Graphen aus Abb. 4.5 ergaben einen mittleren Exponenten von m = 1, 38, womit für $\epsilon = 0, 76$ angenommen wird.

Mit den zuvor berechneten Sollgrößen für die Fläche des Eindrucks und den dazugehörigen Kontakttiefen kann man die DAF nach der Form von Gleichung (4.4) fitten. Ziel ist es, eine Funktion zu erhalten, die in Abhängigkeit von der Kontakttiefe die projizierte Fläche der Eindrücke so bestimmt, dass möglichst über den gesamten realisierbaren Bereich der Indenttiefen konstante Härtewerte eines homogenen und oberflächenbehandelten Materials gemessen werden. Anschließend werden mit dieser Funktion noch einmal die Härtewerte und die E-Moduli der Probe ermittelt, um sie mit den Vorgaben zu vergleichen:

$$HN = \frac{P_{\max}}{A_{\rm pr}(\rm DAF)},\tag{4.11}$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C_s\sqrt{A_{\rm pr}({\rm DAF})}}.$$
(4.12)

Für die Durchführung der Kalibrierung wurde ein MatLab-Programm geschrieben, welches aus den Rohdaten der Messungen automatisch die DAF und die frame compliance C_f bestimmt (siehe Anhang A). Diese Auswertemethode wurde zuerst an Quarzglas (fused silica) angewandt, da hier die Materialdaten für die Härte und den E-Modul bekannt sind. Das Ergebnis der Kalibrierung ist in Abb. 4.6 zu sehen. Hier werden die Werte für die Härte HN und den reduzier-



Abbildung 4.6: Kalibriermessung an Quarzglas (Linie=Sollwert)

ten E-Modul E_r über einen weiten Bereich von Eindringtiefen aufgetragen. Im Nachhinein erfolgten zusätzliche Kontrollmessungen an Materialien, deren Parameter relativ ungenau bekannt sind und (je nach Herstellung und durch minimale Verunreinigungen) schwanken können. Abb. 4.7 zeigt die Kontrollmessungen an Lagerstahl EN 31 mit vom Hersteller polierter Oberfläche, welche mit der zuvor bestimmten DAF analysiert wurde. Die Härte (im Mittel HN = 9 GPa) und der reduzierte E-Modul (um 200 GPa) stimmen gut mit den Herstellerangaben überein (siehe Tab.4.1), wenn man die Werte über 300 nm Eindringtiefe betrachtet.

Man kann bei beiden für die Kalibrierung benutzten Materialien erkennen, dass ab einer Tiefe von ca. 300 nm die gemessenen Werte den Referenzwerten



Abbildung 4.7: Kontrollmessung an Stahl (Linie=Mittelwert)

(durchgezogene Linien in den Diagrammen) entsprechen. Bei Tiefen, die geringer als dieser Grenzwert sind, konnten keine konstanten Messwerte mit einer einzelnen DAF ermittelt werden. Auch der Versuch durch eine zweite DAF, die nur im Bereich unter 300 nm gültig ist, die Messkurve zu glätten, war für verschiedene Materialien nicht erfolgreich.

Weiterführende Untersuchungen haben gezeigt, dass es bei allen Materialien eine untere Begrenzung der Eindringtiefe gibt, die im Bereich zwischen 250 - 300 nm liegt. Diese Beschränkung der Messungen hat mehrere Ursachen. Zum einen überwiegen, bis zu einer bestimmten Größe der Messwerte, die gerätespezifischen Messfehler (siehe Kapitel 7). Diese Grenze kann durch hochentwickelte Apparaturen und genaue Kalibrierung möglichst weit in Richtung kleinerer Werte verschoben werden. Andererseits können mit Hilfe von Tabellenwerken oder im Internet (z.B. webelements.com [93]) die Atomabstände der untersuchten Materialien ermittelt werden. Im Hinblick auf bleifreie Lotwerkstoffe kann ein Abstand von ca. 270 pm (gemittelt aus Cu-Cu, Sn-Sn und Ag-Ag Abständen) zwischen den Atomen angenommen werden. Das bedeutet, dass bei einer Eindringtiefe von 270 nm nur 1000 Atomlagen indentiert werden. Es ist fraglich, ob unter dieser Zahl die hier gemachten Annahmen der Kontinuumsmechanik uneingeschränkt gelten. Ein weiterer Aspekt betrifft die Oberflächenbearbeitung. Vor dem Atzen wird die Probenoberfläche mit einer Diamantsuspension mit $3 \,\mu m$ Korngröße poliert, d.h. auch nach dem anschließenden Ätzen verbleiben Kratzer, die größer als 250 nm sind. Hinzu kommt ein Anstieg der Härte im Bereich der Oberfläche, der abhängig von der Präparation ist (siehe [7]). Die Auswirkungen all dieser Faktoren können in Abb. 4.8 abgelesen werden. Unter einer materialunabhängigen Eindringtiefe ist es nicht möglich eine exakte Kalibrierung des Nanoindenters durchzuführen. Während man für tiefere Eindrücke einen konstanten Wert für die frame compliance C_f annehmen kann, ist dies unter 250-300 nm nicht mehr möglich. Die weite Streuung erlaubt keine Aussage über mechanische Kenngrößen ohne ein Fehlerintervall, welches die Messgröße übersteigt. Die frame compliance



Abbildung 4.8: Frame compliance in Abhängigkeit der maximaler Eindringtiefe

wird mit Hilfe der aus der Entlastungskurve gewonnenen Steifigkeit S und der Nachgiebigkeit der Probe C_s (Gleichung (4.6)) wie folgt berechnet:

$$C_f = \frac{1}{S} - C_s.$$
 (4.13)

Zur Bestimmung von Materialkenngrößen sollte daher die verwendete Eindringtiefe immer größer als diese kritische Verfahrensgrenze sein. Bei der experimentellen Betrachtung von Materialgebieten, deren Ausdehnung besonders kleine Eindrücke erfordern (z.B. intermetallische Phasen in einer mikroelektronischen Lötverbindung), muss daher mit einem großen Fehlerintervall gerechnet werden.

Wie in Abb. 4.3 zu erkennen ist, basiert die hier beschriebene Methode der Auswertung auf der Annahme, dass bei einem Indent immer das sog. "sink in"-Phänomen auftritt. Die Oberfläche des Materials gibt unter der aufgebrachten Last nach und sinkt ein. Dieses Verhalten tritt nach Hay [41] nur bei Materialien mit großem elastischen Bereich auf. Die ausschlaggebende Materialkennzahl ist das Verhältnis zwischen der Fließspannung und dem E-Modul $\frac{\sigma_y}{E}$, wobei dieses möglichst groß sein sollte (> 0,03). Durch FE-Simulationen wurde ein im Versuch messbarer alternativer Parameter entwickelt, der das Oberflächenverhalten charakterisiert. Bei einem Verhältnis zwischen verbleibenden Eindrucktiefe und maximaler Tiefe $\frac{h_f}{h_{\text{max}}} < 0,7$ (siehe auch Abb. 4.4) ist "sink in" sichergestellt. Im umgekehrten Fall wird beim sog. "pile up" Material an den Seitenflächen des Berkovich-Diamanten nach oben gedrückt. Damit ist die Kontaktfläche größer, als durch die angegebenen Formeln angenommen, wodurch Härte und E-Modul überschätzt werden. Die Anpassung der DAF an den verwendeten Eindringkörper wurde auch aus diesem Grund mit Quarzglas durchgeführt. Hier ist mit $\frac{h_f}{h_{\text{max}}} \approx 0, 4$ ein "pile up" ausgeschlossen.



Abbildung 4.9: Schematische Last-Eindringtiefen-Kurve mit Haltephase bei maximaler Last

Die bis zu dieser Stelle beschriebene Kalibrierung bzw. Auswertung der Messergebnisse des Nanoindenters beruht auf der Existenz einer idealen Last- Eindringtiefen Kurve, wie sie in Abb. 4.4 dargestellt wird. Wie in Kap. 3.4 erläutert, sind bei den in dieser Arbeit untersuchten Materialien die für Kriechen kritischen homologen Temperaturen bei Raumtemperatur weit überschritten. D.h. bei den Indentationsexperimenten, die sehr langsam durchgeführt werden müssen, um den statischen Ansätzen zu genügen, tritt immer Kriechen auf. Besonders der Entlastungsast, welcher einen starken Einfluss auf den ermittelten E-Modul hat, wird durch die zeitabhängige Deformation gestört. Bei sehr weichen Materialien, wie z.B. Loten, kann es durchaus vorkommen, dass bei sinkender Last eine zunehmende Eindringtiefe zu beobachten ist (siehe Abb. 7.3). Als Resultat ergibt sich eine kleinere contact compliance und daraus ein überschätzter E-Modul. Um dem entgegen zu wirken, wurde bei maximaler Last eine Haltephase von bis zu 30 s eingefügt (Abb. 4.9 zeigt die modifizierte Lastkurve). Ein Vergleich zwischen verschiedenen Haltezeiten bei gleicher maximaler Last wird in Kapitel 7 dargestellt. Durch die ansteigende Tiefe des Indenters vergrößert sich die Kontaktfläche, wodurch bei konstanter Last die "mittlere" Spannung im Material abnimmt. Wie in Kap. 3.4 beschrieben, hängt die Kriechgeschwindigkeit von der Spannung ab. Durch die Haltezeit wird somit die Kriechgeschwindigkeit reduziert. Im Idealfall kommt die Kriechdeformation zum Stillstand. Um sicher zu stellen, dass keine zeitabhängige Deformation die Bestimmung des E-Moduls stört, wird die Steigung der Entlastungskurve nicht bei maximaler Eindringtiefe bestimmt. Es wird erst soweit entlastet, dass der Indenter nur noch 98% der Maximaltiefe im Material steckt, und an dieser Stelle die Steigung S berechnet. Die Spannung ist an dieser Stelle soweit gesunken, dass keine Kriecheffekte mehr zu erkennen sind. Eigene Versuche an Materialien, die bei Raumtemperatur nicht kriechen

(z.B. Quarzglas), haben gezeigt, dass die Steigung der Entlastungskurve über einen Bereich von ca. 100-95% der Maximaltiefe annähernd konstant ist. Damit kann davon ausgegangen werden, dass die Steigung bei 98% der bei $h_{\rm max}$ ohne Kriecheinflüsse entspricht. Diese Annahme wurde bei den Auswertungen der Experimente vorausgesetzt.

4.1.2 Bestimmung der Fließspannung

Im Folgenden soll die Berechnung der Fließspannung aus Messgrößen erfolgen, die durch die Erfassung der Last-Eindringtiefen-Kurve bereits bekannt sind. Zusätzlich werden Annahmen und Modelle benutzt, welche zum Teil schon in den 50er Jahren des vorherigen Jahrhunderts entwickelt wurden. Speziell wird die Form und Größe der plastischen Zone unter der Indenterspitze betrachtet. Mit Hilfe der Begrenzungsfläche dieser Zone (Übergang zwischen elastischem und plastischem Materialverhalten) und der durch den Indenter aufgebrachten Last soll die Vergleichsspannung (vgl. Kap. 3.3 in dieser Arbeit) für das vorliegende mehrdimensionale Problem ermittelt werden.

Bereits 1950 veröffentlichte Hill [43] seine Betrachtungen einer sphärischen Blase in einem unendlichen Medium. Diese wird durch einen steigenden inneren Druck vergrößert, wobei analytisch dargestellt werden kann, dass sich ein Bereich um diese Hohlkugel bildet, in dem das umliegende Material plastifiziert. Die Größe des Bereichs hängt vom inneren Druck und den mechanischen Eigenschaften dieses Materials ab. In Abb. 4.10 ist das zugrunde liegende Modell von



Abbildung 4.10: Plastische Zone um einen sphärischen oder zylinderförmigen Hohlraum nach [43]

Hill abgebildet, wobei a, b und c jeweils die Radien des Hohlraums, des umgebenden Materials bzw. der plastischen Zone beschreiben, und p den Druck im

Inneren der Blase angibt. Damit dieses Modell den Ansätzen entspricht, müssen a und c jeweils sehr viel kleiner als b sein. Hill fand für diese Problemstellung folgenden Zusammenhang zwischen den geometrischen Größen des Hohlraums und den Materialeigenschaften der umgebenden Matrix:

$$\frac{a}{c} = \frac{3(1-\nu)\sigma_y c^2}{Ea^2} - \frac{2(1-2\nu)\sigma_y}{E} \left(1 - \frac{c^3}{b^3}\right) \frac{a}{c},\tag{4.14}$$

mit den Symbolen E: E-Modul, σ_{y} : Fließspannung und ν : Poissonzahl. Geht man von einem unendlich ausgedehnten Körper aus, so entfällt mit $b = \infty$ ein Teil dieser Gleichung. Da das betrachtete Modell kugelsymmetrisch ist und keine Terme tangential zur Radialrichtung existieren, kann diese Formulierung auch für kugelsymmetrische Teilstücke verwendet werden. Damit zeigt sich der Ubergang zum Modell eines Indenters in einem unendlichen Halbraum. Zu Beginn der analytischen Betrachtung eines Indentationsexperimentes mit Hilfe der von Hill entwickelten Theorien betrachtete man einen sphärischen Indenter (z.B. von Brinell, Abb. 2.1). Dieser ersetzt den Hohlraum von Hill's Modell, während die sich ausbildenden Zonen äquivalent sind. Im Laufe der jahrelangen, sowohl experimentellen als auch numerischen Untersuchungen zeigte sich, dass das von Johnson entwickelte "expanding cavity model" auch für spitze Indenter anwendbar ist. Ausschlaggebend für die Größe der plastischen Zone ist nicht die Form des Indenters, sondern nur das von ihm verdrängte Volumen, wobei die Form der Zone immer sphärisch ist (siehe auch [13], [74] und [46]). Damit kann das in Abb. 4.11 dargestellte Modell eines Indentationsexperiments mit Gleichung (4.14) beschrieben werden. Der Kern wird als hydrostatisch angenommen, sodass der Druck des Indenters auch auf der Grenze zur plastischen Zone wirkt. Hill und Johnson [46] geben für den Druck an dieser Grenze folgende Gleichung an:

$$\frac{\overline{p}}{\sigma_y} = \frac{2}{3} + 2\ln\left(\frac{c}{a}\right). \tag{4.15}$$

Der Druck \overline{p} entspricht aber genau der Grundgleichung der Härte des Berkovich-Indenters (Gleichung (2.16)) und kann damit durch diese ersetzt werden. Wird Gleichung (4.15) in Gleichung (4.14) eingesetzt, so kann ein mathematischer Zusammenhang zwischen den Materialeigenschaften der Probe und den Dimensionen der plastischen Zone unter der Indenterspitze hergestellt werden:

,

$$\frac{HN}{E} = \frac{2}{9} \frac{1 + \ln\left(\frac{c^3}{a^3}\right)}{(1 - \nu)\frac{c^3}{a^3} - \frac{2}{3}(1 - 2\nu)}.$$
(4.16)

Ziel ist es, das Verhältnis von c zu a als Funktion der Materialeigenschaften HN, E und ν angeben zu können. Gleichung (4.16) ist aber eine transzendente Gleichung und kann damit nicht analytisch in die gewünschte Form gebracht werden. Aus diesem Grund hat sich die Darstellung dieser Gleichung in einem doppeltlogarithmischen Diagramm mit den Werten E/HN auf der Abszisse und



Abbildung 4.11: Schematische Darstellung einer elastisch-plastischen Indentierung durch einen spitzen Indenter, beschrieben mit dem "expanding cavity model"

c/a auf der Ordinate als vorteilhaft erwiesen (beispielhaft für $\nu = 0, 3$ in Abb. 4.12 dargestellt). Eine graphische Auswertung dieser Funktion in logarithmischer Darstellung (siehe Abb. 4.12) zeigt einen nahezu linearen Verlauf, d.h. ein Potenzgesetz beschreibt den Graphen sehr gut. Man kann daher Gleichung (4.16) durch ein einfaches Potenzgesetz ersetzen:

$$\frac{c}{a} = \left(\frac{E}{HN}\right)^m,\tag{4.17}$$

wobei der Exponent m von der Poissonzahl abhängt. In Abb. 4.13 ist der vernachlässigbare Einfluss der Poissonzahl auf den Exponenten dargestellt. Je nach Art der Interpolation und Grenzen des Definitionsbereichs von $\frac{c}{a}$ variiert der ermittelte Exponent zwischen 0,37 und 0,41.

In der Veröffentlichung von Lawn [49] wird angenommen, dass man das Volumen des hydrostatischen Kerns mit dem durch den starren Indenter verdrängten Volumen gleichsetzen kann. Demnach hat die Halbkugel, welche den Kern bildet, das doppelte Volumen des Indenters (Indentervolumen + Volumen des verdrängten Materials):

$$\frac{2}{3}\pi a^{3} = 2\frac{1}{3}A_{\text{proj}}h_{c}$$

$$\Rightarrow \frac{2}{3}\pi a^{3} = \frac{2}{3}\pi r_{c}^{2}h_{c}$$

$$\Rightarrow \frac{2}{3}\pi a^{3} = \frac{2}{3}\pi r_{c}^{3}\cot\psi,$$
(4.18)



Abbildung 4.12: Darstellung der Gleichung (4.16) (links) und die mittels Potenzgesetz gefittete Funktion (Funktionswerte deckungsgleich mit Fit)



Abbildung 4.13: Exponent m der mittels Potenzgesetz interpolierten Funktion 4.17 in Abhängigkeit von der Poissonzahl

mit dem Kontaktradius r_c und der Eindringtiefe h_c (siehe Abb. 4.11). Zusätzlich wurde hier der pyramidenförmige Indenter nach Berkovich in einen Konus mit gleichem Verhältnis von Eindringtiefe zu Grundfläche gewandelt. Der Winkel ψ wird deshalb als "äquivalenter Konuswinkel" (*engl.:* equivalent cone angle) bezeichnet, der bei einem Berkovichindenter $\psi = 70, 2^{\circ}$ beträgt. Die Beziehung zwischen Radius des Kerns und dem Kontaktradius ergibt sich damit zu:

$$a^3 = r_c^3 \cot \psi, \tag{4.19}$$

welche wiederum in Gleichung (4.17) eingesetzt werden kann:

$$\frac{c}{r_c} = \left(\frac{E}{HN}\right)^m (\cot\psi)^{1/3}.$$
(4.20)

Aus der projizierten Fläche A_{proj} , die während der Auswertung eines Indentationsexperimentes ermittelt wurde, kann nun auf den Kontaktradius und damit mittels Gleichung (4.20) auf die Größe der plastischen Zone geschlossen werden. Da die durch den Indenter ausgeübte Last auch auf die Grenze zwischen elastischem und plastischem Bereich wirkt, kann mit Hilfe der Halbkugeloberfläche der plastischen Zone auf die radiale Spannung an dieser Stelle geschlossen werden:

$$\sigma_{r}(c) = \frac{P_{\max}}{\frac{1}{2}4c^{2}\pi} = \frac{P_{\max}}{2\pi \left(\sqrt{\frac{A_{\text{proj}}}{\pi}} \left(\frac{E}{HN}\right)^{m} (\cot\psi)^{1/3}\right)^{2}} \\ = \frac{P_{\max}}{2A_{\text{proj}} \left(\frac{E}{HN}\right)^{2m} (\cot\psi)^{2/3}} = \frac{HN}{2\left(\frac{E}{HN}\right)^{2m} (\cot\psi)^{2/3}}$$
(4.21)



Abbildung 4.14: Berechnung der Fließspannung mit Hilfe der plastischen Zone

Unter der Annahme, dass bezüglich eines sphärischen Koordinatensystems $(\mathbf{r}, \varphi, \vartheta)$ die Komponenten σ_{φ} und σ_{ϑ} des Spannungstensors Null sind, kann mittels des Fließgesetzes von v. Mises (Gleichung (3.13)) die Fließspannung σ_y bestimmt werden (siehe auch Abb 4.14):

$$\sigma_y = \sigma_r(c). \tag{4.22}$$

Es ist zu beachten, dass hier die Annahme zugrunde liegt, dass die Oberfläche des Materials um den Indenter eben bleibt. Wie zuvor festgestellt, erfüllen die wenigsten Materialien diese Bedingung. Deshalb sollen an dieser Stelle die Auswirkungen der verschiedenen Oberflächentopologien beschrieben werden. Das Material, welches an den Rändern des Eindringkörpers in vertikaler Richtung verschoben wird ("pile up" und "sink in"), findet in den Theorien von Hill und Johnson keine Beachtung. Bleibt man jedoch bei der Annahme, dass die Volumina von hydrostatischem Kern und eingedrungenem Indenter identisch sind, variiert die Größe des Kerns durch verschiedene Oberflächendeformationen. Das fehlende Volumen bei einem "sink in" bzw. das zusätzliche Volumen bei auftretendem "pile up" müssen mit in die Betrachtung des hydrostatischen Volumens einbezogen werden (siehe Abb. 4.15). Bei einem Einsinken des Materials muss die Volumendifferenz zum



Abbildung 4.15: Abweichung des hydrostatischen Volumens vom Idealzustand

idealen Zustand als zusätzliches Volumen des Kerns angenommen werden. D.h. der Radius des Kerns vergrößert sich. Im umgekehrten Fall muss das aufgeworfene Material vom Volumen des Kerns abgezogen werden, so dass der Radius kleiner wird als angenommen. Aus Gleichung (4.14) ist ersichtlich, dass das Verhältnis der Radien von Kern und plastischer Zone konstant bleibt. Somit gelten die Einflüsse der Oberflächeneffekte auch auf den Radius der plastischen Zone. Dadurch verändert sich die berechnete Fließspannung des Materials. Bei einem "sink in" wird die Spannung durch den vergrößerten Radius kleiner als berechnet und im Falle eines "pile up" wird sie größer.

Leider ist es ohne Analyse der Oberfläche (z.B. durch die Verwendung eines AFM's (atomic force microscope), siehe auch [57]) nicht möglich, die Abmessungen der Randeffekte zu bestimmen. Da die Volumendifferenz im Vergleich zum Gesamtvolumen verhältnismäßig klein ist, können die berechneten Spannungen als Näherung zum wahren Wert der Fließspannung angenommen werden. Andererseits können die berechneten Fließspannungen mit dem in diesem Kapitel angegebenen Kriterium für die Topologie der Oberfläche ($\frac{h_f}{h_{\text{max}}} < 0,7$) als obere bzw. untere Schranke gewertet werden.

4.1.3 Bestimmung von Kriecheigenschaften mittels Nanoindentation

Wie in diesem Kapitel schon erwähnt, muss bei Materialen, deren kritische homologe Temperatur bei Raumtemperatur überschritten wird, eine Haltephase während der Indentation dieser Materialien beachtet werden. Diese wurde ursprünglich nur für das Ausklingen des Kriechvorgangs benutzt, um mit einer rein elastischen Entlastung den reduzierten E-Modul zu ermitteln (siehe Abschnitt 4.1.1). Die Daten dieser Haltephase werden im Allgemeinen nicht betrachtet.

Die bei konstanter Last gemessene Zeit-Eindringtiefen-Kurve enthält jedoch Informationen über die Kriecheigenschaften des Materials.



Abbildung 4.16: Gemessene Tiefenänderung während 20 sekündigen Haltezeiten bei konstanter Last und unterschiedlichen Eindringtiefen (Material: SnAgCu

Betrachtet man diese durch mehrere Versuche mit unterschiedlichen Eindringtiefen gewonnenen Graphen (siehe Abb. 4.16), so erkennt man den qualitativ gleichen Verlauf. Damit kann vermutet werden, dass unabhängig von der Eindringtiefe Aussagen über die durch Kriechen hervorgerufenen Deformationen gemacht werden können. Da die Formulierung sämtlicher Kriechgesetze auf dem einachsigen Zugversuch basieren, enthalten sie die Dehnung ε bzw. die Dehngeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}$. Im Gegensatz zum Zugversuch kann bei einem Indentationsexperiment die Dehnung nicht auf so einfache Weise bestimmt werden, da der Zusammenhang zwischen Dehnung und Eindringtiefe nichtlinear ist.

Durch die geeignete Verknüpfung von FE-Simulation mit einem Optimierungsverfahren könnte aus den Daten der Haltezeit auf ein Kriechgesetz geschlossen werden. Dies soll jedoch nicht Teil dieser Arbeit sein.

4.2 Miniaturzugmaschine

Die mittels Nanoindentation ermittelten elastischen und plastischen Materialparameter sollen neben dem Vergleich mit Literaturdaten (siehe Kapitel 5) auch durch Ergebnisse aus einem Standardtest bekräftigt werden.

Zur Ermittlung elasto-plastischer Materialparametern von Metallen benötigt man das in Kapitel 3 erläuterte Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Dieses ist am einfachsten mit einem einachsige Zugversuch zu bestimmen, welcher daher nach wie vor das bevorzugte experimentelle Mittel für diese Art der Materialuntersuchung ist. Im Wesentlichen werden mit dieser Methode axialsymmetrische Probekörper mit Durchmessern zwischen 3-30 mm untersucht (der Zugversuch und die Gestalt der Proben sind genormt [25]). Mit den gewonnenen Kurven können E-Modul, Fließspannung, Zugfestigkeit und Bruchdehnung des untersuchten Materials bestimmt werden (siehe Abb. 4.29).

In Anlehnung an dieses etablierte Verfahren sollen nun Lotwerkstoffe mit einem möglichst geringen, den Verhältnissen der Mikroelektronik angepassten, aber dennoch experimentell handhabbaren Volumen untersucht werden. Die Form der gegossenen Probekörper orientiert sich dabei an den genormten, jedoch sehr viel größeren Proben der herkömmlichen Zugversuche (Größe und Geometrie der verwendeten Probekörper sind in Abb. 4.20 dargestellt). Die Probekörper, welche für diese Arbeit verwendet wurden, stammen vom Fachbereich für Elektrotechnik der FH Augsburg. Da sich die aufzubringende Zugkraft mit dem verringerten Querschnitt reduziert und die zu messenden Dehnungen durch die kurze Messstrecke sehr gering ausfallen, müssen sowohl die Kraftmessung, als auch die Wegmessung sehr genau erfolgen. In diesem Kapitel sollen die für kleine Proben konzipierte Messapparatur und die Auswerteprozedur erklärt werden.

4.2.1 Aufbau der Versuchseinrichtung

Die Zugversuche werden mit der von der Firma *MTS* hergestellten Miniaturzugmaschine Tytron-250 (siehe Abb. 4.17) durchgeführt. Diese Maschine kann eine maximale Kraft von 250 N mit einer Auflösung von 0,001 N aufbringen (Herstellerangabe nach [62]). Durch die horizontale Anordnung der Messapparatur ist diese hohe Präzision vergleichsweise einfach zu realisieren. Bei einer vertikalen Zugmaschine (übliche Anordnung bei makroskopischen Proben) muss das Gewicht des Zugarms der Maschine hydraulisch ausgeglichen werden und bei der Belastung mit berücksichtigt werden. Zusätzlich erlaubt die Bauweise der Tytron-250 deren Installation auf einer optischen Bank (schwingungsgedämpfter sehr schwerer Betonquader), wodurch externe Schwingungen als Fehlerquellen vernachlässigt werden können. Die rechnerunterstützte Steuerung ermöglicht es, komplexe Belastungsvorgänge (bestehend aus Belastungs-, Halte- und Entlastungsphasen) zu implementieren und entsprechende Messprotokolle zu erstellen. Das bei den für diese Arbeit durchgeführten Versuchen verwendete Belastungs-



schema wird später in diesem Kapitel erläutert. Die Belastung erfolgt über einen

Abbildung 4.17: Miniaturzugmaschine Tytron-250 (Bild entnommen aus [62])

Gleichstrom-Linearmotor innerhalb der sog. Arbeitszylinder-Einheit (siehe Abb. 4.17), wobei ein Luftschicht-Lager für eine nahezu reibungslose Bewegung des Arbeitszylinders sorgt. Der interne Wegmesser wird, wegen der später angesprochenen Ungenauigkeiten, nur für die Positionierung der Probeneinspannung und für eventuell nötige Notfallabschaltungen benutzt. Der Kraftaufnehmer (Kraftmessdose) ist in der Lage, sowohl Zug- als auch Druckkräfte zu messen. Durch die Installation dieses Sensors auf der gegenüberliegenden Seite der Krafteinwirkung, misst er nur die Kräfte, die auf die Probe wirken. Da das Tytron-250-System für den horizontalen Betrieb ausgelegt ist, muss die Kraftmessdose die durch die Masse der Probenhalterung verursachten Biegemomente aufnehmen können. Der hier verwendete Kraftaufnehmer ist neben der axialen Belastung von ± 250 N auch für ein Biegemoment von 2,26 Nm (ca. 3 kg Gewicht im Abstand von 75 mm) ausgelegt. Das analoge Ausgangssignal der Messdose wird in einem externen Verstärker auf ein Messsignal von ± 10 V verstärkt und anschließend an einen PC weitergeleitet. Mit diesem kann mittels einer A/D-Wandlerkarte das Signal weiterverarbeitet werden.

Die bereits erwähnte und in Abb. 4.20 abgebildete Probenform ermöglicht durch ihre konischen Köpfe die Verwendung einer Halterung, die ohne das Einklemmen der Probe auskommt. Egal wie vorsichtig man eine Probe einspannen würde, resultiert eine starre Befestigung der Versuchskörper in axialen Spannungen. Diese können bei so kleinen Proben und einem weichen Lotmaterial sehr leicht die Fließspannung übersteigen. Damit ist eine reproduzierbare Messung nicht möglich. Abb. 4.18 zeigt die für diese Probengeometrie angefertigte Halterung. In diese werden die Proben nur eingelegt und erst durch das Anziehen der Maschine festgehalten. Somit kann die Befestigung der Probe als ein Teil-



Abbildung 4.18: Schematische Darstellung der Probenhalterung (links), Foto der an der Zugmaschine befestigten Halterung



Abbildung 4.19: Laserextensometer P50 der Firma *Fiedler Optoelektronik GmbH* (Bild entnommen von [94]), rechts im Verbund mit der Zugmaschine Tytron-250

schritt des Zugversuchs durchgeführt werden und führt nicht zu einer Manipulation der Ergebnisse. Dafür wird mit einem locker in die Halterung gelegten Probekörper der Versuch mit sehr kleiner Vorschubgeschwindigkeit gestartet. Erst bei der Überschreitung einer geringen, zuvor definierten Zugkraft wird der Versuch mit normaler Zuggeschwindigkeit durchgeführt.

Wie schon angedeutet, muss auch die Genauigkeit der Wegmessung den gestiegenen Anforderungen durch die geringe Größe der Testkörper erfüllen. Das bei Schraubverbindungen immer auftretende mechanische Spiel innerhalb der Probenhalterung führt zu einer sehr ungenau messbaren Dehnung der Probe mit Hilfe des Feinwegaufnehmers der Zugmaschine. Dieser ist innerhalb des Arbeitszylinders, also in einer Achse mit der Kraftmessdose, der Halterung und der Probe angebracht und wertet das Spiel der Halterung als Dehnung der Probe (Vergleichsmessungen haben einen Unterschied von teilweise 50% ergeben). Deshalb ist eine von der Maschine und Probenhalterung unabhängige Wegmessung erforderlich, welche durch die Verwendung eines Laserextensometers (siehe Abb. 4.19) gewährleistet wird.

Ein Laserextensometer besteht aus einer sog. "Scanner"- und der "Receiver"-Einheit. Erst im Verbund ermöglichen sie die Vermessung von zuvor speziell markierten Wegstrecken. Vom Scannermodul wird ein möglichst stark fokussiertes Lasersignal auf die zu vermessende Probe gesandt und dessen Reflektion vom Receivermodul registriert. Da das Lasersignal nicht statisch ist, sondern sich durch rotierende Spiegel oder Prismen (siehe Abb. 4.22) längs der Probenachse bewegt, wird die gesamte Probe abgetastet. Der Laserstrahl muss dafür exakt auf die Probe gerichtet werden und diese immer auf der Längsachse treffen (siehe Abb. 4.21). Dabei werden die Reflektionseigenschaften des Versuchskörpers ausgenutzt, um ein Helligkeitsprofil der abgetasteten Oberfläche zu erstellen. Bei einer homogenen Fläche, ist die registrierte Helligkeit der Reflektion konstant. Durch (meist) weiße Markierungen auf der Probenoberfläche kann ein wohldefinierter Ausgangsabstand festgelegt werden. In Abb. 4.20 ist die durch schmale weiße Klebestreifen



Abbildung 4.20: Miniaturzugprobe mit Markierungsstreifen für den Laserextensometer und Darstellung der gemessenen Ausgangslänge (Probekörper der FH Augsburg)

markierte Probe abgebildet. Um unnötige zusätzliche Reflexionen zu vermeiden, sollten alle Bereiche der Zugmaschine, auf die der Laserstrahl während der Messungen fällt, mit einem schwarzen (möglichst rauen) Material abgedeckt werden. Die Verwendung von Klebestreifen hat sich durch ihre scharfe Grenze als vor-



Abbildung 4.21: Zerrissene Probe mit Lasermarkierung (die Filzstreifen auf den Halterung verbessern die Signalqualität)

teilhaft erwiesen (siehe dazu Abb. 4.23). Das Besprühen der Probe mit Farbe erzeugt trotz sehr feiner Schablonen keine scharfe Markierung, sodass der Helligkeitsanstieg beim Übergang diffus ist. Wie später erklärt wird, ist ein sprunghafter Helligkeitswechsel für eine exakte Wegmessung notwendig.



Abbildung 4.22: Arbeitsprinzip des Laserextensometers mit rotierendem planparallelem Kubus [32]

Der für die hier ausgewerteten Versuche benutzte Extensometer arbeitet mit einem rotierenden planparallelen Kubus. Während mit einem Spiegel höchstens zwei Scans pro Umdrehung durchgeführt werden können (beidseitige Verspiegelung ist nötig), können mit dieser Anordnung bei Bedarf bis zu vier Scans erfolgen. Bei einer Rotationsfrequenz von $f_{\text{Laser}}=50$ Hz kann demnach eine Abtastrate von maximal $f_{\text{Laser}}=200$ Hz realisiert werden. Damit können schnell ablaufende Deformationsprozesse untersucht werden.

Der Laser benötigt bei den Messungen 0,02 s (bei 50 Hz) bzw. 0,005 s (bei 200 Hz) für einen Scan. Bei einer angenommenen Messstrecke von 5 mm und einem maximalen Fehler der Wegmessung von $\Delta l_{\text{max}} = 0,1\%$ darf folgende Belastungsgeschwindigkeit nicht überschritten werden:

$$v_{\rm max} = \Delta l_{\rm max} \cdot f_{\rm Laser} \tag{4.23}$$

$$v_{\text{max50Hz}} = 0,005 \,\text{mm} \cdot 50 \,\text{Hz} = 0,25 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$$
 (4.24)

$$v_{\text{max200Hz}} = 0,005 \,\text{mm} \cdot 200 \,\text{Hz} = 1 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$$
 (4.25)

Wird die Belastungsgeschwindigkeit der Zugmaschine über diese Werte gesteigert, wirkt sich die Laufzeit des Lasers während eines Scans als Messfehler aus.

Zusätzlich zur hohen Abtastrate bietet der Laserextensometer mit rotierendem planparallelen Kubus den Vorteil der Unabhängigkeit vom Abstand zwischen Testkörper und Extensometer, da der Laserstrahl durch den Kubus parallel in Richtung Probe gesandt wird (siehe Abb. 4.22). Geräten, die einen Spiegel benutzen, haben diesen Vorteil nicht. Bei der Verwendung einer Abtastrate von 50 Hz ist darauf zu achten, dass sämtliche optische Signale mit der gleichen Frequenz vom Receiver detektiert werden. Die meisten Leuchtstoffröhren arbeiten durch die in Deutschland übliche Netzspannungsfrequenz von 50 Hz ebenfalls in diesem Bereich. Bei eingeschalteter Laborbeleuchtung verschlechtert sich das Signal des Laserextensometers drastisch. Daher wurden die Versuche bei geeignete Beleuchtung (Glühlampen) oder im abgedunkelten Labor durchgeführt.

Das vom Extensometer gemessene Signal wird für die Bestimmung der Dehnung der Probe nicht direkt verwendet. Abb. 4.23 zeigt schematisch das durch die Klebestreifen auf der Probe resultierende Signal und die entsprechenden ersten und zweiten Ableitungen. Anhand der Nulldurchgänge der zweiten Ableitung des



Abbildung 4.23: Schema der Signalanalyse des Laserextensometers [32]

Messsignals kann die Position der hell-dunkel Übergänge bestimmt werden. Aus den bei der Dehnungsmessung verwendeten zwei weißen Klebestreifen resultieren daher vier Nullstellen der zweiten Ableitung. Der an den Laserextensometer angeschlossene Rechner muss die Anzahl der Markierungen kennen, um daraus den Weg berechnen zu können. Bei Betrachtung der Auswertemethode wird deutlich, wie wichtig eine scharfe Trennung der Markierung zum Probenmaterial ist. Ein diffuser Übergang erzeugt eine nicht monoton ansteigende Signalstärke. Damit entsteht unter Umständen eine zweite Ableitung mit mehr als einer Nullstelle pro Helligkeitswechsel. Durch eine Limitierung der Auswertung über einer selbst definierten Signalstärke kann den Auswirkungen einer verwischten Markierung entgegengewirkt werden. Ist die Signalstärke aber ohnehin schon sehr schwach (durch Raumbeleuchtung, zu schmale Markierung oder unzureichender Unterschied zwischen Probe und Markierung) kann auch die Signalbearbeitung kein gutes Ergebnis produzieren. Im schlimmsten Fall ist das Signal nicht mehr auswertbar.

4.2.2 Automatische Messprozedur

Wie im vorherigen Unterkapitel erwähnt, wird die Miniaturzugmaschine durch ein Programm gesteuert, mit dem der Arbeitszylinder manuell verfahren werden kann oder eine selbständig ablaufende Messprozedur die Steuerung übernimmt. Für die Reproduktion von Ergebnissen ist die computergesteuerte Variante zu bevorzugen. Aus diesem Grund wurde eine Messprozedur entwickelt, die nach dem Einlegen der Probe in die Halterung die Versuchsdurchführung und Datenaufnahme übernimmt. Aus Sicherheitsgründen enthält die Prozedur neben den für die eigentliche Messung zuständigen Prozessen weitere Kontroll- und Abschaltprozesse, auf die an entsprechender Stelle hingewiesen wird.

Abb. 4.24 zeigt den modularen Programmaufbau der Messprozedur, wobei sich die ungeordnete Nummerierung der Prozesse aus der Entwicklung des Programms erklärt. In Tabelle 4.3 werden die Funktionen hinter den einzelnen Prozessen beschrieben. Durch das Zusammenspiel der einzelnen Programmteile wird eine weggesteuerte Belastungskurve, wie sie in Abb. 4.25 dargestellt wird, erzeugt. Dieses Messprogramm wurde nicht in einem Stück geschrieben, sondern wurde mit den Erfahrungen von vielen Messungen immer wieder modifiziert und ergänzt. Die Haltezeiten und Sicherkeitsgrenzen sind somit reine Erfahrungswerte.

Im ersten Schritt (Prozess6) wird die Maschine auf die zuvor festgelegte Nullposition gefahren. Da alle Proben die ähnliche Abmessungen haben (wurden alle in der gleichen Form gegossen), sollte die Kraft an dieser Stelle ebenfalls Null sein. Zur Sicherheit wird die Kraft zu diesem Zeitpunkt durch Prozess12 limitiert. Im Anschluss an die Positionierung wird der Arbeitszylinder noch einmal um 0,1 mm verschoben, um die durch die Kraftgrenzen eventuell anliegenden 0,7 N zu entlasten. In der anschließenden Haltephase (Prozess4) soll sich die Maschine beruhigen und dem Experimentator die Möglichkeit gegebenen werden der Versuch abzubrechen (falls z.B. die Probe verkantet ist). Mit dem Beginn dieser Haltephase wird die Datenerfassung mit 75 Hz gestartet (Prozess2). Zusätzlich werden die für eine Lotprobe realistischen Kraftgrenzen festgelegt (Prozess7) und für die sofortige optische Kontrolle des Versuchs ein Kraft-Weg-Diagramm aufgerufen. Im Anschluss daran startet mit Prozess1 der eigentliche Zugversuch mit

	Procedure Editor < TU-B	erlin_180604.cfg > lot_8mm	_We_dynam.000 - [💶 🗙		
File	Edit Group Display 1	Fools Window Help	X		
	<u> 위 🖬 </u> 도 📥 🕓		9		
Туре	Name	Start	Interrupt		
	Prozess6	<procedure>.Start</procedure>	Prozess12.Done		
	Prozess12	<procedure>.Start</procedure>	Prozess3.Done		
	Prozess13	<procedure>.Start</procedure>	Prozess3.Done		
	Prozess3	Prozess6.Done			
	Prozess4	Prozess3.Done			
	Prozess7	Prozess3.Done			
	Prozess8	Prozess3.Done			
2	Prozess2	Prozess3.Done			
	Prozess9	Prozess4.Done			
	Prozess1	Prozess4.Done	Prozess7.Done Prozess9.Done		
	Prozess5	Prozess1 Done			
		Flozessi.Done			
	Prozess11	Prozess5.Done			
	Prozess10	Prozess5.Done	Prozess11.Done		
	Prozess14	Prozess10.Done			
Procedure is done when Prozess14.Done					
Ready					



einer Geschwindigkeit von 10 mm/min und einer maximalen Verlängerung von 9 mm. Die Abbruchbedingung wird in Prozess9 festgelegt. Nach einer kurzen Haltephase von einer Sekunde wird der Arbeitszylinder so zurückgefahren, dass die Probenteile gut zu entnehmen sind und eine neue Probe eingelegt werden kann. Eine Limitierung der Kraft verhindert das eventuelle Zusammenstoßen der Haltevorrichtungen für die Proben.
Name	Prozessart	Prozessinhalt
Prozess6	Rampenfunktion	weggesteuert, 0.05 mm/s , auf 0.0 mm absolut
Prozess12	Grenzwert	Kraft -2 bis 0,7 N
Prozess13	Grenzwert	Dehnung Laserext0,004 $\%$
Prozess3	Rampenfunktion	weggesteuert, 0.01 mm/s , -0.1 mm relativ
Prozess4	Haltephase	weggesteuert, 10 s
Prozess7	Grenzwert	Kraft -0,5 bis 70 N
Prozess8	Plot	Kraft-Weg-Diagramm zur Kontrolle
Prozess2	Aufzeichnung	Datenaufzeichnungsrate 75 Hz
Prozess9	Messabbruch	0,3~%von maximaler Kraft
Prozess1	Rampenfunktion	weggesteuert, 10 mm/min, max. 9 mm
Prozess5	Haltephase	weggesteuert, 1 s
Prozess11	Grenzwert	Kraft -0,3 N
Prozess10	Rampenfunktion	weggesteuert, 10 mm/s , -3 mm absolut
Prozess14	Haltephase	weggesteuert, 2 s

Tabelle 4.3: Prozessbeschreibungen der Messprozedur für Miniaturzugversuch (Reihenfolge angepasst an Abb. 4.24)



Abbildung 4.25: Schematische Darstellung der Versuchsprozedur (die Beschriftungen entsprechen den Prozessnummern aus Tabelle 4.3)

4.2.3 Verfahren zur Auswertung der Zugversuche

Durch die computergesteuerte Messung und Datenerfassung entsteht zu jedem Zugversuch eine Datei, in der sämtliche relevanten Daten gespeichert sind (Kraft, Dehnung, absolute Längenänderung). Diese Rohdaten sind völlig unbearbeitet und müssen möglichst automatisiert in ein Format gebracht werden, mit dem die mechanischen Parameter der Probe bestimmt werden können. Zu diesem Zweck wurde ein MatLab-Programm geschrieben, welches mit der interaktiven Hilfe des Benutzers aus den Rohdaten die mechanischen Materialkennwerte der einzelnen Proben ermittelt. In diesem Kapitel soll der Bearbeitungsprozess beschrieben werden.

Die von der Kraftmessdose ermittelte Zugkraft kann mit Hilfe des Ausgangsquerschnitts der Probe (siehe Abb. 4.20) in die entsprechende Spannung umgerechnet werden. Wegen der begrenzten maximalen Last und für eine einfache Handhabung bei der Auswertung wurden die Proben mit einem Durchmesser von 1 mm gefertigt. Da die Proben mittels einer Gussform hergestellt wurden, sind innerhalb einer Charge keine bedeutenden Schwankungen festgestellt worden. Allerdings haben schon geringe Änderungen im Querschnitt massive Auswirkungen auf die Spannung (siehe Kapitel 7.2), weswegen bei jeder einzelnen Probe der gemessene Durchmesser während der Auswerteroutine eingegeben werden muss. Die Spannung kann aus der Kraft und der Ausgangskreisfläche mit dem entsprechenden Durchmesser berechnet werden.



Abbildung 4.26: Spannungs-Dehnungs-Diagramm einer Miniaturzugprobe, Nahansicht des Koordinatenursprungs verdeutlicht die notwendige Verschiebung des Graphen (rechts)

Abb. 4.26 zeigt das so aus den Versuchsdaten gewonnene Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Die Nahansicht im rechten Bild zeigt eine Punktewolke, die aus leichten Fluktuationen während der Haltephase (Prozess4) resultiert. Diese ist durch geringe Abweichungen der Kalibrierung bzw. einer Temperaturdifferenz von wenigen Grad aus dem Ursprung des Koordinatensystems verschoben. Um möglichst viele Fehlerquellen zu eliminieren, wird auch diese kleine Abweichung korrigiert. Dafür wird der Schwerpunkt der Datenwolke bestimmt und jeweils eine Abweichung $\Delta \sigma$ und $\Delta \varepsilon$ zum Nullpunkt ermittelt. Der gesamte Graph wird nun korrigiert, indem sämtliche Messpunkte um diese Differenzen verschoben werden.

Aus dem verschobenen Graphen werden im Anschluss die Wertepaare bis zur Hälfte der maximalen Spannung entnommen. Dieser Teil der Daten enthält den elastischen Anteil der Spannungs-Dehnungskurve und wird für die Bestimmung des E-Moduls und der Fließspannung verwendet. Ein größerer Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve enthält keine zusätzlichen Informationen bzgl. des elastischen Bereichs und ist daher für die Bestimmung des E-Moduls ungeeignet. Die im Bereich kleiner Dehnung noch verstärkt auftretenden Schwankungen der Messwerte erschweren die Ermittlung des elastischen Anstiegs der Kurve. Zusätzlich reduziert das frühzeitige Plastifizieren des Materials die Länge des elastischen Bereiches, so dass eine Aussage über einen linearen Verlauf der Messwerte in einem kleinen Bereich mit relativ großer Streuung gemacht werden muss. Aus diesem Grund werden sämtliche Dehnungen in Intervallen mit einer Breite von 1 N gemittelt und somit zu einem einzelnen Messpunkt vereinigt (siehe Abb. 4.27). Die Bandbreite von 1 N hat sich als optimal herausgestellt, da ein schmalerer Bereich zu viele Schwankungen enthält und das anschließende Fitting beeinträchtigt. Breitere Intervalle verringern den Informationsgehalt der Messkurven derart, dass eine sinnvolle Materialparameterbestimmung nicht mehr möglich ist. Diese gemittelten Punkte entsprechen den Schwerpunkten aller Datenpaare in den einzelnen Intervallen.



Abbildung 4.27: Darstellung der Messwertmittlung im Bereich bis zur Hälfte der maximalen Spannung

Diese Punkte können nun durch ein Polynom *n*-ter Ordnung dargestellt werden. Dabei ist es die Aufgabe des Experimentators, die beste Darstellung der gemittelten Messwerte durch geeignete Wahl der Polynomordnung zu finden. Die optimale Funktion ist stetig steigend und besitzt im Bereich des Koordinatenursprungs eine stetige und möglichst geringe Krümmung. Mittels dieses Polynoms kann nun der E-Modul berechnet werden. Dazu wird die erste Ableitung der Funktion am Ursprung berechnet:

$$\sigma = a_0 + a_1\varepsilon + a_2\varepsilon^2 + a_3\varepsilon^3 + \ldots + a_i\varepsilon^i \tag{4.26}$$

$$E = \left(\frac{\mathrm{d}\sigma}{\mathrm{d}\varepsilon}\right)_{\varepsilon=0} = a_1. \tag{4.27}$$

In Abb. 4.28 werden Polynome verschiedener Ordnungen für die gleichen Messwerte dargestellt. Gut zu erkennen ist die Auswirkung der Krümmung des Graphen im Ursprung auf den E-Modul. Dieses kann wie im Beispiel gezeigt zum Teil unrealistische Werte annehmen, wenn ein ungünstiger Polynomgrad gewählt wird. Generell sollten möglichst kleine Ordnungen benutzt werden, da die Messkurve zwar nicht genau abgebildet wird, aber störende Fluktuationen der Funktion ausgeschlossen werden (treten meist ab 5. Ordnung auf). Teilweise



Abbildung 4.28: Vergleich von Gestalt und Auswirkungen auf das Ergebnis von Polynomen erster bis vierter Ordnung für die Bestimmung des E-Moduls

zeigen sich diese im Bereich des Nullpunkts, sind visuell oft nicht erkennbar und stören daher unerkannt den Wert des E-Moduls.

Mit Hilfe des elastischen Moduls lassen sich weitere mechanische Kennwerte der Proben bestimmen. Da Lotmaterialien sehr duktil sind, ist kein eindeutiger Übergang zwischen elastischer und plastischer Deformation feststellbar. Daher wird hier die bei Stählen oft eingesetzte 0,2%-Dehngrenze $R_{p0,2}$ verwendet, um die Grenze zwischen Elastizität und Plastizität zu beschreiben. Dafür wird die elastische Gerade parallel auf 0,2% Dehnung verschoben und beim Schnitt mit der Messkurve die Spannung ermittelt (siehe Abb. 4.29). Diese Spannung wird im Folgenden als Fließspannung (auch als Streckgrenze bezeichnet) angenommen.



Abbildung 4.29: Schema zur Bestimmung der mechanischen Kennwerte mittels Spannungs-Dehnungs-Diagramm (dehnungsgesteuert)

Weitere Materialkennwerte, die aus der Spannungs-Dehnungskurve entnommen werden können, sind die Zugfestigkeit $R_{\rm m}$ (maximale Spannung) und damit verbunden die Gleichmaßdehnung $A_{\rm g}$. Diese kann durch eine parallel zur elastischen Geraden verlaufende Verbindung zwischen dem Punkt maximaler Spannung und der Abszisse bestimmt werden. Der Schnitt dieser Gerade mit der Achse der Dehnung entspricht der Gleichmaßdehnung. Die Bruchdehnung A (Dehnung zum Zeitpunkt des Versagens der Probe) kann durch die weggesteuerte Durchführung der Versuche direkt abgelesen werden, da die Spannung beim Versagen der Probe bis auf Null sinkt. Im Gegensatz dazu ist eine kraftgesteuerte Messung für die Bestimmung der Bruchdehnung ungeeignet. Die Probe reißt nach dem erreichen der Zugfestigkeit sofort, da die Zugkraft kontinuierlich weiter erhöht wird.

Für die bessere Vergleichbarkeit der Messergebnisse mehrerer Probenchargen und verschiedenen Versuchseinrichtungen werden in die Ausgabedatei nicht nur die ermittelten Materialparameter, sondern auch versuchsspezifische Randbedingungen festgehalten. Darunter zählen die Anfangslänge der Messstrecke zwischen den weißen Markierungen l_0 und die Dehnrate $\dot{\varepsilon}$:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{v_0}{60\frac{\mathrm{s}}{\mathrm{min}} \cdot l_0},\tag{4.28}$$

mit der zuvor festgelegten Dehngeschwindigkeit $v_0=10 \text{ mm/min}$ (siehe Prozess1 in Tabelle 4.3).

Kapitel 5

Relevante Materialdaten aus der Literatur

Die in dieser Arbeit gemessenen Materialdaten besitzen alleine betrachtet wenig Aussagekraft. Erst mit dem Vergleich zu existierenden Messwerten anderer Institutionen kann die Güte und Relevanz der hier ermittelten Daten festgestellt werden. Dabei ist besonderes Augenmerk auf Messgrößen zu legen, die mit einem völlig unabhängigen Messverfahren gewonnen wurden. Aber auch der Vergleich zu anderen Härtemessungen kann die Qualität der durch Nanoindentation erzeugten mechanischen Eigenschaften der untersuchten Materialien aufzeigen.

Deshalb soll an dieser Stelle eine Zusammenstellung von Materialdaten erfolgen, die das elastische und plastische Verhalten dieser Stoffe charakterisieren. Dabei werden im Hinblick auf die Zielsetzung dieser Arbeit nur bleifreie Lotwerkstoffe und deren intermetallische Komponenten betrachtet.

Material	Nanohärte HN	Besonderheiten	Referenz
SnAgCu			•
SnAg4Cu0,5	0,21 GPa	Nanoindentation	[29]
	0,19 GPa	Nanoindentation	[28]
SnAg3,8Cu0,7	0,18 GPa	aus Mikrovickershärte	[59]
	0,22 GPa	Nanoindentation (3 mN)	[51]
SnAg3,8Cu0,5	$0,21~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[29]
SnAg3,5Cu0,5	0,21 GPa	Nanoindentation	[29]
SnAg			
SnAg3,5	0,16 GPa	aus Vickershärte	[44]
	$0,27~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[19]
IMC			·
Cu_3Sn	$6, 2 \pm 0, 3$ GPa	Nanoindentation	[73]
	3,7 GPa	aus Vickershärte, Raumtemperatur	[77]
	$4,6\pm0,1~\mathrm{GPa}$	aus Vickershärte, Raumtemperatur, in Bulk, Belastung: 2-10 N	[35]
	$6, 12 \pm 0, 2$ GPa	Nanoindentation	[19]
	$6,5~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[55]
$\mathrm{Cu}_6\mathrm{Sn}_5$	$6,5\pm0,3~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[73]
	4,8 GPa	Nanoindentation	[29]
	$6,6\pm0,2~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[15]
	4,1 GPa	aus Vickershärte, Raumtemperatur	[77]
	$3,8\pm0,1~\mathrm{GPa}$	aus Vickershärte, Raumtemperatur, in Bulk, Belastung: 0,5-1 N	[35]
	5,8 GPa	Nanoindentation	[14]
	$6,38\pm0,2~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[19]
	5,9 GPa	Nanoindentation	[55]
Ag_3Sn	$2,9\pm0,2~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[73]
	$2,95\pm0,04~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[60]

60

Relevante Materialdaten aus der Literatur

wird fortgesetzt

Fortsetzung			
Material	Nanohärte HN	Besonderheiten	Referenz
	0,79 GPa	Nanoindentation, kleine Partikel	[29]
	$0,57~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation, kleine Partikel	[28]
	$2,5\pm0,3~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[15]
	$1,30\pm0,1~\mathrm{GPa}$	aus Vickershärte, Raumtemperatur, in Bulk, Belastung: 1-10 N	[35]
	$1,87\pm0,1~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation (3 mN)	[51]
	$3,25\pm0,2~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[19]
	2,9 GPa	Nanoindentation	[55]
Ni_3Sn_4	3,9 GPa	aus Vickershärte, Raumtemperatur	[77]
	$4,0\pm0,20~\mathrm{GPa}$	aus Vickershärte, Raumtemperatur, in Bulk, Belastung: 1-2 N	[35]
$(Cu,Ni)_6Sn_5$	$7,45 \pm 1,71 \text{ GPa}$	Nanoindentation	[60]
	$5,4\pm0,7~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation (5 mN)	[51]
$(Cu,Ni)_3Sn$	$6,80\pm1,60~\mathrm{GPa}$	Nanoindentation	[60]

Tabelle 5.1: Härtewerte in der Literatur



Abbildung 5.1: Gemittelte Härtewerte aus Tabelle 5.1 (Fehlverhalten symbolisieren die Minima und Maxima der zitierten Werte)

62

Material	E	σ_y	ν	Besonderheiten	Referenz
SnAgCu					
SnAg4Cu0,5	43 GPa	30 MPa	0,3		[90], [91]
	64,1 GPa	$30 \mathrm{MPa}$	$0,\!35$	Raumtemperatur	[29]
	57,32 GPa		0,34	Т1=223 К	[38]
	54,21 GPa		0,34	Т2=273 К	
	52,6 GPa		0,34	Т3=298 К	
	45,84 GPa		0,34	T4=398 K	
	100 kPa		0,34	Т5=490 К	
	59,533 - 0,067T(K) GPa			von anderen Autoren übernommen	[63]
	26,08 GPa			Nanoindentation	[28]
	41,4 GPa		0,33	Nanoindentation	[89]
SnAg3,9Cu0,6	24,224 - 0,0206T(K) GPa			von anderen Autoren übernommen	[63]
	53,000 - 0,080T(°C) GPa			von anderen Autoren übernommen	[63]
	74,84 - 44,20 GPa		0,3	-20 °C-110 °C	[50]
	74.84 - 0.08T(K) GPa		0,3		[48]
SnAg3,8Cu0,5	57,9 GPa		$0,\!35$	Raumtemperatur	[29]
SnAg3,8Cu0,7	52,6 GPa		$0,\!35$		[80]
	$44,98 \pm 7,7 \text{ GPa}$			Nanoindentation (3 mN), Raumtemp.	[51]
SnAg3,5Cu0,5	51,3 GPa		$0,\!35$	Raumtemperatur	[29]
SnAg3,5Cu0,7	26 GPa	$24 \mathrm{MPa}$		Zugversuch mittels C-Ring; T=125 °C,	[64]
				$\dot{\varepsilon} = 5, 6 \cdot 10^{-5}$	
	46 GPa	47,1 MPa		von anderen Autoren übernommen	[68]
	44 GPa	33,9 MPa		50 °C	
		23,2 MPa		75 °C	
		18,4 MPa		100 °C	
	35 GPa	10,8 MPa		125 °C	

wird fortgesetzt

63

Fortsetzung					
Material	E	$\sigma_{\mathbf{y}}$	ν	Besonderheiten	Referenz
		8,5 MPa		150 °C	
	45,6 GPa			Scherversuch an Lotball	[11]
SnAg3Cu0,5	74,419 - 0,0110T(K) GPa		0,36	von anderen Autoren übernommen	[63]
	54 GPa	25,3 MPa		von anderen Autoren übernommen	[68]
SnAg	·				
SnAg3,5	103,735 - 0,0188T(K) GPa			von anderen Autoren übernommen	[63]
	42 GPa		0,4	0 °C	[1]
	40 GPa			50 °C	
	36 GPa			100 °C	
	92,3 - 0,0149T(K) GPa				[92]
	50 GPa	18,9 MPa		einachsige Zugversuche	[47]
	26,2 GPa	22,5 MPa		Raumtemperatur	[77]
	55 GPa	$35 \mathrm{MPa}$		Small Punch Test	[65]
	$54, 5 \pm 2, 2$ GPa			Nanoindentation	[19]
	35,4 GPa				[53]
IMC					
Cu_3Sn	108,3 GPa			Raumtemperatur	[77]
	123,2 GPa		0,319	Ultraschall, Raumtemperatur	[35]
	143 GPa			Nanoindentation	[84]
	$134, 2 \pm 6, 7$ GPa			Nanoindentation	[19]
	136 GPa			Nanoindentation	[45]
	136 GPa			Nanoindentation	[55]
$\mathrm{Cu}_6\mathrm{Sn}_5$	94,2 GPa		0,35	Raumtemperatur	[29]
	$111 \pm 5 \text{ GPa}$		0,34	Nanoindentation	[15]
	$85,56\pm0,02~\mathrm{GPa}$				[16]

64

Relevante Materialdaten aus der Literatur

wird fortgesetzt

Fortsetzung					
Material	E	$\sigma_{\mathbf{y}}$	ν	Besonderheiten	Referenz
	85,56 GPa			Raumtemperatur	[77]
	96,9 GPa		0,309	Ultraschall, Raumtemperatur	[35]
	124 GPa			Nanoindentation	[84]
	$112, 3 \pm 5$ GPa			Nanoindentation	[19]
	125 GPa			Nanoindentation	[45]
	122 GPa			Nanoindentation	[55]
Ag_3Sn	$71,52 \pm 4,23 \text{ GPa}$			Nanoindentation	[60]
	51,65 GPa		0,2	Nanoindentation	[28]
	55,27 GPa		0,35	Raumtemperatur	[29]
	$70 \pm 5 \text{ GPa}$		0,34	Nanoindentation	[15]
	81,4 GPa		0,347	Ultraschall, Raumtemperatur	[35]
	$71,06 \pm 6,5$ GPa			Nanoindentation (3 mN), Raumtemp.	[51]
	$78,9 \pm 3,7$ GPa			Nanoindentation	[19]
	86,4 GPa			Nanoindentation	[55]
Ni_3Sn_4	133,3 GPa			Raumtemperatur	[77]
	118,4 GPa		0,318	Ultraschall, Raumtemperatur	[35]
	152 GPa			Nanoindentation	[84]
	142 GPa			Nanoindentation	[45]
$(Cu,Ni)_6Sn_5$	$161, 4 \pm 5, 22$ GPa			Nanoindentation	[60]
	$108, 27 \pm 6, 6$ GPa			Nanoindentation (5 mN), Raumtemp.	[51]
$(Cu,Ni)_3Sn$	$131, 7 \pm 7, 55$ GPa			Nanoindentation	[60]

 Tabelle 5.2: Elastische Eigenschaften in der Literatur





Material	Kriechgesetz	\mathbf{C}_1	\mathbf{C}_2	\mathbf{C}_3	\mathbf{C}_4	Referenz
SnAgCu					•	
SnAg4Cu0,5	$\dot{\varepsilon} = C_1(\sigma)^{C_3} e^{\frac{-C_4}{T}}$	$2 \cdot 10^{-21} \text{ s}^{-1} \text{MPa}^{-C_3 *}$		18	9996,4 K*	[63]
SnAg3,9Cu0,6	$\dot{\varepsilon} = C_1(\sinh(C_2\sigma))^{C_3} e^{\frac{-C_4}{T}}$	$143,4 \text{ s}^{-1*}$	$0,108 \text{ MPa}^{-1*}$	3,7884	$7567 { m K}^*$	[63]
		$4,41 \cdot 10^5 \text{ s}^{-1}$	$5 \cdot 10^{-3} \text{ MPa}^{-1}$	4,2	$5412 \mathrm{K}$	[48]
SnAg3,8Cu0,7		$3,2\cdot10^4 \text{ s}^{-1*}$	$0,037 \text{ MPa}^{-1*}$	5,1	$6524,7 \text{ K}^*$	[12]
SnAgCu		$2,77984 \cdot 10^5 \text{ s}^{-1}$	$0,02447 \text{ MPa}^{-1}$	6,41	$6500,8 {\rm K}$	[26]
SnAgCu		$7,925 \cdot 10^5 \text{ s}^{-1*}$	$0,0356 \ {\rm MPa^{-1}}$	6	$8106, 8 {\rm K}$	[58]
SnAg				•	•	
SnAg3,5	$\dot{\varepsilon} = C_1 (C_2 \sigma)^{C_3} e^{\frac{-C_4}{T}}$	$5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1*}$	1 MPa^{-1*}	11	9601 K *	[92]
	$\dot{\varepsilon} = C_1(\sigma)^{C_3} e^{\frac{-C_4}{T}}$	$1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1} \text{MPa}^{-C_3 *}$		11,3	$9562,2 {\rm ~K}$	[77]
	$\dot{\varepsilon} = C_1 \frac{G}{T} (\sinh(C_2 \frac{\sigma}{G}))^{C_3} e^{\frac{-C_4}{T}}$	$0,26 \text{ s}^{-1}\text{MPa}^{-1*}$	866	$5,\!5$	5802 K^*	[63]
	G = [19310, 3]					
	-69,0(T-273 K)] MPa					

													_
, r	T. I. II. P. O. IZ '	1 11.0	т, 1.1	• / / / / /	DI ·	• 1	Τ · , ,	(* T	a • 1 • 4	1.	• 1 /	•	1
	Labelle 5.3: Nrie	chgesetze pleitreier	Lote lind inrei	· intermetauischen	Phasen 1	in der	Literatur	(unneiten	die	nicht	in e	der.
		Singebeelle breimerer	Love and miles	inteorneedineen	I HOUSEH I	in aor	Litterat	(-	311111010011	are	1110110		aor
		_	_										
	Lita	notun ongogohon me	non mundon and	, dom Kontort orld	Sint)								
	Lite	ratur angegeben wa	iren, wurden aus	s dem Kontext erki	aru								
		0.0	,		/								

Material	CTE^1	Bruchzähigkeit $K_{\rm IC}$	Besonderheiten	Referenz
SnAgCu				
SnAg4Cu0,5	$22,5 \frac{\text{ppm}}{\text{K}}$			[38]
SnAg3,9Cu0,6	$16.7 \frac{\text{ppm}}{\text{K}}$			[50]
	$16.66 + 0.017 T(K) \frac{ppm}{K}$			[48]
SnAg3,8Cu0,7	$24.5 \frac{\text{ppm}}{\text{K}}$			[80]
SnAg3,5Cu0,75	$25.0 \frac{\text{ppm}}{\text{K}}$			[11]
SnAg				
SnAg3,5	$22,36 \frac{\text{ppm}}{\text{K}}$			[69]
	$24.5 \frac{\text{ppm}}{\text{K}}$			[54]
IMC				
Cu_3Sn		$5,72\pm0,86\mathrm{MPa}\sqrt{\mathrm{m}}$	Vickerstest, Raumtemperatur, in Bulk	[35]
	$19.0 \frac{ppm}{K}$	$1,7 \mathrm{MPa}\sqrt{\mathrm{m}}$	Raumtemperatur	[77]
		$2,85\pm0,17\mathrm{MPa}\sqrt{\mathrm{m}}$	dünne Schicht	[2]
Cu_6Sn_5		$2,73\pm0,63\mathrm{MPa}\sqrt{\mathrm{m}}$	Vickerstest, Raumtemperatur, in Bulk	[35]
		$1,4\pm0,3\mathrm{MPa}\sqrt{\mathrm{m}}$		[16]
	$16.3 \frac{\text{ppm}}{\text{K}}$	$1,4 \mathrm{MPa}\sqrt{\mathrm{m}}$	Raumtemperatur	[77]
	$19 \frac{\text{ppm}}{K}$		bei 380 K	[70]
	ii ii	$2,36\pm0,15\mathrm{MPa}\sqrt{\mathrm{m}}$	dünne Schicht	[2]
Ni_3Sn_4		$3,88\pm0,53\mathrm{MPa}\sqrt{\mathrm{m}}$	Vickerstest, Raumtemperatur, in Bulk	[35]
		$1, 2 \pm 0, 1 \mathrm{MPa}\sqrt{\mathrm{m}}$		[16]
	$13,7 \frac{\text{ppm}}{\text{K}}$	$1,2 \mathrm{MPa}\sqrt{\mathrm{m}}$	Raumtemperatur	[77]
	$15 \frac{\text{ppm}}{\text{K}}$		bei 380 K	[70]

Tabelle 5.4: Thermische und mechanische Materialparameter in der Literatur

 $^1\mathrm{CTE}$ entspricht dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten

89

Für eine kritische Betrachtung der Literaturdaten, muss an dieser Stelle angemerkt werden, dass nur selten Angaben über Versuchsdurchführung und Versuchsbedingungen angegeben werden. Besonders bei Nanoindentationsexperimenten ist es wichtig die Probenart und die Positionen der Eindrücke zu kennen.

Wie im folgenden Kapitel erläutert wird, bestehen SnAg bzw. SnAgCu Lote aus verschieden großen Zinndendriten, Bereichen mit eutektischer Mischung und Phasen mit intermetallischen Mischungen. Untersuchungen mittels Nanoindentation macht es möglich diese verschiedenen Bereiche einzeln zu untersuchen. Die Mittlung von Indenten aus verschiedenen Probenbereichen führt demnach zu einem anderen Wert, als die gesonderte Betrachtung der einzelnen Phasen.

Noch kritischer müssen die Härtewerte der intermetallischen Phasen analysiert werden. Diese streuen zum Teil um Größenordnungen, ohne dass diese Werte in den entsprechenden Veröffentlichungen diskutierte werden. Besonders bei den Härtewerten < 1 GPa bei Ag₃Sn, welche an kleinen Partikeln gewonnen wurden, muss davon ausgegangen werden, dass diese in das umgebene Material gedrückt wurden. Damit wurde nicht die Härte der intermetallischen Phase gemessen, sondern eine Mischung aus Einschluss und Matrix.

Die hier angegebenen Kriechgesetze beziehen sich immer auf die technisch relevante sekundäre Kriechphase (siehe hierzu Kapitel 3.4). Es gibt Materialgesetze, die auch das primäre Kriechen beinhalten. Diese bestehen meist aus mehreren Teile, deren Struktur den Gesetzen des stationären Kriechens ähneln. Diese Kriechgesetze sollen an dieser Stelle nur der Vollständigkeit wegen erwähnt werden. Das Kriechgesetz von SnAg4Cu0,5 zeigt im Vergleich zu den restlichen Gesetzen dieser Art ein ungewöhnliches Verhalten. Durch den großen Exponenten ist der Einfluss der Spannung auf die Dehnrate extrem hoch. Demgegenüber verliert der Einfluss der Temperatur deutlich an Bedeutung. _____

Kapitel 6

Experimentelle Untersuchungen

In diesem Kapitel soll die Möglichkeit der Bestimmung elastischer und plastischer Materialparameter durch Nanoindentation gezeigt werden. Um neben den in Kapitel 5 aufgeführten Literaturdaten weitere Werte zur Validierung der Indentermessugen zu erhalten, wurden parallel dazu Zugversuche mit den entsprechenden Lotmaterialien durchgeführt. Die Zugproben und einen großen Teil der Schliffproben für den Nanoindenter wurden von externen Partnern des Instituts hergestellt¹.

Nach der Messung an bleifreien Lotmaterialien wird die Bestimmung der mechanischen Materialkennwerte mittels Nanoindentation an Vollmaterialproben intermetallischer Phasen durchgeführt, um erstmals die Fließspannung dieser Materialien zu ermitteln. Die elastischen Materialparameter sollen auch bei diesen Messungen mit der vorhandenen Literatur verglichen werden, um so die Güte der Ergebnisse nachzuweisen.

Abschließend soll anhand eines Beispiels die Anwendbarkeit der Messmethode des Nanoindenters an einer realen mikroelektronischen Lötverbindung gezeigt werden.

6.1 Miniaturzugversuche

Um die entsprechenden Vergleichsparameter für die im Anschluss beschriebenen Indenterversuche zu erhalten, wurden Messreihen an Zugproben aus bleifreiem Lotmaterial durchgeführt. Diese bestehen aus vier verschiedenen SnAgCu- und einer SnAg-Legierungen um den eutektischen Punkt (siehe Abb. 6.1).

Die verwendeten Miniaturzugproben wurden mit den in Abb. 4.20 dargestellten Abmessungen vom Fachbereich Elektrotechnik der FH Augsburg gegossen. Nach dem Gießen wurden sämtliche hier untersuchte Proben bei 170 °C getem-

¹Besonderen Dank gilt der Firma Neue Materialien Bayreuth GmbH und der FH Augsburg, Labor für Werkstoffe und Fertigungsverfahren der Mechatronik und Elektrotechnik, Prof. Villain, für die Herstellung der Proben.



Abbildung 6.1: Durchgeführte Miniaturzugversuche

pert, um die beim Erkalten der Probekörper auftretenden Eigenspannungen zu entfernen. Diese Prozedur wurde nur zur Sicherheit durchgeführt, denn wie im Kapitel 3.4 gezeigt wurde, liegt die homologe Temperatur $T_{\rm hom} = 0,4$ bei Lotwerkstoffen unterhalb der Raumtemperatur. Damit tritt schon bei dieser Temperatur Spannungsrelaxation auf. Die Temperaturerhöhung beim Tempern reduziert allerdings die Zeit bis interne Spannungen vernachlässigbar sind erheblich und ermöglicht eine kurze Lagerzeit zwischen Probenherstellung und Verwendung in einer Zugmaschine.

Die mit der Miniaturzugmaschine Tytron-250 erzeugten Spannungs-Dehnungs-Kurven zeigen ein zum Teil anormales Materialverhalten im elastischen Bereich, welches auf Messfehler zurückzuführen ist. Somit können nicht alle durchgeführten Versuche in die Auswertung eingehen. Abb. 6.2 zeigt zwei typische Arten von Messergebnissen der durchgeführten Zugversuche. Bei einigen Messungen treten trotz positiver Spannungen negative Dehnungen auf. Mit diesen Spannungs-Dehnungs-Diagrammen kann der E-Modul nicht bestimmt werden. Die wahrscheinliche Ursache für die Gestalt dieser missglückten Versuche ist in der Fehlerbetrachtung in Kapitel 7.2 zu finden. Durch den unbestimmten E-Modul ist auch die Ermittlung der Fließspannung und der Gleichmaßdehnung unmöglich. Diese Versuchsdaten enthalten aber die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung, welche unabhängig von den elastischen Materialkennwerten bestimmt werden können.



Abbildung 6.2: Beispiel verwertbarer Messergebnisse (links) und nicht auswertbarer Messdaten

Material		E [GPa]	σ_y [MPa]	R_m [MPa]	A_g [%]	$A \ [\%]$	$\dot{\varepsilon} [1/s]$	Probenanzahl
1	SnAg2Cu0,5	$49,3 \pm 12,0$	$21,1 \pm 4,1$	$30,5 \pm 3,9$	$7,2 \pm 4,8$	$49,4 \pm 22,2$	0,032	8
2	SnAg2Cu1,2	$40,3 \pm 8,7$	$21,4 \pm 3,0$	$34,6 \pm 4,7$	$12,1 \pm 9,0$	$43,3 \pm 13,6$	0,033	8
3	SnAg4Cu0,5	$33,3 \pm 9,3$	$21,7 \pm 4,3$	$41,3 \pm 6,3$	$23,7 \pm 10,5$	$50,6 \pm 18,2$	0,031	12
4	SnAg4Cu1,2	$34,2 \pm 10,2$	$41,2 \pm 4,2$	$56,8 \pm 5,8$	$3,3 \pm 1,2$	$24,2 \pm 11,9$	0,032	5
5	SnAg3,5	$46,1 \pm 14,6$	$30,9 \pm 5,3$	$45,5 \pm 5,2$	$4,3\pm2,7$	$40,9 \pm 9,8$	0,029	6

Tabelle 6.1: Ergebnisse der durchgeführten Messungen aus dem in Abb. 6.1 geplanten Testraster



Abbildung 6.3: Vergleich der mittels Zugversuch gemessenen Materialkennwerte mit der Literatur (SnAgCu), wobei die Beschriftung der Nummerierung in Tabelle 6.1 entspricht

74

In Tabelle 6.1 sind die Resultat der durchgeführten Zugversuch aufgeführt. Dabei zeigt sich, dass die Schwankungen der Messwerte (berechnet durch die Standardabweichung der jeweiligen Werte) bei diesem Verfahren verhältnismäßig groß ist. Dies kann zum Teil auf die inhomogene Gefügestruktur innerhalb des Messbereiches der Proben zurückgeführt werden. Der mit nur 1 mm Durchmesser sehr dünne Steg der Probe enthält nur wenige Körner unterschiedlicher Zusammensetzungen (eutektische Bereiche, intermetallische Phasen und Zinndendriten). Die Gefügestruktur verschiedener Lotwerkstoffe ist in Abb. 6.5 dargestellt. Die Körner im Steg der Probekörper sind in Abhängigkeit vom Abkühlvorgang verschieden verteilt und erst über eine Vielzahl von Versuchen wird eine statistische Verteilung erreicht, deren Mittelwert den mechanischen Materialparametern entsprechen. Um die Fehler drastisch zu reduzieren, müssten sehr viel mehr Proben (min. 50 Stück) untersucht werden. Diese hohe Anzahl stand jedoch nicht zur Verfügung.

Die Fließspannung von SnAg4Cu1,2 unterscheidet sich sehr stark von den entsprechenden Materialparametern der restlichen untersuchten ternären Lotwerkstoffe. Dies ist mit großer Wahrscheinlichkeit nicht die reale Materialeigenschaft, sondern resultiert aus den Versuchen. Leider mussten von dieser Probenart sehr viele Messungen verworfen werden, sodass die auftretenden Fehler im Mittel nicht reduziert werden konnte. Bei der Untersuchung mit dem Nanoindenter wird sich in welchem Bereich die wahre Fließspannung dieses Materials liegt.

Eine weitere Ursache für die Schwankungen der Messergebnisse (besonders der Spannungsgrößen) ist die Bestimmung der Querschnittsfläche des Probenstegs. Der Einfluss durch die Messung des Durchmessers mittels Schiebelehre wird in Kapitel 7.2 genauer betrachtet. An dieser Stelle soll nur erwähnt werden, dass dadurch und durch die Annahme einer absolut rotationssymmetrischen Probe Fehler von über 10 % möglich sind.

6.2 Nanoindentermessungen

6.2.1 Messungen an Lotproben

Die zuvor mit einem modifizierten Standardtest untersuchten Materialien, sollen nun mit Hilfe des Nanoindenters analysiert werden. Damit soll die alternative Messmethode für die Bestimmung von E und σ_y verifiziert werden, welche die Materialkennwertbestimmung in der Mikroelektronik erheblich vereinfachen kann.

Um sicher zu stellen, dass die gleichen Materialien untersucht werden, wurde zu jedem getesteten Material eine Zugprobe für den Nanoindenter präpariert. In Abb. 6.4 ist die ursprüngliche Probe und die in Epoxidharz gegossene und oberflächenpräparierte Probe, die an der FH Augsburg hergestellt wurde, dargestellt.



Abbildung 6.4: Ursprünglich für Zugversuche vorgesehene Lotprobe im Originalzustand (links) und für die Nanoindentation präpariert

Wie schon zuvor erwähnt sind die hier untersuchten Lotwerkstoffe keine homogenen Materialien. Sie bestehen aus im Mikroskop hell erscheinenden Zinndendriten und dunkleren Gebieten mit eutektischer Zusammensetzung. Diese Struktur ändert sich mit der Zusammensetzung der Legierung (siehe Abb. 6.5). Um die Eigenschaften des Lotes zu bestimmen, müssen die Eindrücke des Nanoindenters möglichst mittig in eine Bereich mit eutektischem Material platziert werden. Hier kann allerdings nur von der Oberfläche ausgegangen werden, wodurch abweichende Messergebnisse durch tieferliegendes Material verursacht werden können.

Werden die Eindrücke in einen ausreichend großen Bereich gleicher Materialzusammensetzung platziert, sollten auch die ermittelten mechanischen Materialkennwerte konstant sein. Damit können in diesen Versuchen die Güte der DAF und die Konstanz der ermittelten Materialparameter bei unterschiedlichen Eindringtiefen überprüft werden. Aus diesem Grund wurde die Eindringtiefe weggesteuert innerhalb des zuvor ermittelten sinnvollen Messbereiches (siehe u.a. Abb. 4.8) variiert.





Abbildung 6.6: Auswertung der Nanoindentationsexperimente an dem bleifreien Lotwerkstoff SnAg2Cu0,5 (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
SnAg2Cu0,5	$0,\!33\pm0,\!05$	$39,5 \pm 4,3$	$20,1 \pm 5,2$

 Tabelle 6.2: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von SnAg2Cu0,5 inklusive Standardabweichung der Messwerte

Diese Lotprobe zeigt hinsichtlich der Härte ein konstantes Materialverhalten, womit (bekräftigt durch die folgenden Messungen) die Güte der DAF bestätigt wird. Anhand der Variation des E-Moduls wird ersichtlich, dass diese elastische Eigenschaft sehr sensibel auf das unter der Oberfläche befindliche Material reagiert.



Abbildung 6.7: Auswertung der Nanoindentationsexperimente an dem bleifreien Lotwerkstoff SnAg2Cu1,2 (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
SnAg2Cu1,2	$0,34 \pm 0,06$	$37,8 \pm 5,2$	$22,3 \pm 6,6$

Tabelle 6.3: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von SnAg2Cu1,2 in-
klusive Standardabweichung der Messwerte

Wie bei dem zuvor untersuchten Lotmaterial zeigt sich eine gute Konstanz der Härtewerte und eine stärkere Beeinflussung des elastischen Moduls.



Abbildung 6.8: Auswertung der Nanoindentationsexperimente an dem bleifreien Lotwerkstoff SnAg4Cu0,5 (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
SnAg4Cu0,5	$0,\!39\pm0,\!06$	$33,4 \pm 4,1$	$19,0 \pm 3,4$

Tabelle 6.4: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von SnAg4Cu0,5 in-
klusive Standardabweichung der Messwerte

Deutlich sichtbar bei dieser Messreihe ist die Zunahme der Streuung der Härtewerte im Bereich niedriger Eindringtiefen. Die Streuung der aus der Härte und dem E-Modul berechneten Fließspannung wird durch die Verwendung größerer Eindringtiefen stark reduziert.



Abbildung 6.9: Auswertung der Nanoindentationsexperimente an dem bleifreien Lotwerkstoff SnAg4Cu1,2 (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
SnAg4Cu1,2	$0,\!33 \pm 0,\!06$	$32,5 \pm 6,0$	$24,4 \pm 6,6$

Tabelle 6.5: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von SnAg4Cu1,2 in-
klusive Standardabweichung der Messwerte

Die stetige Abnahme des E-Moduls mit zunehmender Eindringtiefe hat mit großer Wahrscheinlichkeit keine materialbedingten Ursachen, sondern resultieren vermutlich aus sich verändernden Rahmenbedingungen während der Messungen (z.B. steigende Temperatur). Leider könnte im Rahmen der Datenauswertung nicht mehr nachvollzogen werden, welche Veränderung stattgefunden hat. Da die Schwankung jedoch im Rahmen der Messgenauigkeit liegt (siehe Kapitel 7.1) wurde diese Messung nicht verworfen.



Abbildung 6.10: Auswertung der Nanoindentationsexperimente an dem bleifreien Lotwerkstoff SnAg3,5 (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
SnAg3,5	$0,\!41 \pm 0,\!07$	$39,2 \pm 5,2$	$27,8 \pm 5,4$

 Tabelle 6.6: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von SnAg3,5 inklusive Standardabweichung der Messwerte

Auch diese Messung zeigt eine gute Konstanz der Ergebnisse. Allerdings wurde die Anzahl der Messpunkte stark reduziert, da sämtliche Messungen mit weniger als 500 nm Eindringtiefe aussortiert werden mussten. Bei diesen zeigte sich ein extremer Anstieg der Härte, der höchstwahrscheinlich auf Oberflächeneffekte zurückgeführt werden kann. Für die Bestimmung der mechanischen Materialparameter sind diese Effekte störend und entsprechende Messungen werden vernachlässigt.



Abbildung 6.11: Vergleich der durch Nanoindentation und Zugversuche an Lotmaterialien ermittelten mechanischen Kennwerte

Wie in Abb. 6.11 dargestellt stimmen die Ergebnisse der Messungen mittels Nanoindenter insgesamt sehr gut den bisher ermittelten Materialwerten überein. Gut zu vergleichen sind die E-Moduli, deren Referenzen sowohl durch die eigenen Zugversuche als auch als Literaturwerte vorliegen. Diese liegen je nach Materialzusammensetzung zwischen 30 und 50 GPa und entsprechen damit dem Bereich beider Vorgaben. Betrachtet man die Streuung der Messwerte der E-Moduli, so erreicht die Methode der Nanoindentation eine höhere Konstanz der Messwerte als die Miniaturzugversuche. In Kap. 7.2 werden die Gründe für die starke Streuung der durch die Miniaturzugversuche gemessenen mechanischen Materialparameter verdeutlicht.

Bis auf einen Einzelfall wurden im Rahmen der Messungenauigkeiten die gleiche Fließspannung mit beiden verwendeten Messmethoden ermittelt. Die stärkste Abweichung tritt bei der Fließspannung von SnAg4Cu1,2 auf. Vergleicht man aber diesen Wert mit den Fließspannungen der übrigen Materialien, so erscheint eine durch die Zugversuche gemessene z.T. doppelt so hohe Fließspannung als unrealistisch. Diese Abweichung stammt aus der nur geringen Anzahl verwertbarer Messungen (siehe Tabelle 6.1). Da das Ergebnis des Nanoindenters im Bereich der anderen ternären Lote liegt, ist dieser Wert realistischer. Da die Literaturangaben bei diesen sehr duktilen Materialien stark schwanken, ist ein Vergleich nicht sehr aussagekräftig. Durch die Verwendung mehrerer fehlerbehafteter Messgrößen zur Bestimmung der Fließspannung, fällt die Streuung bei der Nanoindentation geringfügig höher aus als bei den Zugversuchen.

Betrachtet man die Gesamtheit der experimentellen Ergebnisse, so ist die Methode der Materialkennwertbestimmung mittels Nanoindenter für die vergleichbaren Parameter mindestens gleichwertig. Mit relativ geringem Aufwand ist es möglich eine Vielzahl von Messungen innerhalb kurzer Zeit durchzuführen. So kann durch die hohe Anzahl der Messwerte der Fehler der Materialparameter deutlich gesenkt werden. Zusätzlich ist der Materialverbrauch nur ein Bruchteil desjenigen, der für eine äquivalente Anzahl von Zugversuchen benötigt wird.

6.2.2 Messungen an Vollmaterialproben intermetallischer Phasen

Da die Bestimmung der Fließspannung mit Hilfe der Nanoindentation durch den Vergleich mit Zugversuchsdaten verifiziert wurde, kann diese Methode nun bei anderen Materialproben angewandt werden.

Bei mikroelektronischen Lötverbindungen entstehen während des Lötprozesses aus der Beschichtung des Substrates (Kupfer, Nickel oder chemisch Zinn) und den Legierungsanteilen des Lotes intermetallische Phasen. Diese sind stark porös, wodurch die Bestimmung der Fließspannung mit dem klassischen Zugversuch nicht möglich ist. Aus diesem Grund wurde diese Materialeigenschaft bis dato noch nicht bestimmt und kann erst jetzt mit der in dieser Arbeit vorgestellten Methode ermittelt werden.

In Lötverbindungen sind diese Phasen nur sehr klein (siehe auch Kapitel 6.2.3) und von sehr duktilem Material umgeben. Wie schon in der Theorie des Nanoindenters beschrieben, können solche Materialanordnungen (harter Kern, weiche Matrix) das Ergebnis in dem Sinne beeinflussen, dass eine Kombination aus den Materialkennwerten beider Materialien gemessen wird. Für die erstmalige Untersuchung der elastischen und plastischen Materialeigenschaften der intermetallischen Phasen ist diese Kombination ungeeignet und es wurden daher Proben gefertigt, die nur ein einzelnes Material enthalten und im Vergleich zur Prüfspitze eine quasi unendliche Ausdehnung besitzen (Probendurchmesser ca. 1 cm im Vergleich zu max. 1,8 µm Eindringtiefe, siehe Abb. 6.12). Um die entsprechende Größe für die hier verwendeten Proben zu erhalten, mussten diese sehr aufwändig von der Firma Neue Materialien Bayreuth hergestellt werden².

Für die Bestimmung der Genauigkeit der Messwerte können die ermittelten Härten und E-Moduli mit der existierenden Literatur verglichen werden. Dafür ist eine gewissenhafte Betrachtung der Messergebnisse vor der Auswertung nötig, da die intermetallischen Phasen, insbesondere die ternären Bestandteile, stark porös sind. Last-Eindringtiefen-Kurven mit Sprüngen deuten auf die Indentierung einer Pore hin und dürfen nicht mit in die Auswertung einfließen.



Abbildung 6.12: Vollmaterialproben der intermetallischen Phasen bleifreier SnAgCu-Lote (Durchmesser ca. 1 cm)

²Hierfür meinen herzlichsten Dank, da ohne diese Mithilfe ein wichtiger Teil meiner Arbeit nicht möglich gewesen wäre.



Abbildung 6.13: Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetallischen Phase Ag_3Sn (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
Ag_3Sn	$2,24 \pm 0,01$	$61,4 \pm 2,2$	$157,2 \pm 4,2$

 Tabelle 6.7: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von Ag₃Sn inklusive

 Standardabweichung der Messwerte

Diese und alle folgenden Proben der intermetallischen Phasen wurden nur mit einer konstanten Belastung von 160 mN untersucht. Mit dieser Methode lassen sich Fehler durch Poren im Material leichter identifizieren, als mit variablen Eindringtiefen. Ag₃Sn ist das Material mit der geringsten Porosität unter den ausgewerteten IMC's. Dies ist sehr gut an der Konstanz der gemessenen Werte abzulesen.



Abbildung 6.14: Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetallischen Phase Cu₃Sn (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
Cu_3Sn	$5,3 \pm 0,01$	$118,1 \pm 14,4$	$434,9 \pm 51,3$

 Tabelle 6.8: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von Cu₃Sn inklusive

 Standardabweichung der Messwerte

Die Abweichungen der gemessenen E-Moduli einiger Versuche in diesem Material können durch das Vorhandensein von Poren unter der Oberfläche begründet werden. Selbst wenn diese nicht genau vom Indenter getroffen werden, so stören sie doch die Nachgiebigkeit des umliegenden Materials.



Abbildung 6.15: Auswertung der Nanoindentations experimente an der intermetallischen Phase Cu_6Sn_5 (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
Cu_6Sn_5	$5,4 \pm 0,01$	$101,4 \pm 4,6$	$500,2 \pm 17,6$

Tabelle 6.9: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von Cu_6Sn_5 inklusive
Standardabweichung der Messwerte

Trotz der vorhandenen Materialinhomogenitäten durch Hohlräume sind die Messwerte bei der intermetallischen Phase Cu_6Sn_5 sehr konstant.


Abbildung 6.16: Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetallischen Phase Ni_3Sn_4 (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
Ni_3Sn_4	$4,0 \pm 0,01$	$97,2 \pm 9,9$	$309,5 \pm 28,5$

Tabelle 6.10: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von Ni_3Sn_4 inklusi-
ve Standardabweichung der Messwerte

Das visuell poröseste Material dieser Untersuchung zeigt auch die stärkste Streuung in den Werten des E-Moduls. Durch Aussortieren offensichtlicher Fehlmessungen konnte die Streuung auf ein vertretbares Maß verringert werden. Eine weiter Reduzierung der Messwerte um die Extrema kann argumentativ nicht erfolgen.



Abbildung 6.17: Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetallischen Phase $(Cu,Ni)_3Sn$ (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
$(Cu,Ni)_3Sn$	$5,3 \pm 0,01$	$125,6 \pm 6,2$	$423,1 \pm 15,1$

Tabelle 6.11: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von (Cu,Ni)₃Sn in-
klusive Standardabweichung der Messwerte

Die Auswertung der Ergebnisse von $(Cu,Ni)_3Sn$ zeigt eine gute Konstanz der Materialparameter, die nur von wenigen Ausnahmen gestört wird.



Abbildung 6.18: Auswertung der Nanoindentationsexperimente an der intermetallischen Phase $(Cu,Ni)_6Sn_5$ (Messwerte und Mittelwert)

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
$(Cu,Ni)_6Sn_5$	$4,7 \pm 0,01$	$98,9\pm8,7$	$401,2 \pm 27,5$

Tabelle 6.12: Durch Nanoindentation gewonnenen Materialdaten von $(Cu,Ni)_6Sn_5$ in-
klusive Standardabweichung der Messwerte

Die ternäre intermetallische Phase $(Cu,Ni)_6Sn_5$ zeigt eine ähnlich hohe Dichte von Hohlräumen wie die binäre Phase Ni₃Sn₄. Daher weisen auch die Werte des E-Moduls dieses Materials eine höhere Streuung auf als bei den übrigen Proben.



Abbildung 6.19: Vergleich der gemessenen Daten mit den in der Literatur gefundenen Werten (siehe Kapitel 5)

Der Vergleich zwischen den in der Literatur gefundenen Werten inklusive der Schwankungsbreite zwischen den verschiedenen Autoren und den gemessenen Werten zeigt eine außerordentlich gute Übereinstimmung. Nur der E-Modul von Ni_3Sn_4 weicht stärker von den Werten anderer Autoren ab. Wie schon bei der Betrachtung der Messergebnisse erläutert wurde, ist der Haupteinflussfaktor auf die Messungen dieses Materials die Inhomogenität der Probe. Da für die Härte und den E-Modul der ternären intermetallischen Phasen nur ein Literaturwert zur Verfügung stand, ist dies nicht repräsentativ. Damit entfällt der Vergleich zwischen Literatur den Messungen.

intermetallische Phase	Fließspannung σ_y [MPa]
Ag ₃ Sn	$157,2 \pm 4,2$
Cu_3Sn	$434,9 \pm 51,3$
Cu_6Sn_5	$500,2 \pm 17,6$
$ m Ni_3Sn_4$	$309,5 \pm 28,5$
$(Cu,Ni)_3Sn$	$423,1 \pm 15,1$
$(Cu,Ni)_6Sn_5$	$401,2 \pm 27,5$

Tabelle 6.13: Fließspannungen intermetallischer Phasen bleifreier Lote

In Tabelle 6.13 sind die Fließspannungen der intermetallischen Phasen bleifreier Lote aufgelistet. Die hohe Porosität dieser Materialien verhinderte bislang die Ermittlung der Fließspannung mit etablierten Methoden (z.B. einachsiger Zugversuch). Da die IMC 's sehr spröde sind, war aber eine hohe Fließspannung zu erwarten. Diese Vermutung wurde durch die vorgenommenen Messungen bestätigt.

6.2.3 Messungen an Lötverbindungen

In einer zweiten Versuchsreihe sollen die zuvor an Vollmaterialproben gemessenen Materialparameter an Proben bestimmt werden, die einen Aufbau besitzen, der typischerweise in der Mikroelektronik verwendet wird. Zwischen einem Lotmaterial und einem Träger bilden sich durch wiederholtes Aufschmelzen des Lotes und thermischer Alterung intermetallische Phasen. Dazu wurden zum Teil spezielle Proben hergestellt³ (Lotvolumen auf vorbehandelter Kupferfolie) oder existierende Lötverbindungen von Bauteilen entsprechend präpariert (siehe Abb. 6.20). Die hergestellten Proben sollten in einer umfangreichen Testserie eventuell vorhandene Festigkeitsunterschiede der Lötverbindung Aufgrund der Oberflächenbearbeitung des Kupfers offenbaren. Dazu wurde die Kupferfolie von dem Lötprozess entweder mechanisch poliert, mit Säure angeätzt oder OSP (Organic Solderability Preservative) beschichtet. Da in dieser Arbeit nicht der gesamte Versuch

³Besonderen Dank dafür gilt der Firma Neue Materialien Bayreuth GmbH.

ausgewertet werden soll, wird beispielhaft eine Probe mit angeätzter Kupferfolie verwendet, um die Möglichkeit der Bestimmung mechanischer Materialparameter mittels Nanoindentation an Lötverbindungen zu zeigen.



Abbildung 6.20: Proben für die Messung von Materialparametern unter realistischen Rahmenbedingungen

Bei der experimentellen Untersuchung von mikroelektronischen Lötverbindungen mittels Nanoindentation kommen mehrere erschwerende Faktoren zu der ohnehin schon sehr sensiblen Auswerteprozedur hinzu. Die zu untersuchende Probe besteht nicht mehr nur aus einem Material, sodass eine Identifizierung des getesteten Materials jedes einzelnen Indents im Anschluss an die Messung erfolgen muss. Die dafür verwendeten mikroskopischen Aufnahmen (siehe Abb. 6.21) können natürlich nur die Oberfläche der Probe darstellen. Aber besonders bei den an Kristallisationskeimen unregelmäßig gewachsenen intermetallischen Phasen kann sich unter der Oberfläche ein völlig anderes Material befinden (z.B. Lot oder andere IMC). Ein zusätzliches Problem stellen die geringen Abmessungen der intermetallischen Schichten dar, selten breiter als 4 μ m, womit eine genaue Positionierung des Indents schwierig ist. Aus diesem Grund wird ein Array von Messungen über die Verbindungsfläche zwischen Lot und Substrat gelegt. Für eine höhere Trefferquote in den relevanten Schichten wird der Abstand zwischen den Indents kleiner als der von Samuels [74] (siehe auch Kap. 2 in dieser Arbeit) beschriebene minimale Abstand gewählt. Dadurch findet eine Uberschneidung der plastischen Zonen benachbarter Indentierungen statt. Eine Beeinflussung der Ergebnisse kann in diesem Fall nicht ausgeschlossen werden. Allerdings wurde, bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen mit sehr kleinen Lasten, keine Auswirkung auf die Messergebnisse beobachtet.

Für die Auswertung der Messergebnisse werden die Resultate aus MatLab über eine Schnittstelle an ein Excelfile weitergeleitet. Hier können die einzelnen Werte so angeordnet werden, wie die Eindrücke in dem Array positioniert sind. Mit Hilfe dieser Tabellen und einer mikroskopischen Aufnahme des indentierten Bereichs können die Werte entsprechend ihrer Materialzugehörigkeit für eine bessere Visualisierung eingefärbt (siehe Abb. 6.22-6.24) und dann gemittelt werden. Damit



Abbildung 6.21: Auswertung der Nanoindentations experimente an einer Lötverbindung SnAg5,5Cu1 auf angeätzter Kupferfolie, 2x Reflow + 24h Alterung (175 °C)

erhält man, wie bei den Experimenten mit den Vollmaterialproben, die einzelnen Materialkennwerten für alle enthaltenen Materialien.

In Tabelle 6.14 sind die gemittelten Werte der einzelnen intermetallischen Phasen aufgelistet, die in der zuvor gezeigten Probe enthaltenen sind. Diese Materialparameter sind in Abb. 6.25 zusammen mit den Referenzwerten aus der Literatur dargestellt. An den erhöhten Standardabweichungen ist erkennbar, dass der experimentelle Umgang mit dieser Art von Probe schwieriger ist, als mit Proben aus nur einem Material. Die erhöhten Abweichungen resultieren zum Teil aus der geringen Anzahl von Messpunkten in einer Phase bzw. von den Eindrücken im Grenzbereich zwischen zwei Phasen. Bei relativ geringen Abweichungen einzelner Messwerte vom Mittelwert kann man nicht entscheiden, ob dieser Wert die wahre Materialeigenschaft wiedergibt oder ein tieferliegendes Material dafür verantwortlich ist. Um objektiv zu bleiben, können diese Werte demnach nicht aussortiert werden und erhöhen somit die Streuung der gemessenen Kennzahlen. Zusätzlich kann der Härtewert dünner Schichten auch bei einer exakten Indentation kleiner sein als beim Vollmaterial. Ursache dafür ist das Einsinken der dünnen, harten Schicht in die umgebende weiche Matrix. Es wird in diesem Fall die Härte einer Zone gemessen, die mehrere Materialien enthält. Trotz dieser negativen Einflüsse auf das Ergebnis entsprechen die gemessenen Werte im Rahmen ihrer Streuung den Literaturangaben.

1.95	1.94	5.88	1.06	0.42	0.46	0.39	0.47	0.41	Cu
2.09	2.19	3.15	3.14	0.34	0.35	0.38	0.37	0.40	SnAgCu
1.95	1.96	2.70	3.35	1.49	0.33	0.46	0.35	0.38	Ag3Sn
2.12	1.95	2.10	5.85	2.44	2.66	0.36	0.38	0.25	Cu6Sn5
2.04	2.06	1.68	2.64	3.02	3.44	0.55	0.37	0.34	Cu3Sn
2.32	1.90	1.77	1.76	4.48	2.43	1.18	0.46	0.46	
2.46	1.93	2.15	1.80	5.03	0.45	0.35	0.44	1.30	
1.43	1.97	2.03	2.12	2.74	1.00	0.35	0.46	0.75	
2.09	2.13	2.24	1.89	1.99	5.63	0.49	0.44	0.46	

Abbildung 6.22: Auswertung der Härtewerte einzelner Phasen innerhalb einer Lötverbindung

131.96	120.78	134.33	58.95	29.72	45.93	23.35	31.88	39.24	Cu
164.47	141.04	135.23	54.20	27.30	21.54	21.22	20.50	28.86	SnAgCu
122.89	120.59	162.52	77.96	57.21	9.25	31.61	19.99	31.28	Ag3Sn
141.64	134.98	117.20	137.45	66.23	73.21	30.92	31.74	13.56	Cu6Sn5
143.91	145.69	113.84	152.86	75.71	85.98	39.33	28.16	35.17	Cu3Sn
145.74	152.06	118.33	118.07	103.80	70.19	37.58	32.00	29.19	
147.02	145.38	149.65	87.30	129.30	30.46	25.83	31.86	37.85	
106.00	142.88	141.81	139.43	147.12	48.35	23.06	30.29	52.83	
146.76	160.05	147.78	129.92	131.11	101.55	34.73	27.50	26.93	

Abbildung 6.23: Auswertung der E-Moduli einzelner Phasen innerhalb einer Lötverbindung

70.	10 74.46	504.00	47.32	20.31	15.03	19.99	24.98	14.76	Cu
66.	21 79.73	160.51	334.33	13.36	19.21	30.40	20.76	18.66	SnAgCu
74.	46 75.95	106.41	283.79	91.87	33.00	20.21	18.60	14.45	Ag3Sn
77.	69.09	88.64	488.10	179.95	210.46	14.57	18.75	32.43	Cu6Sn5
71.	72.01	61.82	106.72	236.71	271.94	22.52	18.14	14.54	Cu3Sn
90.	47 59.53	64.71	64.28	384.73	176.42	83.75	20.58	21.23	
97.	70 63.98	75.67	85.67	394.90	18.33	13.95	26.43	111.51	
50.	45 66.94	71.07	77.71	119.48	49.35	16.86	23.90	29.49	
72.	21 69.23	82.60	67.94	72.27	576.41	23.50	22.04	25.80	

Abbildung 6.24: Auswertung der Fließspannungen einzelner Phasen innerhalb einer Lötverbindung

	Härte HN [GPa]	E-Modul E [GPa]	Fließspannung σ_y [MPa]
Ag_3Sn	$2,55 \pm 0,66$	$68,19 \pm 14,87$	$197,83 \pm 50,65$
$\mathrm{Cu}_6\mathrm{Sn}_5$	$4,15 \pm 1,00$	$84,\!38 \pm 20,\!15$	$394,82 \pm 110,75$
$\mathrm{Cu}_3\mathrm{Sn}$	$5,58 \pm 0,39$	$133,\!69 \pm 3,\!36$	$462,33 \pm 48,13$

Tabelle 6.14: Gemittelte Materialparameter der einzelnen intermetallischen Phasen



Abbildung 6.25: Vergleich der in einer Lötverbindung gemessenen Daten mit den in der Literatur gefundenen Werten (siehe Kapitel 5)



Abbildung 6.26: Vergleich der gemessenen Fließspannungen der intermetallischen Phasen als Vollmaterialprobe und in getesteter Lötverbindung

Wie schon erwähnt, gibt es keine Referenz für die Fließspannungen, daher können diese nur zwischen den verschiedenen Probenarten verglichen werden. Abb. 6.26 zeigt diesen Vergleich der Messungen. Eine einheitliche Tendenz, die auf einen Größeneinfluss schließen lässt, ist nicht feststellbar. Die Abweichungen bzw. großen Schwankungen der Messwerte resultiert aus den sehr nah beieinander liegenden Phasen. Besonders die kupferhaltigen IMC's liegen in durchgängigen aber sehr dünnen Schichten vor. Durch die Kenntnis der Größe der plastischen Zone unter einem Indent wird klar, dass die Tiefe der Eindrücke erheblich verkleinert werden muss, um nur in den schmalen Bändern der intermetallischen Phasen zu messen. Aus Gleichung (4.20) ist erkennbar, dass der Radius der plastischen Zone dem 2-2,7fachen des Kontaktradiuses entspricht. Bei einer Breite der IMC von durchschnittlich 4 μ m darf der Kontaktradius nicht größer als 1 μ m sein, damit sich die plastische Zone komplett in einer Phase befindet. Rechnet man diese Größe auf die Eindringtiefe zurück, muss diese kleiner als $0,15 \ \mu m$ sein. Um das zu verwirklichen müssten dort die Schwankungen bei der Kalibrierung reduziert werden. Eine Lösung für dieses Problem ist derzeit nicht greifbar. Zusätzlich muss die schon zuvor beschriebene Positionierungenauigkeit der Eindrücke stark verringert werden, um mittig in eine IMC-Schicht zu treffen. Eine weitere Reduzierung der Abstände zwischen den Eindrücken ist nicht zu empfehlen, da durch das Überschneiden der plastischen Zonen nicht die Materialkennwerte des ursprünglichen Materials gemessen werden.

Kapitel 7 Diskussion der Messergebnisse

Im vorherigen Kapitel wurde durch die Untersuchung verschiedener Materialien in unterschiedlicher Probenform gezeigt, dass man mit Hilfe des Nanoindenters sowohl elastische, als auch plastische Materialparameter bestimmen kann. Der Vergleich mit dem Miniaturzugversuch hat zusätzlich erwiesen, dass für duktile Materialien in der hier verwendeten Probengröße der Fehler für den E-Modul geringer ist. Aber erst die Kopplung der experimentellen Messung mit numerischen Verfahren (z.B. FEM) wird zeigen, ob die Methode der Nanoindentation gleichwertige Resultate erzielt kann, wie der einachsigen Zugversuch. Mit dieser Kombination ist es in Zukunft vielleicht möglich zusätzlich Kriech- und Verfestigungsparameter von sehr kleinen Materialproben zu identifizieren, um ein vollständiges Bild vom Materialverhalten zu erlangen.

Es wurde auch gezeigt, dass die Verwendung des Nanoindenters immer eine Gradwanderung zwischen Genauigkeit und möglichst kleinen messbaren Bereichen ist. Im Zuge der Miniaturisierung mikroelektronischer Bauteile sollen für die industrienahe Forschung Materialeigenschaften von immer kleineren Gebieten bestimmt werden. Die komplizierte Kalibrierung und starke Beeinflussung durch äußere Faktoren erschweren die Messung mit Eindringtiefen unter 250 nm. Unter dieser Grenze sind realistische Messwerte nur sehr schwer zu erzeugen.

Im Folgenden sollen die Auswirkungen der verschiedenen Einflussfaktoren auf die Messergebnisse genauer betrachtet werden und welche Fehler mit der Reduzierung der Eindringtiefe beim Nanoindenter einhergehen. Zusätzlich sollen die möglichen Ursachen, die zur Streuung oder Verfälschung der Ergebnisse der verwendeten Miniaturmessverfahren führen, aufgezeigt werden. Dabei ist zu beachten, dass man hier zwischen Fehlerquellen und Einflüssen, die das Ergebnis variieren lassen, aber keinen Messfehler darstellen, unterscheiden muss. Es soll an dieser Stelle angemerkt werden, dass die Ergebnisse der Experimente nicht durch Fehlerminimierung auf einen bestimmten Literaturwert gebracht werden sollen oder können. Im Teil der Literaturrecherche (siehe Kapitel 5) ist zu erkennen, dass die Gesamtheit der von anderen Autoren gemessenen Materialparameter stark streut. Die Art des Messverfahrens hat dabei großen Einfluss auf das Ergebnis, auch wenn die Fehler minimal gehalten werden. Hier soll gezeigt werden, welche Fehler vermeidbar sind und welche Faktoren durch das Verfahren impliziert werden und damit nicht reduziert werden können.

7.1 Fehlerquellen Nanoindenter

Hier muss zwischen zwei verschiedenen Arten von Fehlern unterschieden werden. Die systematischen Fehler haben ihre Ursache im Mess- oder Auswertesystem. Solche Fehler sind reproduzierbar und beeinflussen die Messungen immer auf die gleiche Weise (z.B. Kalibrierfehler).

Andere Fehler sind zufällig und lassen sich auch durch genaueste Kalibrierung nicht vermeiden. Da die Größe und der Betrag in bestimmten Grenzen variieren, können diese Fehler durch mehrfache Messungen auf ein geeignetes Maß gebracht werden und mathematisch bestimmt werden.

7.1.1 Zufällige Fehler

Die experimentelle Bestimmung der Materialparameter mittels Nanoindentation kann nicht exakt sein, da die gemessenen Größen Kraft und Eindringtiefe fehlerbehaftet sind. Daher sich auch alle daraus berechneten Größen mit einem Fehler belegt, der mit Hilfe des Gauss'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes berechnet werden kann. Dieses definiert den Fehler einer Funktion $f(x_1, ..., x_n)$ in Abhängigkeit der einzelnen Fehler der Eingangsgrößen x_i :

$$\Delta f(x_1, ..., x_n) = \sum_{i=1}^n \left| \frac{\partial f(x_1, ..., x_n)}{\partial x_i} \right| \Delta x_i.$$
(7.1)

Aus den Formeln für die Berechnung der Härte (Gleichung (4.11)) und des E-Moduls (Gleichung (4.12)) sollen nun die maximalen Fehler dieser Werte bestimmt werden.

Für die Bestimmung des Fehlers der Härte wird die ideale DAF (Gleichung (4.2)) angenommen, da sich die reale DAF nur um Bruchteile von dieser unterscheidet.

$$\Delta HN(P_{\max}, h_c) = \left| \frac{\partial HN}{\partial P_{\max}} \right| \Delta P + \left| \frac{\partial HN}{\partial h_c} \right| \Delta h$$
$$= \left| \frac{1}{24, 5h_c^2} \right| \Delta P + \left| -\frac{2P_{\max}}{24, 5h_c^3} \Delta h \right|$$
$$= \frac{1}{24, 5h_c^2} \Delta P + \frac{2P_{\max}}{24, 5h_c^3} \Delta h$$
(7.2)

$$\Delta E_r(C_s, h_c) = \left| \frac{\partial E_r}{\partial h_c} \right| \Delta h + \left| \frac{\partial E_r}{\partial C_s} \right| \Delta C_s$$
(7.3)

Für die Bestimmung dieses Fehler benötigt man die durch die Messtechnik verursachte maximale Abweichung der Nachgiebigkeit der Probe C_s . Dafür wird folgende Geradengleichung angenommen:

$$h_c = h_{\max} - \epsilon \cdot C_s \cdot P_{\max}, \tag{7.4}$$

woraus folgt:

$$C_s = \frac{h_{\max} - h_c}{\epsilon \cdot P_{\max}}.$$
(7.5)

Damit kann nun der maximale Fehler von C_s berechnet werden:

$$\Delta C_s(h_c, h_{\max}, P_{\max}) = \left| \frac{\partial C_s}{\partial h_c} \right| \Delta h + \left| \frac{\partial C_s}{\partial h_{\max}} \right| \Delta h + \left| \frac{\partial C_s}{\partial P_{\max}} \right| \Delta P$$
(7.6)
$$= \left| \frac{1}{\epsilon \cdot P_{\max}} \right| \Delta h + \left| -\frac{1}{\epsilon \cdot P_{\max}} \right| \Delta h + \left| \frac{h_{\max} - h_c}{\epsilon \cdot P_{\max}^2} \right| \Delta P.$$

Jetzt ergibt sich der Fehler von E_r zu:

$$\Delta E_r(C_s, h_c) = \left| -\frac{\sqrt{\pi}}{2C_s\sqrt{24, 5h_c^2}} \right| \Delta h + \left| -\frac{\sqrt{\pi}}{2C_s^2\sqrt{24, 5h_c^2}} \right| \Delta C_s.$$
(7.7)

Die Gleichungen 7.2 und 7.7 geben die absoluten systembedingten Fehler des Nanoindenters an und sind last- und eindringtiefenabhängig. Teilt man die absoluten Werte durch die jeweiligen Resultate der Messungen erhält man einen relativen Fehlerwert, der immer noch lastabhängig ist, aber nicht mehr von den Größen Härte bzw. reduzierter E-Modul abhängt:

$$\Delta H N_{rel} = \frac{\Delta H N}{H N} \tag{7.8}$$

$$\Delta E_{r,rel} = \frac{\Delta E_r}{E_r} \tag{7.9}$$

Die absoluten Messungenauigkeiten des Nanoindenters hinsichtlich Kraft und Weg entsprechen laut der Firma *LOT-Oriel* (Produktpartner der Firma *Micro-materials* in Deutschland):

$$\Delta h = 1 \,\mathrm{nm},$$

$$\Delta P = 100 \,\mathrm{nN}.$$
(7.10)

Mit Hilfe dieser Werte soll beispielhaft die Entwicklung der relativen Fehler mit zunehmender Eindringtiefe an der Kalibriermessung für Stahl gezeigt werden. Aus den theoretischen Überlegungen zur Fehlerfortpflanzung können die Erfahrungen der Experimente hinsichtlich der Messfehler sehr gut bestätigt werden. Die Streuung der Härtewerte ist viel geringer, als die Streuung der E-Moduli. Der maximale Fehler des reduzierten E-Moduls, welcher durch die Auflösung der



Abbildung 7.1: Relative Fehler der gemessenen Härtewerte und reduzierten E-Moduli in Abhängigkeit von der Eindringtiefe

Maschine verursacht wird, ist mit ca. 8 % achtmal so groß, wie der relative maschinenbedingte Fehler des Härtewertes.

Mit den hier gewonnenen Fehlerwerten kann nun auch der zufällige Fehler der berechneten Fließspannung bestimmt werden.

$$\sigma_y = \frac{P_{\max}}{2\pi \left(\sqrt{\frac{A_{\text{pr}}}{\pi}} \left(\frac{E}{HN}\right)^m (\cot \psi)^{1/3}\right)^2}$$
$$= \frac{P_{\max}}{2(24.5k^2) \left(\frac{E}{LN}\right)^{2m} (\cot \psi)^{2/3}}$$
(7.11)

$$\Delta \sigma_y = \left| \frac{\partial \sigma_y}{\partial h_c} \right| \Delta h + \left| \frac{\partial \sigma_y}{\partial P_{\max}} \right| \Delta P + \left| \frac{\partial \sigma_y}{\partial E} \right| \Delta E + \left| \frac{\partial \sigma_y}{\partial HN} \right| \Delta HN$$
(7.12)

$$= \left| -\frac{2 \cdot P_{\max}}{49h_c^3 \left(\frac{E}{HN}\right)^{2m} (\cot \psi)^{2/3}} \right| \Delta h + \left| \frac{1}{49h_c^2 \left(\frac{E}{HN}\right)^{2m} (\cot \psi)^{2/3}} \right| \Delta P(7.13)$$

... +
$$\left| -\frac{2m \cdot P_{\max}}{49h_c^2 \left(\frac{E^{2m+1}}{HN^{2m}}\right) (\cot \psi)^{2/3}} \right| \Delta E + \left| -\frac{2m \cdot P_{\max}}{49h_c^2 \left(\frac{E^{2m}}{HN^{2m-1}}\right) (\cot \psi)^{2/3}} \right| \Delta HN$$

Damit kann wie zuvor der relative Fehler anhand der Stahlmessungen beispielhaft dargestellt werden. Die große Streuung der Fließspannung bei kleinen Eindrücken resultiert aus der Verwendung mehrerer fehlerbehafteter Größen. Da die relative Messgenauigkeit mit steigender Eindringtiefe zunimmt, kann der Fehler $\Delta \sigma_{y,rel}$ bis auf 2 % gesenkt werden. Die Bestimmung der Fließspannung sollte daher mit möglichst großen Eindrücken durchgeführt werden.

Neben den durch die Messgenauigkeit der Instrumente definierten Fehler gibt es auch äußere zufällige Fehler. Diese können z.T. durch sorgfältige Präparation der Probe und durchdachte Experimentieranordnungen minimiert, jedoch nicht eliminiert werden.



Abbildung 7.2: Relativer Fehler der berechneten Fließspannungen in Abhängigkeit von der Eindringtiefe

Durch eine unsauber präparierte Probe mir Kratzern und Unebenheiten kann die sensible Messspitze des Nanoindenters beeinflusst werden, sodass stark schwankende Messwerte erzielt werden. Dieser Fehler lässt sich nicht abschätzen. Durch die Verwendung sehr feinen Schleifpapiers (1200er bzw 4000er Körnung) und abschließender Politur mit einer speziellen chemischen Lösung (z.B. MD-Chem von der Firma *Struers*) kann dieser Einflussfaktor unter den maschinenspezifischen gedrückt werden. Die Ausrichtung polykristalliner Werkstoffe kann aber auch durch ausgezeichnete Präparation nicht beeinflusst werden, wodurch immer noch eine materialabhängige Streuung der Messergebnisse auftreten kann.

Wie schon zuvor erwähnt, müssen bei den geringen Verfahrwegen des Nanoindenters die Temperaturschwankungen so gering wie möglich gehalten werden, da die thermische Expansion der gesamten Apparatur registrierbaren Einfluss hat. Aber auch das Gehäuse der Maschine und die Verwendung von geregelten Heizkörpern im Inneren können die Schwankungen der Innentemperatur von ca. 1 °C an verschiedenen Messtagen nicht verhindern. Ohne tägliche Kalibrierung (zeitlich ist dies nicht realisierbar) können damit die Resultate innerhalb einer Experimentierphase leicht streuen. Da dieser Einfluss ebenfalls im Bereich der Messauflösung liegt, kann keine genaue Angabe dieses Fehlers erfolgen.

Mit der Temperatur eng verbunden ist die Luftfeuchtigkeit. Jahreszeitbedingt schwankt diese um ca. 30 %. Die Bestimmung der Eindringtiefe erfolgt über einen Plattenkondensator mit Luft als Dielektrikum. Die elektrischen Eigenschaften der Luft ändern sich aber mit der Feuchtigkeit, sodass die Wegmessung nicht unabhängig funktionieren kann. Eine Bestimmung der Auswirkungen der Luftfeuchtigkeit wurde nicht in Betracht gezogen, da dafür bewusst Wasserdampf in den Nanoindenter eingebracht werden müsste, wodurch die hochsensible Messanordnung ruiniert werden könnte.



Abbildung 7.3: Auswirkungen verschiedenen Haltezeiten bei maximaler Last auf die Entlastungskurve (v.l.n.r. 10 s, 20 s, 30 s)

7.1.2 Systematische Fehler

Diese Fehler sind reproduzierbar, verändern der gemessenen Wert also immer auf die gleiche Weise. Legt man einen engen zeitlichen Rahmen fest, so können die Auswirkungen von Temperatur und Luftfeuchtigkeit als systematische Fehler angesehen werden.

Man kann ebenfalls durch falsche Präparation die Härtewerte konstant in eine Richtung verschieben. Schleift man zu wenig Material nach dem Zersägen von einer Probe, bzw. verwendet einen zu hohen Druck beim Schleifvorgang, so verbleibt eine kaltverfestigte Schicht auf der Materialoberfläche, deren Härte größer ist als die des unbearbeiteten Materials. Grundsätzlich ist eine längere Schleifzeit dem höheren Druck vorzuziehen.

Die Bestimmung des E-Moduls erfolgt über die Steigung der gemessenen Entlastungskurve. Wie schon in Kapitel 4.1.1 erläutert beeinflusst die Haltezeit bei maximaler Last die Gestalt der Entlastungskurve bei duktilen Materialien. In Abb. 7.3 wird die Beeinflussung der Steigung durch veränderte Haltezeiten von 10 s, 20 s und 30 s dargestellt. Erst bei 30 s kann von einem geradlinigen Anstieg der Entlastungskurve im Bereich maximaler Eindringtiefe ausgegangen werden. Die Steigung wird bei zu kurzer Haltephase immer überbewertet, ist in Extremfällen jedoch negativ. Dies führt zu einem zu hohen (siehe Gleichung 4.12) bzw. negativen E-Modul. Zusätzlich zur ausreichenden Haltezeit wird die Steigung nicht bei maximaler Eindringtiefe bestimmt, sondern bei $0,98\cdot h_{\max}.$ Zu diesem Zeitpunkt der Entlastung ist die Spannung im Material soweit abgesunken, dass Kriecheffekte eine vernachlässigbare Größenordnung erreichen. Untersuchungen haben gezeigt, dass der Anstieg der Entlastungskurve an dieser Stelle dem entspricht, der bei maximaler Eindringtiefe zum Beginn der Entlastung abzüglich der Kriechdeformation vorliegt. Mit dieser Auswertemethode kann der Fehler des E-Moduls stark reduziert werden.

Zu kleine Abstände zwischen den Messpunkten beeinflussen die Ergebnisse der Härtemessungen, da die sich unter dem Indent ausbildende plastische Zone das Material verändert und im nächsten Messvorgang nicht die Eigenschaften des ursprünglichen Materials gemessen werden. Zusätzlich sollten alle in Kapitel 2.2 aufgelisteten möglichen Beeinflussungen der Messergebnisse vermieden oder zumindest reduziert werden.

Aber trotz bester Versuchsbedingungen müssen die systematischen Fehler mit in Betracht gezogen werden. Da sich diese Fehler nicht quantitativ bestimmen lassen, wurde hier angenommen, dass sie jeweils in der Größenordnung des minimalen zufälligen Fehlers liegen (Inhomogenitäten des Materials sind nicht darin eingeschlossen!). Der Gesamtfehler lässt sich demnach wie in Tabelle 7.1 folgt angeben. Kleinere in Kapitel 6 angegebene Fehler sind zufällig und entsprechen nicht der theoretischen Genauigkeit dieser Messmethoden.

Fehlerart	Härte [%]	E-Modul [%]	Fließspannung [%]
zufällig	0,1-1	1-8	2-23
systematisch	0,1	1	2
gesamt	0,2-1,1	2-9	4-25

 Tabelle 7.1: Minimale Fehler der drei gemessenen Materialkennwerte (abhängig von der Eindringtiefe)

7.2 Fehlerquellen Zugversuche

Auch bei dieser Messmethode gibt es systematische und zufällige Fehler, die im Folgenden einzeln erläutert werden sollen. Zusätzlich produzieren die Markierungen für das Laserextensometer einen nachfolgend erläuterten Fehler, der systembedingt, zufällig und im Moment nicht vermeidbar ist. Dieser ist so gravierend, dass komplette Messungen verworfen werden müssen. Wie im Kapitel 4.2 erwähnt und in Abb. 6.2 dargestellt gibt es einige Messungen, bei denen kurz nach Beginn des Zugversuchs bei positiver Kraft eine negative Dehnung auftritt, was vermutlich auf die Art der Probenmarkierung zurückzuführen ist. In dem Fall, dass die Klebestreifen nicht fest an der Probe kleben, bewirkt die Dehnung zum Beginn des Versuchs eine Winkeländerung der Markierungen (siehe Abb. 7.4) und damit verbunden eine falsche Wegmessung. Die abstehenden Enden der Klebestreifen tragen erheblich zur Signalqualität des Laserextensometers bei, sodass die Positionierung der Enden unterhalb der Probe andere Messfehler erzeugt. Wie schon bei der Erklärung der Funktionsweise des Extensometers erläutert, gibt es zur Zeit keine Alternativen zum Bekleben der Probekörper, mit der nicht andere Effekte einhergehen, die ähnliche Fehler verursachen.



Abbildung 7.4: Negative Dehnungen aufgrund der Probenmarkierungen

7.2.1 Zufällige Fehler

Diese Fehler ergeben sich aus den Messungenauigkeiten der beteiligten Systeme. Dabei wird ein Fehler in der Wegmessung des Laserextensometers mit $\Delta l = 0, 1 \,\mu\text{m}$ und der Fehler der Kraftmessdose mit $\Delta F = 25 \,\text{mN}$ von den Herstellern angegeben. Damit können die zufälligen Fehler der Dehnung $\Delta \varepsilon$ und der Spannung $\Delta \sigma$ berechnet werden.

$$\varepsilon = \frac{l(t) - l_0}{l_0} \implies \Delta \varepsilon = \left| \frac{\partial \varepsilon}{\partial (l(t) - l_0)} \right| \Delta l + \left| \frac{\partial \varepsilon}{\partial l_0} \right| \Delta l$$
$$= \frac{1}{l_0} \Delta l + \frac{(l(t) - l_0)}{l_0^2} \Delta l \qquad (7.14)$$

Die Ausgangslänge l_0 zwischen den Markierungen betrug 5 mm und um den maximalen Fehler zu bestimmen, wird die Längenänderung mit 50 % der Ausgangslänge (durchschnittliche Bruchdehnung) angesetzt.

$$\Delta \varepsilon = 2 \cdot 10^{-5} + 1 \cdot 10^{-9} \approx 2 \cdot 10^{-5} = 2 \cdot 10^{-3} \%$$
(7.15)

Der Fehler der Spannung errechnet sich zu:

$$\sigma = \frac{F}{A} \qquad \Rightarrow \qquad \Delta \sigma = \left| \frac{\partial \sigma}{\partial F} \right| \Delta F + \left| \frac{\partial \sigma}{\partial A} \right| \Delta A$$
$$= \frac{1}{A} \Delta F + \frac{F}{A^2} \Delta A. \tag{7.16}$$

Die Bestimmung dieses Fehlers benötigt die Messungenauigkeit bei der Bestimmung des Durchmessers der Materialprobe. Für die Messung wurde eine Schiebelehre mit einer Skalenteilung von 1/10 mm benutzt. Der Messfehler wird damit zu 0,05 mm angenommen. Die Hälfte der kleinsten Skalenteilung als Annahme für den Messfehler ist bei dieser Art von Messgeräten üblich.

$$A = \pi \frac{d^2}{4} \qquad \Rightarrow \qquad \Delta A = \left| \frac{\partial A}{\partial d} \right| \Delta d$$
$$= \frac{\pi}{2} d\Delta d = 0,08 \,\mathrm{mm}^2 \tag{7.17}$$

Dadurch ergibt sich mit der durchschnittlichen maximalen Zugkraft von 50 N ein maximaler Fehler für die Zugfestigkeit von:

$$\Delta Rm = \frac{1}{0,79\,\mathrm{mm}^2} \cdot 25 \cdot 10^{-3}\,\mathrm{N} + \frac{50\,\mathrm{N}}{0,62\,\mathrm{mm}^4} \cdot 0,08\,\mathrm{mm}^2 = 6,5\,\frac{\mathrm{N}}{\mathrm{mm}^2},\,(7.18)$$

und für die Fließspannung (mittlere Zugkraft von 30 N):

$$\Delta \sigma_y = \frac{1}{0,79 \,\mathrm{mm}^2} \cdot 25 \cdot 10^{-3} \,\mathrm{N} + \frac{30 \,\mathrm{N}}{0,62 \,\mathrm{mm}^4} \cdot 0,08 \,\mathrm{mm}^2 = 3,9 \,\frac{\mathrm{N}}{\mathrm{mm}^2}.$$
 (7.19)

Der relative Fehler in der Spannung errechnet sich allgemein zu:

$$\Delta \sigma_{rel} = \frac{\sigma}{\Delta \sigma(F)} = 16,5\%. \tag{7.20}$$

Dieser große Fehler resultiert allein aus der relativ ungenauen Bestimmung der Probendicke und kann somit auch nur schwer reduziert werden. Alternativen wären eine größere Probe bzw. ein alternatives Messverfahren zur Bestimmung der Dicke. Eine stärkere Probe würde aber in dem hier beschriebenen Zusammenhang den Anspruch der Miniaturmessverfahren verlieren. Als unbekannte Fehlerquelle kommt die mögliche und schwer messbare Abweichung der Probengeometrie vom axialsymmetrischen Idealzustand hinzu. Eine genauere Bestimmung der Probendicke könnte über eine mikrophotografische Auswertung mittels Bildvermessungssoftware realisiert werden. Dies wurde jedoch im Zusammenhang mit den hier beschriebenen Messreihen nicht durchgeführt. Aber auch mit dieser Methode ist die Bestimmung einer nicht exakt kreisförmigen Querschnittsfläche der Testkörper sehr ungenau.

Im Gegensatz zur Spannung bleibt der relative Fehler $\Delta \varepsilon_{rel}$ auch bei sehr kleinen Dehnungen im Bereich von max. 1 %.

Weitere zufällige Fehler gehen aus der Duktilität des untersuchten Materials hervor. Selbst das Vermessen der Dicke mit einer Schiebelehre kann das Material verformen und somit eine unbeabsichtigte "Sollbruchstelle" bzw. Schwächung im Material erzeugen. Diese führt zu unterschiedlich stark ausgeprägtem Verringerung der mechanischen Materialparameter. Eine Alternative dazu wäre eine optische Vermessung der Proben unter dem Mikroskop. Dieses Verfahren könnte auch die Genauigkeit der Probenvermessung erhöhen und somit den sehr großen Fehlerwert der Spannung reduzieren.

7.2.2 Systematische Fehler

Reproduzierbare Fehler können bei dieser experimentellen Anordnung nur durch die Kraftmessdose und den Laserextensometer verursacht werden. Sämtliche übrige Fehlerquellen, wie z.B. der Einfluss der Probenhalterung, können durch sorgfältige Versuchsdurchführung vernachlässigt werden. Für die Auswertung der Versuche werden keine absoluten Messwerte des Laserextensometers (z.B. l(t)) sondern nur die relativen Werte (Dehnung ε) verwendet. Da sich des Messgerät selbst kalibriert, d.h. die Dehnung wird immer auf die zu Versuchsbeginn gemessene Ausgangslänge l_0 bezogen, kann hier kein Fehler auftreten.

Ahnliches gilt auch für die Messung der Zugkraft. Aus einem wohldefinierten Zustand mit einer komplett entlasteten Probe wird der Versuch gestartet. Sollte der Kraftaufnehmer zu diesem Zeitpunkt eine von Null verschiedene Kraft registrieren, so kann bei der Nachbearbeitung der Daten dieses Offset aus den Messwerten entfernt werden. Andere systematische Fehler (z.B. Stauchung oder Streckung der realen Kraft-Zeit-Kurve) sollte bei der Güte dieser Messapparatur nicht auftreten.

Außerdem wird an dieser Stelle angenommen, dass die Signalverarbeitung und -leitung keine relevanten Fehler produziert.

7.3 Vergleich der verwendeten Messmethoden

Abschließend zur Fehlerbetrachtung sollen die Methoden zur mechanischen Kennwertbestimmung im Bereich der Miniaturproben miteinander verglichen werden, um die Vor- und Nachteile zu identifizieren.

Der Zugversuch als ursprüngliche Methode der Materialuntersuchung besticht durch die Einfachheit seiner Durchführung. Verschiebt man allerdings die Probengröße in den niedrigen mm-Bereich, so steigen die Anforderungen an Genauigkeit der Messungen, um exakte Ergebnisse zu erzielen. Es wurde gezeigt, dass die Umsetzung des eigentlichen Zugversuchs messtechnisch realisierbar ist. Bei der Umrechnung von Kraft in Spannung erzeugt die Ungenauigkeit der traditionellen Probenvermessung extreme Fehler in den Spannungsgrößen. Dies könnte mit einer optischen Vermessung unter dem Mikroskop stark verbessert werden. Allerdings ist diese Vorgehensweise sehr zeitintensiv, wodurch eine statistisch auswertbare Anzahl von Versuchen sehr viel Zeit benötigt. Hinzu kommt die Zeit der Probenherstellung und der materielle Aufwand. Zerrissene Proben könnten zwar wieder eingeschmolzen werden, aber durch Oxidationsprozesse beim schmelzen ist eine konstante Legierungszusammensetzung nicht gewährleistet. Sind zeitliche und materielle Kosten zweitrangig, so können mit der Methode der Miniaturzugversuche eine Vielzahl von Materialparametern gleichzeitig bestimmt werden. Eine Variation der Versuchsdurchführung in hinsichtlich langsamer Zuggeschwindigkeit (bzw. statische Versuche) kann zusätzlich Kriechparameter identifizieren.

Mit der zweiten in dieser Arbeit verwendete Methode der Nanoindentation kann im Gegensatz zum Zugversuch eine große Anzahl von Messungen innerhalb eines Versuchs erbracht werden. Damit kann sowohl Zeit als auch Probenmaterial gespart werden. Es ist möglich sehr kleine Bereiche gezielt zu untersuchen und somit Informationen über lokale Materialeigenschaften zu erhalten. Die Untersuchungen in dieser Arbeit haben gezeigt, dass es möglich ist plastische Materialparameter von Materialien zu erhalten, die mit den etablierten Standardtests nicht gewonnen werden können. Aber trotz der hier vorgestellten Methode der Fließspannungsbestimmung mittels Nanoindentation, können gegenwärtig nur die Härte, der E-Modul und die Streckgrenze bestimmt werden. Damit kann nicht das Materialverhalten über einen weiten Dehnungsbereich ermittelt werden. Zukünftige Kombinationen aus Versuch, numerischer Simulation und Optimierungsmethoden zur Bestimmung weiterer mechanischer Kenndaten könnte diesen Mangel vielleicht beheben. Hinsichtlich Probengröße und Streuung der bestimmbaren Messwerte ist die Methode der Nanoindentation im Bereich Mikroelektronik im Vorteil gegenüber den traditionellen Methoden der Materialparameterbestimmung. Für einen effektiven Einsatz dieser Untersuchungsmethode müssen aber noch einige Versuchsparameter verbessert werden. Die Abweichung bei der Positionierung der Eindrücke könnte trotz mehrmaliger Kalibrierung nicht unter 5 µm gedrückt werden. Dies ist angesichts der zum Teil nur 2-3 µm großen zu indentierenden Phasen sehr unbefriedigend. Zusätzlich müsste bei dieser Größe der zu untersuchenden materiellen Gebiete die Eindringtiefe reduziert werden. Wie schon hinreichend beschrieben ist eine zufriedenstellende Kalibrierung mittels DAF in diesem Tiefenbereich nicht mehr möglich. Sollte dies technische Ursachen haben, müssen diese so schnell wie möglich gefunden werden. Andernfalls wurde die Grenze dieser experimentellen Einrichtung gezeigt und eine Untersuchung unterhalb dieser Schranke ist nicht sinnvoll.

Kapitel 8

Zusammenfassung

Durch die zunehmende Miniaturisierung mikroelektronischer Bauteile muss der unter anderem von Wiese ([88]) und Simons et al. ([78]) angenommene Sachverhalt geklärt werden, ob einige mechanische Materialparameter von Metallen und Legierungen von der Probengröße abhängig sind. Neben den Bedenken hinsichtlich der Dauerfestigkeit existierender Verbindungsformen mit den neuen bleifreien Lotwerkstoffen steht die Entwicklung neuer Lötverbindungen und -techniken bei vielen Arbeitsgruppen im Mittelpunkt ihrer Forschungen. Hierzu werden meist FE-Programme benutzt, die für eine aussagekräftige Analyse zuverlässige Materialdaten der verwendeten Werkstoffe benötigen.

Aus diesem Grund beschäftigt sich diese Arbeit mit Messmethoden, die es ermöglichen mechanische Kenndaten von Materialien zu ermitteln, die als Probe im Miniaturformat vorliegen. Dafür wurde der klassische einachsige Zugversuch so modifiziert, dass die verwendeten Proben einen Durchmesser von nur 1 mm besitzen. Mit dem Nanoindenter, der zweiten benutzten Messmethode, ist es möglich mechanische Materialparameter von Bereichen einer Probe zu ermitteln, deren Größe im Mikrometerbereich liegt.

Um die Relevanz von Härtemessverfahren deutlich zu machen, wurde einleitend deren historische Entwicklung kurz erläutert. Mit dem Bestimmen der Härte eines Werkstoffs wurde lange Zeit die Qualität von Produkten des Maschinenbaus sichergestellt. Mit der Zeit änderten sich die Anforderungsprofile der benutzten Werkstoffe und zusätzliche mechanische Kennwerte wurden bei der Auslegung und Qualitätskontrolle benutzt. Gegen Ende des 20. Jahrhunderts konnte mit der Methode von Oliver und Pharr [66] das E-Modul mittels Härtemessverfahren bestimmt werden. Zusätzlich wurde in dieser Arbeit ein Verfahren entwickelt, das die Berechnung der Fließspannung aus den bis dahin mittels Nanoindentation bestimmten Materialwerten ermöglicht.

Mit den Daten der durchgeführten Literaturrecherche und den Ergebnissen der Miniaturzugversuche ist es möglich dieses neue Verfahren zu verifizieren. Die Versuche an verschiedenen bleifreien Loten zeigen eine gute Übereinstimmung der gemessenen Materialkennwerte. Somit wurde gezeigt, dass sowohl lineare (E-Modul und Härte), als auch nichtlineare Materialparameter (Fließspannung) über die Methode der Nanoindentation bestimmt werden können. Dies ermöglicht erstmals die Bestimmung der Fließspannung der intermetallischen Phasen. Die Porosität dieser Materialien hat bisher die Bestimmung der Fließspannung mittels Zugversuch verhindert. Die in Lötverbindungen von Loten auf SnAg- und SnAgCu-Basis auftretenden IMC's wurden untersucht und soweit möglich durch Literaturwerte bestätigt. Damit wurde Daten gewonnen, die bisher für die Verbesserung numerischer Modelle von Lötverbindungen fehlten. Somit können FE-Modelle zukünftig intermetallische Phasen enthalten und detailliertere Ergebnisse liefern.

Bei der Auswertung der mit dieser Methode bestimmbaren Materialdaten ist kein signifikanter Unterschied zwischen einer makroskopischen Vollmaterialprobe und einer mikroskopischen Probe festgestellt worden. Dies stimmt nicht mit den in der Literatur gefundenen Abhängigkeiten überein.

Die Auswertung der durch den Nanoindenter gewonnenen Daten ist damit aber noch nicht abgeschlossen. Weitere nichtlineare Materialparameter sollten sich aus der Verbindung zwischen einem FE-Programm und geeigneten Optimierungsmethoden bestimmen lassen. Hierbei werden nicht nur spezielle Eckdaten aus der Last-Eindringtiefenkurve des Nanoindenters entnommen und damit einige wenige Materialparameter bestimmt, sondern die gesamte Kurve kann in die Auswertung einbezogen werden. Durch genaue Modellierung und (rechenintensiver) Optimierung von simulierten Messkurven sollte es möglich sein, ein Großteil der Materialparameter von etablierten elasto-plastischen Materialgesetzen zu bestimmen. Zusätzlich könnte diese Methode auch auf die während der Haltezeit aufgezeichneten Messdaten angewandt werden, um die Kriecheigenschaften der Materialien zu bestimmen.

Anhang A

MatLab-Programm zur Kalibrierung des Nanoindenters

```
clear close all;
%***Einlesen der Messdaten***%
[fname,pname] = uigetfile('*.*','Lade Datei');
filename=strcat(pname,fname); data=dlmread(filename,';');
%***Entfernen von fehlerhaften Messwerten
%***(negative Kraft oder Eindringtiefe)***%
j=0; for i=1:size(data,1)
   if data(i-j,2)<0
      data(i-j,:)=[];
    j=j+1;
   end
end j=1; for i=2:size(data,1)
    if data(i,2)<(data(i-1,2)/10)
    ende(j)=i-1;
    j=j+1;
    end
end ende(j)=i;
%***Trennen der Datei in einzelne Messkurven
%***P=Last, h=Eindringtiefe, t=Zeit***%
P{1}=data(1:ende(1),1)*1e-3;
                               %[N]
h{1}=data(1:ende(1),2)*1e-6;
                               %[mm]
t{1}=data(1:ende(1),3);
                               %[s]
for i=2:size(ende,2)
    P{i}=data(ende(i-1)+1:ende(i),1)*1e-3;
                                               %[N]
    h{i}=data(ende(i-1)+1:ende(i),2)*1e-6;
                                               %[mm]
```

```
t{i}=data(ende(i-1)+1:ende(i),3);
                                               %[s]
end
%***Geometriefaktor epsilon***%
eps=0.76;
%***Sollwerte für Härte und red. E-Modul***%
%**fused silca
Ersoll=69640;
                    %[MPa]
HNsoll=8800;
                    %[MPa]
%**Stahl
% Ersoll=200000;
                     %[MPa]
% HNsoll=9000;
                     %[MPa]
figure; hold on; figure; hold on;
%***Schleife über alle Eindrücke***%
for i=1:size(P,2)
    %***Besimmung wichtiger Kurvenparameter
    %***Pmax=max. Last, hmax=max. Tiefe,
    %***Endbelast=Beginn der Haltezeit
    flag=0;
    for j=1:size(h{i},1)-1
        if t{i}(j+1)-t{i}(j)>3 && flag==0
            Poshmax{i}=j+1;
            posEndBelast(i)=j;
            flag=1;
        end
    end
    Pmax(i)=P{i}(Poshmax{i}(1));
    hmax(i)=h{i}(Poshmax{i}(1));
    EndBelast(i)=h{i}(posEndBelast(i));
    %***Bestimmung der idealen projizierten Fläche
    Asoll(i)=Pmax(i)/HNsoll;
    %***Darstellung der Entlastungskurve als Polynom 2. Grades
    pos70=find(P{i}(Poshmax{i}:end)<0.70*Pmax(i));</pre>
    pos70=pos70(1)+Poshmax{i};
    pol=fit(h{i}(pos70:end),P{i}(pos70:end),'poly2');
```

```
%***Ermittlung der contact compliance bei 98% der maximalen
    %***Eindringtiefe
    ContCompl(i)=1/differentiate(pol,hmax(i)*0.98);
    %***Bestimmung der frame compliance aus den Sollwerten
    Cf(i)=ContCompl(i)-sqrt(pi)/(2*Ersoll*sqrt(Asoll(i)));
    %***Bestimmung der Kontakttiefe hc
    hc(i)=hmax(i)-eps*(ContCompl(i)-Cf(i))*Pmax(i);
    %***Darstellung der normierten Entlastungskurven
    figure(1)
    plot((h{i}(Poshmax{i}:end)-h{i}(end))./(hmax(i)-h{i}(end)),...
    ...P{i}(Poshmax{i}:end)./Pmax(i));
    %***Darstellung der gesamten Last-Eindringtiefen-Kurven
    figure(2)
    plot(h{i},P{i});
   plot(hmax(i),Pmax(i),'ro');
    plot([hmax(i) hc(i)], [Pmax(i), 0], 'r');
    plot(hc,0,'rx');
end
%***Bestimmung gemittelte frame compliance
Cf2=mean(Cf);
%***Bestimmung der DAF durch Optimierung der Kurve Asoll(hc)
opts=fitoptions('poly3');
opts.Lower=[-Inf 24.56 -Inf -Inf];
opts.Upper=[Inf 24.56 Inf Inf];
opts.Robust='LAR';
DAF=fit(hc',Asoll','poly3',opts);
%***projizierte Fläche aus DAF
Aproj=DAF.p1*hc.^3+DAF.p2*hc.^2+DAF.p3*hc+DAF.p4;
%***Erneute Berechnung der Materialkennwerte
Er=sqrt(pi)./(2.*(ContCompl-Cf2).*sqrt(Aproj)).*1e-3; %[GPa]
HN=Pmax./Aproj*1e-03; %[GPa]
```

```
%***Ausgabe der berechneten Materialwerte figure
```

```
plot(hmax,HN,'k.');
ylim([5 15]);
xlabel('h_{max} [mm]');
ylabel('NH [Gpa]');
hold on
figure
plot(hmax,Er,'k.');
ylim([0 100]);
xlabel('h_{max} [mm]');
ylabel('E_r [Gpa]');
```

Anhang B

MatLab-Programm zur Auswertung der Zugversuche

```
clear all
%*** Einlesen der Messdaten
[fname,pname] = uigetfile('*.dat','Asciidaten von
Zugversuch', 'MultiSelect', 'on'); if iscellstr(fname)==0
    name=fname;
    fname=cell(1);
    fname{1}=name;
end if fname{1}==0 return;end; filename=strcat(pname,fname);
name=find(pname=='\'); pname2=pname; pname2(1:name(end-1))=[];
pname2(end)=[];
name2=strcat(pname(1:name(end-1)),pname2,'_auswertung.txt');
delete(name2);
%*** Auswerteroutine über alle ausgewählte Versuche
for i=1:size(fname,2)
    %*** Eingabe von Polynomordnung n und Probendurchmesser d
    OK='n'
    while OK=='n'
        n = input('Ordnung von Polynom [3]: ','s');
        if isempty(n)
            n = 3;
        else
            n=str2num(n);
        end
        d = input('Probendurchmesser [1]: ','s');
        if isempty(d)
            d = 1;
```

```
else
    d=str2num(d);
end
data{i}=load(filename{i});
%*** Berechnung der Querschnittsfläche
A=pi*(d/2)^2;
%*** Zuweisung eindeutiger Namen
sigma{i}=data{i}(:,4)/A; % [N/mm<sup>2</sup>]=[MPa]
%*** Messtechnische Verschiebung der Dehnung um
     50% wird registriert
%
if data{i}(1,6)<-4
    epsilon{i}=data{i}(:,6)*10+50; % [%]
else
    epsilon{i}=data{i}(:,6)*10; % [%]
end
%*** Erfassung der negativen Dehnungen und Verschieben der
     Messkurve auf Schwerpunkt der "Nullwolke"
%
plot(epsilon{i},sigma{i},'.','Markersize',5);
XYZ=find(epsilon{i}<0.0);</pre>
if isempty(XYZ)
   XYZ=1;
end
XYZ=XYZ(end);
deltasigma=mean(sigma{i}(1:XYZ));
deltaepsilon=mean(epsilon{i}(1:XYZ));
sigma{i}=sigma{i}-deltasigma;
epsilon{i}=epsilon{i}-deltaepsilon;
Zugfestigkeit{i}=max(sigma{i});
%*** Daten für Polynom (bis Spannungen<=0,5Zugfestigkeit)
S=find(sigma{i}>=0.5*Zugfestigkeit{i});
m{i}=S(1);
%*** Bestimmung LNull und Dehnrate
1Null=(data{i}(1000,5)*100)/epsilon{i}(1000);
dehnrate=10/(60*lNull);
%*** Bestimmung von Spannung bei eps=0,2%
sig02pos=find(abs(0.2-epsilon{i})<0.1);</pre>
```

```
sig02{i}=mean(sigma{i}(sig02pos));
%*** Schwerpunktsbestimmung von Bereichen mit angegebener
%
     Bandbreite in sigma-Richtung
py{i}=zeros(size(m{i},1),1);
j=1;
minsigma{i}=min(sigma{i}(1:m{i}));
maxsigma{i}=max(sigma{i}(1:m{i}));
bandwidth=1;
for k=minsigma{i}:bandwidth:maxsigma{i}
    B=find(sigma{i}(1:m{i})>=k & sigma{i}(1:m{i})<...</pre>
    ...(k+bandwidth));
    if B
        sigmamean{i}(j)=mean(sigma{i}(B));
        epsmean{i}(j)=mean(epsilon{i}(B));
        j=j+1;
    end
end
%*** Plotten der Messdaten und der Schwerpunkte
clf
axes('fontsize',16)
plot(epsmean{i}, sigmamean{i}, '*m', 'Markersize', 10);
hold on;
plot(epsilon{i}(1:m{i}), sigma{i}(1:m{i}), '.', 'MarkerSize', 5);
%*** Polynomfit durch Schwerpunkte + Plotten des Polynoms
p{i} = polyfit(epsmean{i},sigmamean{i},n);
xx{i}=linspace(0,max(epsmean{i}),m{i});
py{i}=polyval(p{i},xx{i});
plot(xx{i},py{i},'r','LineWidth',2.25);
%*** E-Modul und Gleichmassdehnung***
Young{i}=p{i}(n)/10;
Gleichmassdehnung{i}=(Young{i}*epsilon{i}(find(sigma{i}==...
...Zugfestigkeit{i}))-Zugfestigkeit{i})/Young{i};
%*** Berechnung Fließspannung
delta=0.2;
pos=1;
while pos==1
    for k=1:size(sigma{i},1)
        dummy(k)=Young{i}*10*epsilon{i}(k)-...
```

```
...Young{i}*10*0.2-sigma{i}(k);
                if abs(dummy(k))<delta
                 pos=k;
                end
        end
        delta=delta+0.1;
    end
    delta
    sigmaY{i}=sigma{i}(pos);
    %*** Bestimmung der Bruchdehnung (bei Absinken der
         Spannung auf halbe Zugfestigkeit)
    %
    bruchpos=[];
    bruchpos=find(sigma{i}(pos:end)<0.5*Zugfestigkeit{i});</pre>
    if isnumeric(bruchpos)~=0
        bruchdehnung{i}=epsilon{i}(bruchpos(2)+pos)-...
        ...sigma{i}(bruchpos(2)+pos)/Young{i};
    else
        bruchdehnung{i}=0;
    end
    name3=find(pname=='\');
    titlename=pname;
    titlename(name3(end-1):end)=[];
    titlename(1:name3(end-2))=[];
    xlabel('eps','FontSize',20);
    ylabel('sig','FontSize',20);
    title(titlename, 'FontSize',20);
    OK = input('OK? [n]: ','s');
    if isempty(OK)
        OK = 'n';
    end
end
```

end

Literaturverzeichnis

- [1] C. Andersson, D.R. Andersson, P. Tegehall, J. Liu. Effect of different temperature cycle profiles on the crack propagation and microstructural evolution of lead free solder joints of different electronic components. In *Proceedings of the 5th International conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems*, pages 455–464. The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2004.
- [2] B. Balakrisnan, C.C. Chum, M. Li, Z. Chen, T. Cahyadi. Fracture Toughness of Cu-Sn Intermetallic Thin Films. *Journal of Electrical Engineering*, 32(3):166–171, 2003.
- [3] H. Bückle. Beziehung zwischen der Zielsetzung und dem Messverfahren der Mikrohärteprüfung. VDI-Bericht, 11:9–27, 1957.
- [4] B. Beake, S. Goodes, S. Jones, R. Parkinson, N. Pickford, J. Smith. Micro Materials NanoTest User Manual Version 3.0. MicroMaterials Ltd., UK, 2002.
- [5] W. Bergmann. Werkstofftechnik 1. Carl Hanser Verlag München Wien, 2002.
- [6] F.M. Borodich, L.M. Keer. Fundamental relations for frictional and adhesive nanoindentation tests. XXI International Congress of Theoretical and Applied Mechanics, Warschau, Polen (extended summary), 2004.
- [7] M. Braunovic. Effect of grain boundaries and free surfaces. In *The science of hardness testing and its research applications*. AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1971.
- [8] I.N. Bronstein, K.A. Semendjajew, G. Musiol, H.Mühlig. Taschenbuch der Mathematik. 4. überarbeitete und erweiterte Auflage. Verlag Harri Deutsch, 1999.
- [9] S.I. Bulychev, V.P. Alekhin, M.Kh. Shorshorov, A.P. Ternovskii, G.D. Shnyrev. Determination of Young's modulus according to the indentation diagram. *Industrial Lab*, 41:1409–1412, 1975.
- [10] K. Burth, W. Brocks. *Plastizität*. Vieweg, 1992.

- [11] C.F. Chan, S.K. Lahiri, P. Yuan, J.B.H. How. An Intermetallic Study of Solder Joints with Sn-Ag-Cu Lead-free Solder. In *Proceedings of 3th Electronics Packaging Technology Conference(EPTC 2000)*, pages 72–80. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2000.
- [12] F.X. Che, J.H.L. Pang. Thermal Fatigue Reliability Analysis for PBGA with Sn-3.8Ag-0.7Cu Solder Joints. In *Proceedings of 6th Electronics Packaging Technology Conference(EPTC 2004)*, pages 787–792. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2004.
- [13] S.S. Chiang, A.G. Evans, D.B. Marshall. The response of solids to elastic/plastic indentation. I. Stresses and residual stresses. *Journal of Applied Physics*, 53(1):298–311, 1982.
- [14] D.Y.R. Chong, K. Ng, J.Y.N. Tan, P.T.H. Low. Drop Impact Reliability Testing for Lead-Free and Leaded Soldered IC Packages. 55th Electronic Components and Technology Conference, pages 622–629, 2005.
- [15] R.R. Chromik, R.P. Vinci, S.L. Allen, M.R. Notis. Investigation of the mechanical properties of Pb-free solder joints by nanoindentation. In Proceedings of the Surface Mount Technology Association (SMTA) International Conference 2002, pages 549–555. SMTA International, 2002.
- [16] C.K. Chung, F. Mustapha, F. Hua, R. Aspandiar. Solder Imprint Technology: A reverse growth of Intermetallic Compound at the interface to fix the brittle interfacial fracture of BGA package soldered on Ni / Au plating. In *Proceedings of 4th Electronics Packaging Technology Conference(EPTC* 2002), pages 45–49. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2002.
- [17] H. Czichos. Hütte Die Grundlagen der Ingenieurwissenschaften. Springer-Verlag, 2000.
- [19] X. Deng, N. Chawla, K.K. Chawla, M. Koopman. Deformation behavior of (Cu, Ag)-Sn intermetallics by nanoindentation. Acta Materialia, 52:4291– 4303, 2004.
- [20] D. Dengel. Vergleich der Härteprüfverfahren nach Vickers und nach Knoop an Stahlprüfplatten der Härte von ca. 100 bis 950 kp/mm² im Prüfkraftbereich 0.2 bis 1.0 kp. Technische Universität Berlin, 1970. Habilitationsschrift.
- [21] D. Dengel. Die wechselseitige Umrechnung von Vickers- und Knoop-Härtewerten im Kleinlastbereich. Zeitschrift für Werkstofftechnik, 7, 1973.

- [22] D. Dengel. Wichtige Gesichtspunkte für die Härtemessung nach Vickers und nach Knoop im Bereich der Kleinlast- und Mikrohärte. Zeitschrift für Werkstofftechnik, 6, 1973.
- [23] C. Detig. Der AT_EX Wegweiser. 1. Auflage. International Thomson Publishing GmbH, 1997.
- [24] Deutscher Bundestag. Gesetz über das Inverkehrbringen, die Rücknahme und die umweltverträgliche Entsorgung von Elektro- und Elektronikgeräten (Elektro- und Elektronikgesetz - ElektroG). Bundesgesetzblatt, 17:762–774, 2005.
- [25] Deutsches Institut f
 ür Normung e.V. (DIN). Zugversuch, Teil 1: Pr
 üfverfahren bei Raumtemperatur Deutsche Fassung EN 10002-1:2001. Deutsche Norm, 2001.
- [26] R. Dudek, W. Faust, J. Vogel, B. Michel. In-situ Solder Fatigue Studies Using a Thermal Lap Shear Test. In *Proceedings of 6th Electronics Packa*ging Technology Conference(EPTC 2004), pages 396–403. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2004.
- [27] W. Engelmaier. Solder joints in electronics: design for reliability. TMS Annual Meeting, 1997.
- [28] M. Erinc, P.J.G. Schreurs, G.Q. Zhang, W.D.van Driel, M.G.D. Geers. Microstructural and Mechanical Characterization of 95.5Sn-4Ag-0.5Cu Solder Balls by Nano-Indentation. In Proceedings of the 5th International conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, pages 443–448. The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2004.
- [29] M. Erinc, P.J.G. Schreurs, G.Q. Zhang, M.G.D. Geers. Reliability of SnAgCu Solder Balls in Packaging. In Proceedings of the 6th International conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, pages 656–660. The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2005.
- [30] European Parliament. Directive 2002/95/EC of the European Parliament and of the Council of 27 January 2003 on the restriction of the use of certain hazardous substances in electrical and electronic equipment. Official Journal of the European Union, L 37:19–23, 2003.
- [31] European Parliament. Richtlinie 2002/96/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 27. Januar 2003 über Elektro- und Elektronik-Altgeräte. Amtsblatt der Europäischen Union, L 37:24–38, 2003.

- [32] Fiedler Optoelektronik GmbH. Laser Extensioneter Technical Documentation. *Produktinformation von MTS*, 2002.
- [33] W.N. Findley, J.S. Lai, K. Onaran. Creep and relaxation of nonlinear viscoelastic materials. North-Holland Publishing Company, 1976.
- [34] A.C. Fischer-Cripps. Nanoindentation. Mechanical Engeneering Series. Springer-Verlag New York, Inc., 2002.
- [35] G. Ghosh. Elastic properties, hardness, and indentation fracture toughness of intermetallics relevant to electronic packaging. *Journal of Materials Re*search, 19(5):1439–1454, 2004.
- [36] D. Gross, W. Hauger, W. Schnell, P. Wriggers. Technische Mechanik 4. Springer Verlag Berlin Heidelberg, 2002.
- [37] J. Gubicza, A. Juhász, J. Lendvai. A new method for hardness determination from depth sensing indentation tests. *Journal of Materials Research*, 11(12):2964–2967, 1996.
- [38] A. Guédon-Gracia, P. Roux, E. Woirgard, C. Zardini. Reliability Analysis of Lead-Free BGA Assemblies Linking FE Simulations and Experimental Results. In Proceedings of the 6th International conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, pages 259–262. The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2005.
- [39] P. Gummert, K.-A. Reckling. *Mechanik*. Vieweg, 1986.
- [40] J.L. Hay, A. Bolshakov, G.M. Pharr. A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data. *Journal of Materials Research*, 14(6):2296–2305, 1999.
- [41] J.L. Hay, G.M. Pharr. Instrumented Indentation Testing, ASM Handbook. Mechanical Testing and Evaluation, 8:231–242, 2000.
- [42] R.C. Hibbeler. *Mechanics of Materials*. Pearson Prentice Hall, 2005.
- [43] R. Hill. The mathematical theory of plasticity. Oxford University Press, 1950.
- [44] I.T.R.I. Solder Alloy Data Mechanical properties of solders and soldered joints No. 656. International Tin Research Institute, 1986.
- [45] G.-Y. Jang, J.-W. Lee, J.-G. Duh. The Nanoindentation Characteristics of Cu6Sn5, Cu3Sn, and Ni3Sn4 Intermetallic Compounds in the Solder Bump. *Journal of Electronic Materials*, 33:1103–1110, 2004.
- [46] K.L. Johnson. Contact mechanics. Press Syndicate of the University of Cambridge, 1985.
- [47] C. Kanchanomai, Y. Miyashita, Y. Mutoh. C*-parameter Approach to Low Cycle Fatigue Crack Growth of Solders. In *Proceedings of 4th Electronics Packaging Technology Conference(EPTC 2002)*, pages 385–390. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2002.
- [48] J. Lau, D. Shangguan, W. Dauksher, D. Khoo, G. Fan, W. Loong-Fee, M. Sanciaume. Lead-Free Wave-Soldering and Reliability of Light-Emitting Diode (LED) Display Assemblies. In Proceedings of International Conference on Lead Free Electronics "Towards implementation of the RHS Directive", Brussels, 2003.
- [49] B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall. Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System. *Journal of the American Ceramic Society*, 63(9-10):574–581, 1980.
- [50] S.W.R. Lee, D. Lau. Computational Model Validation with Experimental Data from Temperature Cycling Tests of PBGA Assemblies for the Analysis of Board Level Solder Joint Reliability. In Proceedings of the 5th International conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, pages 115–120. The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2004.
- [51] D. Li, C. Liu, P. Conway. Micromechanical Characterisation of Sn-Ag-Cu Solder FCOB Interconnects at Ambient and Elevated Temperatures. 54th Electronic Components and Technology Conference, pages 128–133, 2004.
- [52] Y.Y. Lim, M.M. Chaudhri, Y. Enomoto. Accurate determination of the mechanical properties of thin aluminum films deposited on sapphire flats using nanoindentations. *Journal of Materials Research*, 14(6):2314–2327, 1999.
- [53] T.S. Lok, C.F. Siong, L.B. Kuan, W.E. Hua. New methodology for mechanical characterisation of solders for IC packaging. *International Electronic Packaging Technical Conference and Exhibition*, 2003.
- [54] H. Lu, C. Bailey. Predicting Optimal Process Conditions for Flip-Chip Assembly Using Copper Column Bumped Dies. In *Proceedings of 4th Electro*nics Packaging Technology Conference(EPTC 2002), pages 338–343. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2002.
- [55] J.P. Lucas, H. Rhee, F. Guo, K.N. Subramanian. Mechanical Properties of Intermetallic Compounds Associated with Pb-Free Solder Joints Using Nanoindentation. *Journal of Electronic Materials*, 32:1375–1383, 2003.

- [56] V.E. Lysaght. Indentation Hardness Testing. Reinhold Publishing Corp., 1949.
- [57] S.N. Magonov, M. Whangbo. Surface Analysis with STM and AFM. VCH Verlagsgesellschaft mbH, 1996.
- [58] M.H.H. Meuwissen, E.P. Veninga, M.W.W.J. Tijdink, M.G.H. Meijerink. Computer Assisted Design Study of a Low-Cost Pressure Sensor. In Proceedings of the 6th International conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, pages 516–523. The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2005.
- [59] K. Mohankumar, A.A.O. Tay. Nano-Particle Reinforced Solders for fine pitch applications. In *Proceedings of 6th Electronics Packaging Technology Conference(EPTC 2004)*, pages 455–461. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2004.
- [60] K. Mohankumar, A.A.O. Tay. Nanoindentation Study of the Pb-Free Solders in Fine Pitch Interconnects. In *Proceedings of 6th Electronics Packa*ging Technology Conference(EPTC 2004), pages 483–489. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2004.
- [61] B.W. Mott, K.F. Frank. *Die Mikrohärteprüfung*. Berliner Union, 1957.
- [62] MTS Systems Corporation. Tytron 250 Microforce Testing System. Produktinformation von MTS, 1998.
- [63] H.S. Ng, T.Y. Tee, S. Pan, C. Sun, P. Lam. Development and application of lead-free solder joint fatigue model for CSP. In *Proceedings of the 6th International Conference On Electronic Materials and Packaging (EMAP* 2004), pages 442–449. School of Mechanical Engineering, Universiti Sains Malaysia, 2004.
- [64] S.L. Ngoh, W. Zhou, H.L. Pang, A.C. Spowage, X.Q. Shi. Effect of Stress on Interfacial Intermetallic Compound Development of Sn-Ag-Cu Lead-free Solder Joint on Au/Ni/Cu Substrate. In *Proceedings of 6th Electronics Packaging Technology Conference(EPTC 2004)*, pages 414–419. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2004.
- [65] V.S. Nguyen. Zur experimentellen Erfassung mechanischer Kenndaten thermo-mechanisch gealterter SMT-Lotwerkstoffe mit Hilfe des Small Punch Tests. Shaker Verlag, 2004. Dissertation.
- [66] W.C. Oliver, G.M.Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(6):1564–1583, 1992.

- [67] H. O'Neill. Hardness Measurement of Metals and Alloys. Eyre and Spottiswoode Limited at The Thanet Press, 1967.
- [68] J.H.L. Pang, B.S. Xiong, F.X. Che. Modeling Stress Strain Curves For Lead-Free 95.5Sn-3.8Ag-0.7Cu Solder. In Proceedings of the 5th International conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, pages 449–453. The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2004.
- [69] C. Peng, K. Chiang, T. Ku, K. Chang. Design, Fabrication and Comparison of Lead-Free/Eutectic Solder Joint Reliability of Flip Chip Package. In Proceedings of the 5th International conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, pages 149–156. The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2004.
- [70] S. Pitely, L. Zavalij, S. Zarembo, E.J. Cotts. Linear coefficients of thermal expansion of Au_{0.5}Ni_{0.5}Sn₄, Au_{0.75}Ni_{0.25}Sn₄, and AuSn₄. *Scripta Materialia*, 51:745–749, 2004.
- [71] A.R.S. Ponter, D.R. Hayhurst. *Creep in Structures*. Springer-Verlag, 1981.
- [72] Y.N. Rabotnov. Creep problems in structural members. North-Holland Publishing Company, 1969.
- [73] P. Ratchev, R. Labie, E. Beyne. Nanohardness Study of CoSn2 Intermetallic Layers Formed Between Co UBM and Sn Flip-Chip Solder Joints. In Proceedings of 6th Electronics Packaging Technology Conference(EPTC 2004), pages 339–342. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2004.
- [74] L.E. Samuels, T.O. Mulhearn. An experimental investigation of the deformed zone associated with indentation hardness impressions. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 5:125–134, 1957.
- [75] J.F. Shackelford. *Werkstofftechnologie für Ingenieure*. Pearson Eduaction Deutschland GmbH, 2005.
- [76] E. Siebel. Handbuch der Werkstoffprüfung. Springer-Verlag Berlin/Göttingen/Heidelberg, 1955.
- [77] T. Siewert, S. Liu, D.R. Smith, J.C. Madeni. Properties of Lead-Free Solders. Database for solder properties with emphasis on new lead-free solders, Release 4.0, 2002.
- [78] G. Simons, Ch. Weippert, J. Dual, J. Villain. Size effects in tensile testing of thin cold rolled and annealed Cu foils. *Materials Science and Engineering*, A 416:290–299, 2006.

- [79] I.N. Sneddon. The relation between load and penetration in the axialsymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. Int. J. Engng. Sci., 3:47–57, 1965.
- [80] I. Szendiuch, J. Šandera. FR4 Ceramic "Z" axis solder interconnection. Journal of Electrical Engineering, 55(9-10):256-260, 2004.
- [81] D. Tabor. The Hardness of Metals. Oxford University Press, 1951.
- [82] H. Tertsch. Mikrohärteprüfung und Praxis. Radex-Rdsch., 3:126–128, 1953.
- [83] S.P. Timoshenko. *History of strength of materials*. McGraw-Hill Publishing Company LTD., 1953.
- [84] I. Tsai, L.J. Tai, S.F. Yen, T.H. Chuang, R. Lo, T. Ku, E. Wu. Identification of Mechanical Properties of Intermetallic Compounds on Lead-Free Solder. 55th Electronic Components and Technology Conference, pages 687– 691, 2005.
- [85] J.R. Tuck, A.M. Korsunsky, S.J. Bull, R.I. Davidson. On the application of the work-of-indentation approach to depth-sensing indentation experiments in coated systems. *Surface and Coatings Technology*, 2000. uncorrected proof.
- [86] J. Villain, U. Corradi, Chr. Weippert, A. Häse. Mechanical Properties of Lead-Free Solder Materials (SAC-Alloys) Depending on Temperature and Strain Velocity with Regard to the Structure. In *Mid-Term COST Action* 531 Meeting Genova, Italy, 2006.
- [87] A. Wehrstedt. Übersicht über den Stand der Normung der Härteprüfverfahren für metallische Werkstoffe. In Härteprüfung in Theorie und Praxis. VDI Berichte 1194 - Verein Deutscher Ingenieure, 1995.
- [88] S. Wiese. Experimentelle Untersuchungen an SnPb37 Flip-Chip-Lotkontakten zur Bestimmung werkstoffmechanischer Modelle für die FEM-Simulation. VDI Verlag GmbH, 2000. Dissertation.
- [89] H. Ye, C. Basaran, D.C. Hopkins, M. Lin. Modeling Deformation in Microelectronics BGA Solder Joints Under High Current Density, Part I: Simulation and Testing. 55th Electronic Components and Technology Conference, pages 1437–1444, 2005.
- [90] C. Yeh, Y. Lai. Transient Analysis of Board-level Drop Response of Lead-free Chip-scale Packages with Experimental Verifications. In *Proceedings of 6th Electronics Packaging Technology Conference(EPTC 2004)*, pages 695–700. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2004.

- [91] C. Yeh, Y. Lai. Transient Simulation of Solder Joint Fracturing Under Impact Test. In Proceedings of 6th Electronics Packaging Technology Conference(EPTC 2004), pages 689–694. IEEE Reliability/CPMT/ED Singapore Chapter, 2004.
- [92] A. Yeo, C. Lee, J.H.L. Pang. Flip Chip Solder Joint Fatigue Analysis Using 2D and 3D FE Models. In Proceedings of the 5th International conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, pages 549–555. The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2004.
- [93] http://www.webelements.com, zuletzt geprüft am: 24.10.05.
- [94] http://www.fiedler-oe.de/, zuletzt geprüft am: 31.01.06.