



Stievers



Vulkan Verlag

Die elektrische Widerstandsmessung zur zerstörungsfreien Prüfung  
von Lötverbindungen am Beispiel von Hartmetall-Stahl-Verbunden

Band 15

Die elektrische Widerstandsmessung zur  
zerstörungsfreien Prüfung von Lötverbindungen  
am Beispiel von Hartmetall-Stahl-Verbunden



Norman Sievers

Werkstofftechnologische Schriftenreihe  
Univ.-Prof. Dr.-Ing. Dipl.-Wirt.Ing. Wolfgang Tillmann (Hrsg.)  
Lehrstuhl für Werkstofftechnologie

**tu** technische universität  
dortmund

Band 15

**Die elektrische Widerstandsmessung zur  
zerstörungsfreien Prüfung von Löt­nähten am Beispiel  
von Hartmetall-Stahl-Verbunden**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

**Dr.-Ing.**

von der Fakultät Maschinenbau  
der Technischen Universität Dortmund  
genehmigte Dissertation

**Dipl.-Ing. Norman Sievers**

aus

Unna

Tag der mündlichen Prüfung: 23.05.2017

1. Gutachter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Dipl.-Wirt.Ing. Wolfgang Tillmann

2. Gutachterin: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Kirsten Bobzin

**Dortmund, 2017**

**Werkstofftechnologische Schriftenreihe, Band 15**

Herausgeber: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Dipl.-Wirt.Ing. Wolfgang Tillmann  
Lehrstuhl für Werkstofftechnologie  
Technische Universität Dortmund  
Leonhard-Euler-Str. 2  
44227 Dortmund  
<http://www.lwt.mb.tu-dortmund.de>

Verlag: Vulkan-Verlag GmbH, Essen

© Norman Sievers, 2017

**Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek**

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über [www.dnb.de](http://www.dnb.de) abrufbar.

ISBN: 978-3-8027-8822-2



## Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Forschungsgruppe zerstörungsfreie Prüfverfahren am Lehrstuhl für Werkstofftechnologie der Fakultät Maschinenbau an der Technischen Universität Dortmund. Teile dieser Arbeit wurden aus Mitteln des IGF-Vorhabens 18469 N „Qualifizierung der elektrischen Widerstandsmessung zur zerstörungsfreien Prüfung von Hartlötverbindungen“ der Forschungsvereinigung Schweißen und verwandte Verfahren e.V. des DVS über die AiF finanziert. Dafür sei an dieser Stelle herzlichst gedankt.

Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. Dipl.-Wirt.Ing. Wolfgang Tillmann danke ich für seine stete Förderung und Unterstützung meiner wissenschaftlichen Entwicklung sowie der Bereitstellung der interessanten Thematik dieser Dissertation. Für die Bereitschaft zur Übernahme des Zweitgutachtens, als auch für die genaue Durchsicht meiner Arbeit und die wertvollen Anregungen möchte ich Univ.-Prof. Dr.-Ing. Kirsten Bobzin danken.

Bei den Herren Daniel Schnee, Max Schimpfermann und Helmut Ries der Umicore AG & Co. KG als auch bei Dr.-Ing. Michael Magin und Dr.-Ing. Sven Rassbach von Ceratizit S.A. bedanke ich mich für die Unterstützung sowie die wichtigen Hinweise und Diskussionen.

Einen herzlichen Dank gilt meinen Kollegen und Kolleginnen. Insbesondere möchte ich hier Dr.-Ing. Reiner Zielke, Dr.-Ing. Jan Pfeiffer, Christopher Schaak, Hans-Georg

Rademacher, Arne Eilers, Benjamin Lehmert, Tim Henning, Dr. M.A. Iris-Aya Laemmerhirt und Marius Kuck erwähnen.

Außerdem danke ich allen studentischen Hilfskräften und Studierenden, die bei den Experimenten und Messungen geholfen haben. Ein besonderer Dank geht hierbei an Lars Knipping, Alexander Schmidt, Bastian Krekler, Ferat Özkan und Alexander Bönn.

Bei meinen Eltern und Großeltern bedanke ich mich für die fortwährende Unterstützung in allen Lebenslagen und ihre stete Förderung. Von ganzem Herzen danke ich zuletzt meiner lieben Sarah, die mir großen Rückhalt gab und mir stets Geduld und Verständnis entgegenbrachte.

Norman Sievers

Dortmund, Juli 2017

## Kurzfassung

Gelötete Fügeverbunde wie Hartmetall bestückte Kreissägeblätter oder Hammerbohrer können kritische Unregelmäßigkeiten aufweisen, die sich durch eine einfache Sichtprüfung nicht detektieren lassen. Andere Prüfmethoden sind in der Regel entweder für eine wirtschaftliche Nutzung zu teuer, zerstörend oder haben lediglich eine geringe Aussagekraft.

In dieser Arbeit wird eine zerstörungsfreie Prüfmethode basierend auf der Messung des elektrischen Widerstandes entwickelt, wobei als gelötete Fügeverbindung der Werkstoffverbund aus Hartmetall und Stahl im Fokus der Untersuchung liegt. Ausgehend von einer analytischen Untersuchung und einem Vergleich mit etablierten Prüfverfahren werden die Potentiale und Grenzen der elektrischen Widerstandsmessung aufgezeigt. Darauf aufbauend erfolgt die Übertragung der entwickelten Methode auf reale Bauteile in Form von gelöteten Hammerbohrern. Im letzten Teil dieser Arbeit wird die Widerstandsmessung in einen Lötprozess im Vakuumofen integriert, um die Herstellung des Fügeverbundes direkt zu beobachten.

So eignet sich die elektrische Widerstandsmessung in Form einer 4-Leiter-Messung besonders zur raschen und kostengünstigen Prüfung von Mittel- und Großserien. Durch die Integrierung der Messmethode in den Vakuumofen ist es im Rahmen dieser Arbeit erstmalig gelungen mit Hilfe der Widerstandsmessung, den Fügeprozess von Hartmetall und Stahl im Vakuum direkt zu beobachten und Rückschlüsse auf die Ausbildung des Fügeverbundes zu schliessen.

## **Abstract**

Brazed joints such as tungsten carbide reinforced sawblades or hammer drills can contain critical irregularities that cannot be detected by visual inspection. Other test methods are usually too expensive, destructive, or have a limited informative value.

In this thesis, a non-destructive testing method, based on the measurement of the electrical resistance is developed while the focus of the investigation is on brazed composites, which consist of steel and cemented carbides. Starting with an analytical examination, and comparison to established testing methods, the potentials and limits of this method are investigated. Subsequently, this method is transferred to real components in the form of soldered hammer drills. In the final part of this thesis, the resistance measurement is successfully integrated into a soldering process in a vacuum furnace, hence enabling to directly observe the production of the joint composite.

The electrical resistance measurement in the form of a 4-wire measurement is particularly suitable for a fast and cost-effective testing within medium and large series. Integrated into the vacuum furnace, it was for the first time possible to directly observe a joining process of hard metal and steel in vacuum by means of resistance measurement and to draw conclusions on the formation of the joint composite.



## Abkürzungen und Formelzeichen

Abkürzung	Bedeutung	Einheit
$\mu$	Querkontraktionszahl	-
$A$	Fläche	mm <sup>2</sup>
<i>A-Bild</i>	Amplituden Bild in der Ultraschallprüfung	-
$Al_2O_3$	Aluminiumoxid	-
<i>BN</i>	Bornitrid	-
<i>bzw.</i>	beziehungsweise	-
$c$	Schallgeschwindigkeit	km*s <sup>-1</sup>
$CaC_2$	Calciumcarbid	-
$c_b$	Schallgeschwindigkeit im Bauteil bzw. Grundwerkstoff	km*s <sup>-1</sup>
<i>Co</i>	Kobalt	-
<i>CT</i>	Computertomographie	-
$c_w$	Schallgeschwindigkeit im Wasser	km*s <sup>-1</sup>
$E$	Elastizitätsmodul	MPa
<i>EBSD</i>	Electron backscatter diffraction	-
<i>EDX</i>	Energiedispersive Röntgenspektroskopie	-
$f$	Prüffrequenz	Hz

$F_{max}$	Maximale Kraft	N
$G_m$	Gibbsche Energie	kJ/mol
$HV$	Vickershärte	-
$I$	Stromstärke	A
$L$	liquid – flüssig	-
$MK$	Mischkristall	-
$R$	Elektrischer Widerstand	$\Omega$
REM	Rasterelektronenmikroskop	-
$s_b$	Zu durchschallende Weglänge im Grundwerkstoff	mm
$s_f$	Fokuslänge des Ultraschallprüfkopfes in Wasser	Mm
$SiC$	Siliziumcarbid	-
$s_w$	Wasservorlaufstrecke	mm
$Ti$	Titan	-
$TiC$	Titancarbid	-
$TiN$	Titannitrid	-
$U$	Elektrische Spannung	V
$WC$	Wolframcarbid	-
$x$	Konzentrationskoeffizient	-
$Z$	Schallimpedanz	$N*s/m^3$
$\theta$	Scherfestigkeit	MPa
$\lambda$	Wellenlänge	m
$\rho$	Dichte	$kg*m^{-3}$
$\sigma$	Elektrische Leitfähigkeit	$(\Omega m)^{-1}$
$\psi$	Akustischer Reflektionsfaktor	-



## Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Problemstellung.....	1
2	Stand der Wissenschaft und Technik.....	3
2.1	Hartmetalle auf Basis von Wolframcarbid und Kobalt.....	3
2.1.1	Aufbau und Eigenschaften.....	5
2.1.2	Herstellung.....	10
2.1.3	Verwendung.....	16
2.2	Löten von Hartmetallen.....	17
2.2.1	Grundlagen des Lötens.....	18
2.2.2	Lotwerkstoffe und Flussmittel.....	22
2.2.3	Mögliche Fehlerarten in der Fügeverbindung.....	31
2.3	Prüfung von Löt Nähten.....	33
2.3.1	Mechanische Prüfung.....	34
2.3.2	Metallographie.....	36
2.3.3	Optische Sichtprüfung.....	38
2.3.4	Durchstrahlende Prüfverfahren.....	39
2.3.5	Akustische Prüfverfahren.....	41
2.4	Messen von elektrischen Widerständen.....	44
2.4.1	Grundlagen der elektrische Leitfähigkeit von Werkstoffen.....	44
2.4.2	Physikalische Effekte auf den elektrischen Widerstand.....	46

---

2.4.3	Elektrische Widerstandsmessung mittels der 4-Leiter Technik.....	47
2.4.4	Anwendung.....	49
3	Zielstellung dieser Arbeit.....	51
4	Eingangsbetrachtung der 4-Leiter-Technik.....	54
4.1	Funktionsüberprüfung.....	55
4.2	Messtechnische Aspekte.....	56
4.3	Schlussfolgerungen.....	58
5	Analytische Untersuchungen.....	60
5.1	Probenherstellung.....	60
5.1.1	Werkstoffauswahl.....	61
5.1.2	Lötprozess.....	64
5.2	Elektrische Widerstandsmessung.....	67
5.2.1	Messwerte.....	68
5.2.2	Ergebnisdiskussion.....	70
5.3	Ultraschallprüfung.....	72
5.3.1	Aufbau.....	72
5.3.2	Messwerte.....	74
5.3.3	Ergebnisdiskussion.....	75
5.4	Durchstrahlungsprüfung.....	81
5.4.1	Aufbau.....	81
5.4.2	Messwerte.....	82
5.4.3	Ergebnisdiskussion.....	87
5.5	Mechanische Kennwerte und Fraktographie.....	89
5.5.1	Messwerte.....	90
5.5.2	Makroskopische Untersuchung der Bruchfläche.....	92
5.5.3	Ergebnisdiskussion.....	95
5.6	Metallographische Untersuchungen.....	101

5.6.1	Vermessung des Lötspalts .....	101
5.6.2	Analyse des Lötgutes.....	104
5.6.3	Ergebnisdiskussion.....	111
5.7	FEM-Analyse.....	113
5.7.1	FEM-Modellierung.....	115
5.7.2	Ergebnisse.....	116
5.7.3	Diskussion.....	122
5.8	Gegenüberstellung und Bewertung.....	123
6	Prüfung von Hammerbohrern.....	130
6.1	Hammerbohrer .....	130
6.2	Elektrische Widerstandsmessung .....	132
6.3	Ultraschallprüfung.....	135
6.4	Metallographische Untersuchung.....	136
6.5	Messvorrichtung mit berührender Kontaktierung.....	138
6.6	Ergebnisdiskussion .....	142
7	In situ Widerstandsmessung.....	144
7.1	Beschreibung des Messaufbaus .....	144
7.2	Untersuchung der Grundwerkstoffe.....	147
7.2.1	Reineisen .....	147
7.2.2	Hartmetall K20 .....	150
7.2.3	Ergebnisdiskussion.....	152
7.3	Untersuchung des Fügeprozesses.....	153
7.3.1	Reineisen an WC-Co mit 5 Min. Haltezeit.....	154
7.3.2	Reineisen an WC-Co mit 90 Min. Haltezeit .....	157
7.4	Diskussion .....	161
8	Zusammenfassung und Ausblick.....	167
9	Literaturverzeichnis .....	174





# 1 Einleitung und Problemstellung

Das Löten eignet sich als universales Fertigungsverfahren hervorragend zum stoffschlüssigen Verbinden von artgleichen und insbesondere von artfremden Werkstoffen, die in ihren Eigenschaften grundverschieden sind. Als Zusatzwerkstoff wird ein gegenüber den Bauteilwerkstoffen niedrigschmelzendes Lot verwendet. Daraus ist zu ersehen, dass das Löten energetisch günstiger ist als das Schweißen, bei dem in der Fügezone auch die Grundwerkstoffe aufgeschmolzen werden. Der Lötverbund kommt zustande, wenn das flüssige Lot die Oberflächen der zu fügenden Bauteile benetzt und an der Grenzfläche Lot/Bauteilwerkstoff diffusionsgesteuerte Prozesse ablaufen. Selbst das stoffschlüssige Fügen von anspruchsvollsten Werkstoffen wie Diamanten, keramischen Werkstoffen oder auch Hartmetallen ist so möglich [1, 2, 3, 4]. So lassen sich durch das Löten die Funktionseigenschaften zahlreicher Werkzeuge durch die Kombination der verschiedenen Werkstoffarten erheblich erweitern und die Leistungsfähigkeit steigern.

Allerdings müssen zur Herstellung einer hochwertigen Lötverbindung vom Anwender eine Vielzahl verschiedenster Einflussfaktoren berücksichtigt und beherrscht werden. Angefangen beim richtigen Lotwerkstoff, der korrekten Prozessführung bis hin zum Gefüge- und Oberflächenzustand der Bauteile. Das stetige Steigen des Kostendrucks durch den internationalen Wettbewerb, die Qualitätsansprüche der Endverbraucher sowie insbesondere die gesetzlich vorgegebenen Sicherheitsfaktoren verlangen kontinuierlich nach optimierten Prüfkonzepten und -verfahren in vielen Bereichen des Maschinenbaus. Doch gerade in kleinen und mittelständischen Unternehmen behindert der immense Kostendruck eine ausführliche Qualitätssiche-

rung, so dass Schwankungen in der Festigkeit der gelöteten Endprodukte missbilligend toleriert werden. Besonders das Löten von Hartmetall und Stahl kann hier exemplarisch die beschriebene Problematik verdeutlichen. Das Stammbblatt einer Kreissäge zur Holzbearbeitung wird mit Segmenten aus Hartmetall ausgestattet, um die Standzeit und Schnittqualität deutlich zu verbessern. Eine mit Hartmetallzähnen bestückte Kreissäge besitzt je nach Größe und Anwendungsfall zwischen 10 und über 100 Lötnähte. Diese Hartmetalle werden in Lötautomaten induktiv an den Stahl gelötet. Das Herausbrechen eines einzelnen Zahnes in Folge einer mangelhaften Lötnaht kann bereits eine drastische Verschlechterung der Schnittqualität und eine Gefährdung des Benutzers bedeuten. Die Lötnähte werden meist mittels einer induktiven Erwärmung innerhalb weniger Sekunden hergestellt [5], so dass eine aufwändige Qualitätssicherung mittels gängiger zerstörungsfreier Prüfmethode nicht möglich oder zu teuer ist. So fehlt ein zerstörungsfreies Prüfverfahren, mit der Lötnähte sich innerhalb kürzester Zeit untersuchen lassen und eine wichtige Informationsbasis zur Beurteilung der erzielten Qualität gibt. Hier bietet die elektrische Widerstandsmessung eine denkbare Alternative zur schnellen und zerstörungsfreien Prüfung von gelöteten Fügeverbindungen.

Daher soll die vorliegende Arbeit dazu beitragen, die wissenschaftlichen Grundlagen zur elektrischen Widerstandsmessung als zerstörungsfreies Prüfverfahren für die Löttechnologie zu legen. Der elektrische Widerstand erlaubt, als recht einfache, jedoch aussagekräftige physikalische Größe, elektrisch leitfähige Fügeverbindungen auf ihre strukturelle Beschaffenheit hin zu beurteilen. Da in vielen Branchen Lötverbindungen zwischen elektrisch leitfähigen Werkstoffen hergestellt werden, wäre eine solche Prüfmethode für zahlreiche Anwendungsfälle geeignet. Auch die Forschung würde bei der Entwicklung und Untersuchung neuartiger Fügeverbindungen durch das Applizieren dieser Messmethode in den Lötprozess eine Möglichkeit zur direkten (in situ) Beobachtung des Lötprozesses erhalten, deren Erkenntnisse das Verständnis und somit der Fügetechnik einen Impuls hin in neue Anwendungsfelder geben könnte.

## 2 Stand der Wissenschaft und Technik

Dieses Kapitel beschreibt den aktuellen Stand der Wissenschaft und Technik, der die Ausgangssituation und die wissenschaftlichen Grundlagen der vorgenommenen Untersuchung wiedergibt. Die dargestellten Grundlagen befassen sich mit den Hartmetallen, wobei insbesondere das Löten der Hartmetalle auf Stahl für industrielle Anwendungen betrachtet wird. Darauf aufbauend werden die Möglichkeiten der Qualitätsprüfung dieser Fügeverbunde betrachtet. Der letzte Abschnitt behandelt die Grundlagen der elektrischen Widerstandsmessung. Somit umfasst dieses Kapitel den gesamten Produktzyklus unter besonderer Berücksichtigung der werkstoffwissenschaftlichen Aspekte von der Herstellung, dem Fügeprozess und der Qualitätsprüfung.

### 2.1 Hartmetalle auf Basis von Wolframcarbid und Kobalt

Als Hartmetalle werden Verbundwerkstoffe bezeichnet, die Hartstoffpartikel in einer metallischen Matrix vereinen. Sie zeichnen sich durch eine sehr hohe Härte aus und bewahren dennoch ihren metallischen Charakter durch eine hohe elektrische und thermischen Leitfähigkeit [6]. Die Hartstoffe geben dem Werkstoff seine bezeichnende hohe Härte, während die duktile Metallmatrix als Binder für eine ausreichende Zähigkeit sorgt. Bei der Betrachtung des typischen Gefüges von Hartmetallen bleiben auch nach der Herstellung die Hartstoffe und Binderphase im Gefüge durch ausgeprägte Korngrenzen getrennt, siehe Abbildung 2.1. Als Hartstoff können verschiedene Verbindungen von Silicium (Si), Bor (B) und Stickstoff (N) dienen. Am häufigsten

werden jedoch Carbide verwendet, die aus mindestens einem Kohlenstoffatom (C) und einem Metallatom bestehen. Hierbei nimmt das Wolframcarbid (WC) aufgrund seiner herausragenden Eigenschaften die führende Position ein.

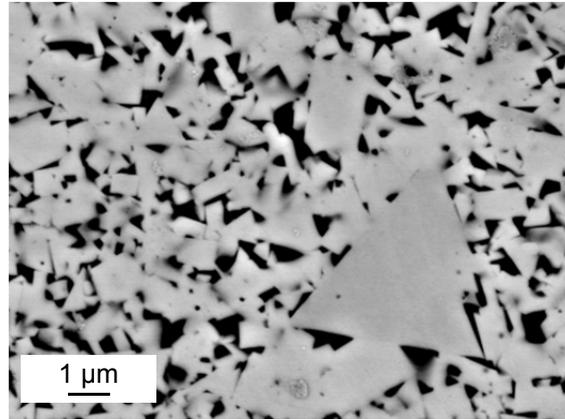


Abbildung 2.1: Gefüge eines Hartmetalls bestehend aus Wolframcarbid Partikeln (grau), die in einer metallischen Kobaltmatrix (schwarz) eingebettet sind

In der Querschliff-Aufnahme ist das Gefüge eines typischen Hartmetalls, mit in einer Kobaltmatrix eingebetteten WC-Partikeln, gezeigt. Durch den deutlich höheren Volumenanteil der Hartstoffpartikel begründet sich die hohe Härte dieser Verbundwerkstoffe. Somit positionieren sich diese Werkstoffe zwischen den noch härteren, jedoch spröden keramischen und den vergleichsweise weichen und duktilen metallischen Werkstoffen.

Den Ursprung zur Entwicklung von Hartmetallen legte Henri Moissan im Jahr 1883, der als erster die metallischen Carbide entdeckte und ihre Eigenschaften beschrieb [7]. Die ersten Werkzeuge aus Hartmetall wurden dann etwa 1920 vom Unternehmen OSRAM entwickelt, als dieser erheblich günstigere Werkstoff die teuren Drahtzieh-Werkzeuge zur Glühfadenherstellung aus Diamant ersetzte [8]. Das Unternehmen Krupp entwickelte 1926 Hartmetalle in gegossener Form und vermarktete sie unter dem Markennamen „Widia – Wie Diamant“. Ab dieser Zeit entwickelten Hartmetalle aus Wolframcarbid und Kobalt eine enorme wirtschaftliche Bedeutung, die bis heute anhält und stetig steigt. Aufgrund der hohen Härte, verbunden mit der ausgezeichneten Verschleißbeständigkeit, finden Hartmetalle Anwendung in zahlreichen tribologischen Anwendungen, wie etwa beim Zerspanen zur Holz-, Metall- und Gesteinsbearbeitung [6, 9, 10].

Während im deutschen Sprachgebrauch der Begriff „Hartmetall“ weitestgehend alle Verbundwerkstoffe aus einem Hartstoff mit einer metallischer Matrix umschreibt, werden im internationalen Gebrauch verschiedene Begriffen benutzt, deren exakte Bedeutung sich nicht immer eindeutig abgrenzen lässt. Ettmayer et al. beschreiben in [11], dass die beiden Begriffe „hardmetal“ und „cemented carbide“ im englischen Sprachgebrauch die gleiche Bedeutung besitzen, wobei der Begriff „hardmetal“ vorwiegend in europäischen Ländern verwendet wird, während in der amerikanischen Literatur von „cemented carbide“ gesprochen wird. Der Begriff „hardmetal“ wird in der angelsächsischen Sprache allerdings auch für binderlose Hartstoffe mit metallischen Eigenschaften, wie Wolframcarbid (WC), verwendet. Die so genannten „Cermets“ hingegen umfassen Verbundwerkstoffe mit vorwiegend keramischem Charakter, also nur geringer elektrischer und thermischer Leitfähigkeit, und besitzen keinen Anteil an WC, sondern besitzen andere atomare Bindungstypen und Elemente wie beispielsweise Titanitrid (TiN) oder Titancarbid (TiC) [12, 13].

Die folgenden Unterkapitel geben einen Überblick über Aufbau und Eigenschaften der Hartmetalle auf Basis von Wolframcarbid und Kobalt. Im Anschluss wird der Herstellungsprozess näher erläutert und zuletzt noch ein Überblick über heutige Anwendungen von Hartmetallen gegeben.

### **2.1.1 Aufbau und Eigenschaften**

Als Härte wird der Widerstand eines Stoffes gegen das Eindringen eines Körpers aus einem härteren Stoffes bezeichnet [14], wobei Hartstoffe generell eine Vickershärte oberhalb von 1.000 HV besitzen und die Härte prinzipiell von der Stärke der atomaren Verbindung abhängig ist [6]. Bei einem Carbid handelt es sich um eine Verbindung zwischen mindestens einem Kohlenstoffatom und Elementen mit geringerer Elektronegativität, wie Metallen oder Metalloiden. Dabei können die Carbide je Zusammensetzung unterschiedliche atomare Bindungstypen aufweisen. So besitzt Siliziumcarbid (SiC) eine kovalente Bindung, während Calciumcarbid (CaC<sub>2</sub>) zu den ionischen Bindungstypen zählt. Eine besondere Stellung nehmen hingegen die metallischen Carbide wie das Wolframcarbid (WC) ein. Das Wolframcarbid besitzt im Vergleich zu anderen carbidischen Hartstoffen einen metallischen Charakter, der sich durch eine hohe thermische und elektrische Leitfähigkeit äußert [15].

Abhängig vom Bindungstyp und Zusammensetzung weisen alle Carbidenten eine unterschiedlich hohe Härte auf. In Abbildung 2.2 sind hierzu die wichtigsten Vertreter der carbidischen Hartstoffe bezüglich ihrer Härtewerte anderen Werkstoffen gegenübergestellt. Der Diamant besitzt im monokristallinen Zustand die höchste bekannte Härte. Trotz dieser hohen Härte eignet sich der Diamant nicht in jeder Anwendung als Schneidstoff, da der Diamant in Kontakt mit Sauerstoff ab etwa 720 °C zu Kohlendioxid reagiert oder sich in Graphit umwandelt. Der freie Kohlenstoff kann in den Stahl hineindiffundieren und somit das Gefüge an der Bauteiloberfläche durch eine Aufkohlung beeinträchtigen. Das kubische Bornitrid (CBN) weist im Vergleich zu den hier aufgeführten Carbiden ebenfalls eine hohe Härte auf, besitzt aber eine geringere Duktilität. Die Härte von SiC und TiC liegt oberhalb von 3.000 HV, während das WC mit 1.800 HV immer noch deutlich härter als ein gehärteter Schnellarbeitsstahl wie der 1.3202 mit bis zu 850 HV.

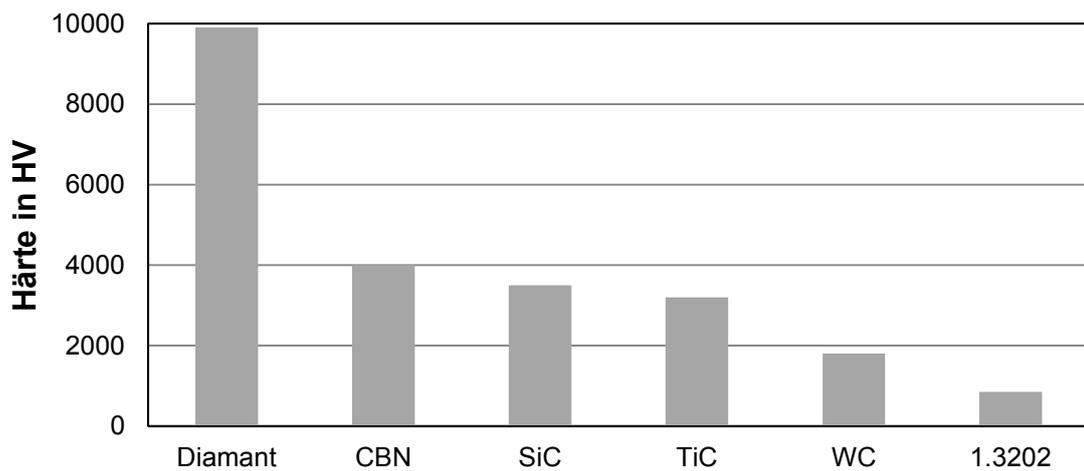


Abbildung 2.2: Vickershärte verschiedener Hartstoffe im Vergleich zu Stahl (1.3202) [6, 16]

Zwar sind SiC und TiC härter, jedoch zeigt WC bezüglich seiner sonstigen mechanischen Eigenschaften wie Biege- und Druckfestigkeit erheblich bessere Werte [6]. Besonders hervorzuheben ist hierbei der hohe Elastizitätsmodul von 700 GPa, der somit fast doppelt so hoch ist, wie der E-Modul der anderen Carbidsorten [17].

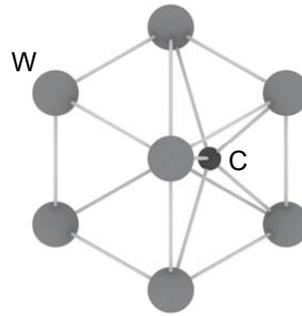


Abbildung 2.3: Aufbau einer Elementarzelle aus Wolframcarbid [18]

Wolframcarbid besitzt eine hexagonale Gitterstruktur. Die Kohlenstoffatome sind in die Oktaederlücken des Metallgitters eingelagert. Die kubische Elementarzelle lässt sich in zwei dreieckige Prismen aufteilen, wobei in jedem zweiten Prisma ein Kohlenstoffatom interstitiell gebunden ist [18], siehe Abbildung 2.3 (links). Im thermodynamischen Gleichgewichtszustand formiert sich so ein prismatischer Kristall mit einem Dreieck als Grundfläche [19, 20], wie es bereits in Abbildung 2.1 dargestellt wurde. Bei der Herstellung können je nach den Prozessbedingungen allerdings auch andere Kristallformen im Gefüge des Hartmetalls auftreten, wenn das Kornwachstum behindert wird. Bei geringeren Kohlenstoffgehalten wächst ein ähnlicher prismatischer Kristall, bei dem allerdings die Ecken abgetrennt sind [18]. Weiterhin treten unter besonderen Bedingungen auch kugelförmige oder kubische Carbide im Verbund auf [6, 21].

Je nach Einsatzbestimmung variiert die Korngröße der Carbide deutlich. So besitzen Hartmetalle mit nanoskalierten WC-Partikeln und Korngrößen kleiner  $0,2\ \mu\text{m}$  eine Härte von annähernd 2.400 HV, während Hartmetalle bei gleichem Bindergehalt mit grobkörnigen WC-Partikeln und Korngrößen größer  $6\ \mu\text{m}$  mit maximal 1.300 HV nur knapp halb so hart sind. Die feinen Pulver werden hauptsächlich für Anwendungen eingesetzt, die eine sehr hohe Verschleißbeständigkeit verlangen. Die Zähigkeit des Hartmetalls lässt sich hingegen mit größeren Körnern in Kombination mit dem steigendem Bindergehalt deutlich steigern [22].

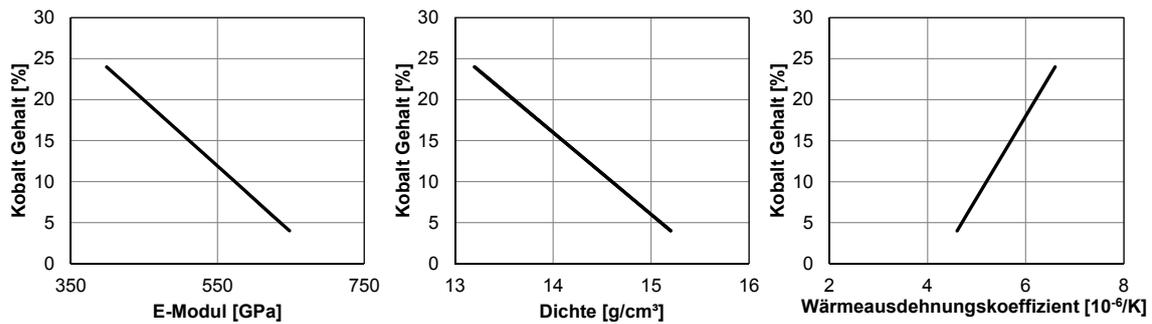


Abbildung 2.4: Eigenschaften von WC-Co in Abhängigkeit des Kobaltgehaltes [23]

Somit stellt das Mischungsverhältnis zwischen den Hartstoffpartikeln und dem Bindemetall einen bedeutenden Einflussfaktor auf die mechanischen Funktionseigenschaften der Hartmetalle dar. Mit steigendem Binderanteil werden die spröden Hartstoffpartikel vermehrt eingebettet, so dass die Duktilität des Werkstoffes deutlich zunimmt und sich auch andere Eigenschaften denen des Bindemetalls annähern, siehe Abbildung 2.4. Üblicherweise ist in Komponenten aus Hartmetall ein Anteil zwischen 5 und 25 Gew.-% für das Bindemetall vorgesehen, um die besten Eigenschaften des Verbundwerkstoffes je nach Anwendungsgebiet zu erzielen.

Zur Auswahl eines geeigneten Bindemetalls benennt Norton folgende Punkte, die zu berücksichtigen sind und sich wie folgt zusammenfassen lassen [24]:

1. Bei Sintertemperatur muss das Bindemetall als flüssige Phase vorliegen und den Hartstoff gut benetzen.
2. Während des Sinterns soll keine Reaktion stattfinden, die eine neue feste Phase bildet und somit die flüssige Phase aufzehrt.
3. Bei Raumtemperatur darf keine Phase entstehen, die mechanisch schlechte Eigenschaften aufweist.
4. Der Binder muss im Bereich der Arbeitstemperatur des gesinterten Bauteils und eine hohe Festigkeit aufweisen.

Unter diesen Gesichtspunkten hat sich in der Vergangenheit Kobalt als Bindemetall mit herausragenden Eigenschaften bewiesen und ist auch im Zuge der steigenden Rohstoffpreise nur schwer zu substituieren [6, 24]. So wird vorwiegend Kobalt (Co) als Bindemetall für Komponenten aus Hartmetall eingesetzt. Gründe hierfür liegen vor allem in der guten Benetzbarkeit des flüssigen Metalls mit WC [25]. Weiterhin ist Co in der Lage einen Mischkristall sowohl mit Wolfram (W), Kohlenstoff (C) als auch

WC zu bilden, dessen Gefüge bei Raumtemperatur gute mechanische Eigenschaften liefert [26]. Somit erfüllt Kobalt alle Bedingungen von Norton und begründet den häufigen Einsatz als Bindemetall. Außerdem kann der ferromagnetische Charakter des Kobalts für eine magnetische zerstörungsfreie Qualitätsüberwachung genutzt werden [27].

Argumente, die gegen einen Einsatz von Kobalt als Bindemetall sprechen, sind zunächst die erhöhte Toxizität, die bei dem Einatmen von Kobaltstaub zu einer Lungenfibrose führen kann, als auch die krebserregende Wirkung von Kobalt. Weiterhin befinden sich die bekannten Rohstoffvorkommen in politisch instabilen Orten, wie dem Kongo [28]. Ferner besitzt reines Kobalt ein allotropes Verhalten und klappt beim Überschreiten einer Temperatur von 400 °C von einer hexagonal dichtesten in die kubisch-flächenzentrierte Gitterstruktur um, wodurch während der Herstellung zusätzliche Spannungen im Gefüge entstehen können. Im Hartmetall wird die kubische Gitterstruktur allerdings durch gelöstes Wolfram und Kohlenstoff stabilisiert [29] bzw. die Umwandlungstemperatur zu höheren Temperaturen verschoben, je mehr Fremdatome im Gitter des Kobalts gelöst sind [25].

Tabelle 2.1: Gegenüberstellung Kobalt und Nickel als Bindemetall in Hartmetallen

<b>Bindemetall</b>	<b>Kobalt</b>	<b>Nickel</b>
Vorteile	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Benetzung mit WC</li> <li>• Bildet Mischkristalle mit allen Komponenten</li> <li>• Mechanische Eigenschaften</li> <li>• Ferromagnetisch</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Höhere Duktilität</li> <li>• Chemische Beständigkeit</li> </ul>
Nachteile	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Rohstoffvorkommen</li> <li>• Toxizität</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Geringere Härte</li> <li>• Erschwerte Prozessbedingungen</li> </ul>

Neben Kobalt kann als Bindemetall auch Nickel verwendet werden. Hierdurch nimmt zwar die Duktilität zusammen mit der Bruchzähigkeit des Hartmetalls zu, allerdings sinkt die Härte deutlich, weshalb sich Nickel als alternatives Bindemetall in der spanenden Industrie im Verbund mit WC kaum durchgesetzt hat. Allerdings weist Nickel eine erhöhte Erosionsbeständigkeit in chemisch aggressiven Medien auf, so dass hier dieses Bindemetall in Hartmetallkomponenten eingesetzt wird [30]. Durch ein Legieren des Bindemetalls kann die Härte und Festigkeit zusätzlich erhöht werden, jedoch erschweren sich hierdurch auch die Prozessbedingungen. Aus diesen

Gründen hat sich reines Kobalt, auch durch den weitreichenden Erfahrungsschatz, als Binder in Hartmetallen weltweit etabliert [26, 31]. Die Vor- und Nachteile sind zur Übersicht nochmal in Tabelle 2.1 gegenübergestellt.

### 2.1.2 Herstellung

Die Herstellung von Hartmetallen geschieht auf dem pulvermetallurgischen Weg. Hierbei liegen die Ausgangswerkstoffe sowohl für den Hartstoff, wie das Wolframcarbid, als auch für dem metallischen Binder als Pulver vor [32].

Aufgrund der geringen Vorkommen von kobalthaltigen Erzen wird heutzutage das Kobalt hauptsächlich als Begleitelement bei der Produktion anderer Metalle, wie Kupfer und Nickel, separiert und aufbereitet oder durch das Recycling von Hartmetallabfällen [33] gesammelt. Zur Herstellung des Kobaltpulvers wird die im aufgeschlossenen Erz vorhandene oxidische Verbindung mittels Wasserstoff reduziert. Die Reduktion erfolgt bei einer Temperatur von etwa 500 bis 700 °C in industriellen Durchlauföfen. Bei zu geringen Reduktionstemperaturen besteht die Gefahr, ein pyrophores Metall zu erhalten [34]. Dies bedeutet, dass das metallische Pulver bei erneutem Kontakt mit Sauerstoff wieder oxidiert und somit nicht für die Herstellung von Hartmetall verwendet werden kann.

Zur Produktion von pulverförmigen Wolframcarbid werden wolframhaltigen Erze, wie Wolframit ((Fe, Mn)WO<sub>4</sub>) oder teilweise auch Scheelit (CaWO<sub>4</sub>), genutzt. In Deutschland erfolgte der Abbau dieser Erze zeitweise im Erzgebirge und im Harz. In der chinesischen Provinz Hunan befinden sich weitaus größere erschlossene Lagerungsstätten, die heute vorwiegend zum Abbau genutzt werden [6]. Durch eine mehrfache Flotation werden die Begleitelemente des gemahlten Erzes getrennt, so dass Wolframtrioxid (WO<sub>3</sub>) als Pulver übrig bleibt. Eine anschließende Reduktion des gebundenen Sauerstoffs in einer Wasserstoffatmosphäre ergibt dann ein reines Wolframpulver.

In der darauffolgenden Karburierung wird dem Wolframpulver Kohlenstoff in Form von Ruß oder Graphit beigemischt und durch Erwärmung auf 1500 bis 2000 °C zu Wolframcarbid gewandelt [6, 33]. Mit Blick auf das binäre Phasendiagramm von Wolfram und Kohlenstoff fällt auf, dass zwei verschiedene carbidische polymorphe Phasen von Wolfram existieren (WC und W<sub>2</sub>C), siehe Abbildung 2.5. Das wesentlich

härtere und sprödere Wolframdicarbid ( $W_2C$ ) mit einer hexagonalen Gitterstruktur bindet die Kohlenstoffatome je nach Temperatur in verschiedene Zwischengittersysteme ein, so dass es bis  $2097\text{ °C}$  als  $\alpha\text{-}W_2C$ , bis  $2400\text{ °C}$   $\beta\text{-}W_2C$  und darüber in einem kubischen System als  $\gamma\text{-}W_2C$  bezeichnet wird. Weiterhin ändert auch das Wolframcarbid seine Gitterstruktur bei  $2516\text{ °C}$  vom hexagonalen  $\alpha\text{-}WC$  hin zum kubischen System  $\beta\text{-}WC$ . Allgemein ist festzustellen, dass in der Literatur die Bezeichnungen der einzelnen polymorphen Phasenzustände nicht einheitlich festgelegt sind und je nach Autor bzw. Quelle variieren [35, 36, 37].

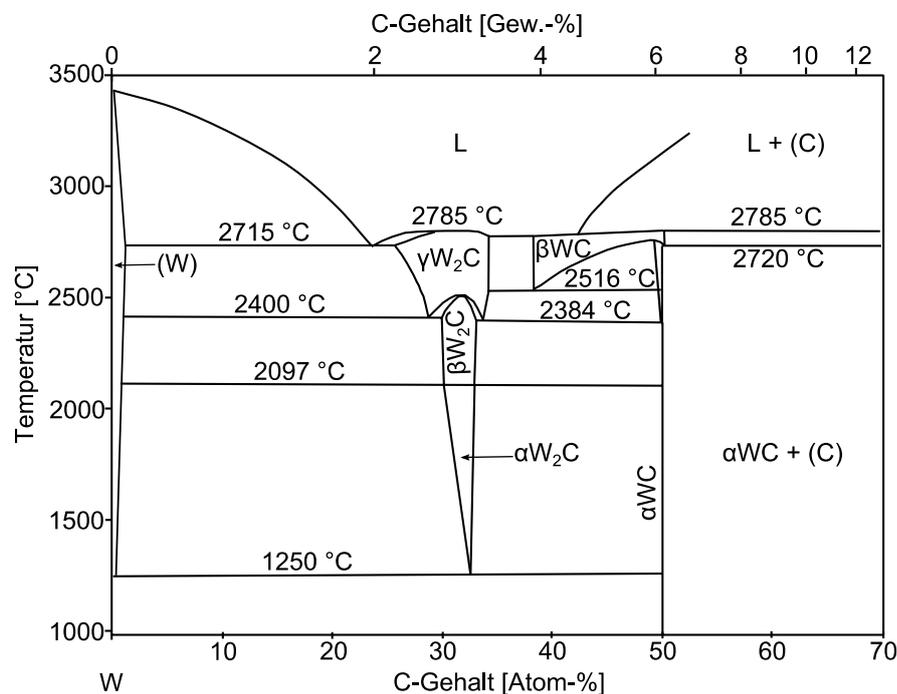


Abbildung 2.5: Binäres Phasendiagramm für Wolfram und Kohlenstoff [37]

Dem Phasendiagramm ist zu entnehmen, dass erst bei einer Temperatur von  $2715\text{ °C}$  sich eine flüssige Phase ausbildet. Auch existiert das für die Hartmetallherstellung wichtige  $\alpha\text{-}WC$  im Phasendiagramm nur als ausgeprägte stöchiometrische Phasenzusammensetzung von 50 Atom-% bzw. 6 Gewichts-% Kohlenstoff. Dies zeigt, wie empfindlich die Produktion des Wolframcarbids ist, da bereits geringste Abweichungen bei der Karburierung zu freiem Graphit oder zur Bildung der unerwünschten und spröden  $W_2C$  Phasen führen. Ein Schmelzgießen, wie es bei metallischen Werkstoffen üblich ist, ist aufgrund der hohen Schmelztemperatur des WC nicht möglich. Je nach

Auswahl und Reinheit der Ausgangsstoffe können die Korngrößen der entstehenden WC-Pulver bis hinab in den Nanometerbereich reichen [38, 39].

Pankaj und Mehrotra geben in [22] eine ausführliche Darstellung der aktuellen Vorgehensweise zur Grünlingherstellung von Formteilen aus Hartmetall an. Die in Pulverform vorliegenden Ausgangswerkstoffe werden im geforderten Verhältnis mit zusätzlichen Additiven und Bindemittel zur Grünlingherstellung zusammengemischt. Innerhalb von Kugelmühlen oder Attritoren wird das Gemisch nochmal im nassen Zustand gemahlen, um Kornagglomerate in einzelne Körner zu trennen [40]. Die hierbei verwendete Mahlflüssigkeit (z. B. Alkohol oder Benzin) soll das erneute Agglomerieren der einzelnen Körner verhindern und zusätzlich vor Oxidation schützen, die durch kleinere Körner und somit einer Vergrößerung der Oberfläche begünstigt wird [6]. Das fertige Gemisch kann nun in die gewünschte Form zu einem Grünling gepresst werden. Heutzutage erfolgt das Sintern der Presslinge überwiegend in speziellen vakuumbetriebenen Sinteröfen. Zur Herstellung besonders dichter Formkörper ist es möglich, auch das heißisostatische Pressen zu verwenden. German beschreibt in [41] detailliert den Verdichtungsprozess, wie er beim Sintern abläuft. So existieren drei Schlüsselfaktoren, um aus dem pulverförmigen Pressling ein dichtes Bauteil zu erzeugen:

1. Die *Triebkraft* der Diffusion erwächst aus der Oberflächen-, der Korngrenzenenergie und dem Krümmungsradius der Partikel, so dass die Mikrostruktur einen geringeren Energiezustand erreicht. So ist bei einer Mikrostruktur das Verhältnis zwischen Oberflächen- zur Volumenenergie größer, wodurch die Diffusion begünstigt wird.
2. Zu den *Transportmechanismen* der Atome gehören deren möglichen Bewegungspfade, die aus den vorherrschenden Triebkräften resultieren. Hierzu gehören die Volumen-, Korngrenzen- und Oberflächendiffusion, plastische Verformung, Versetzungsbewegungen und das Verdampfen bzw. Kondensieren.
3. Die *Sinterstufen* beschreiben die Dichteveränderung, die aus der atomaren Diffusion resultiert. In der ersten Stufe tritt das erste Vereinen der einzelnen Körner ein, während in der zweiten Stufe die vorhandenen Poren

verkleinert und geschlossen werden. Die letzte Stufe zielt auf das Eliminieren der Poren ab. [41]

Während des Aufheizens wird der Binder ab etwa 700 °C herausgebrannt, wobei etwa 80 % der notwendigen Verdichtung durch Festphasensintern geschieht [40]. Zur Sinterung heizt der Ofen auf eine Temperatur zwischen 1.350 °C und 1.500 °C. Ein quasibinäarer Schnitt entlang WC-Co durch das ternäre Zustandsdiagramm W-C-Co trägt zum besseren Verständnis der metallurgischen Prozesse bei, siehe Abbildung 2.6.

Kobalt bildet mit WC einen eigenen  $\gamma$ -Mischkristall aus, wobei die Löslichkeit des WC temperaturabhängig ist. So kann bei einer Temperatur von 1350 °C bis zu 19,3 Gew.-% an WC im Kobaltgitter gelöst werden. Mit steigender Temperatur liegt nun eine flüssige Phase aus WC und Kobalt vor, die nicht im  $\gamma$ -Mischkristall gelöst ist [42]. Diese flüssige Phase benetzt die einzelnen carbidischen Körner und stellt somit den stoffschlüssigen und dichten bzw. porenfreien Verbund her. Wird der Verbund im Anschluss ausreichend schnell bis zur Raumtemperatur abgekühlt, verbleibt WC teilweise zwangsgelöst im Kobaltgitter und verhindert ein allotropes Umklappen in die hexagonale Gitterstruktur des Bindemetalls. Da der thermische Ausdehnungskoeffizienten von Kobalt höher ist als der von WC, herrschen nach der Abkühlung in der Kobaltphase Zug- und im WC Druckspannungen. Diese verzögern bei einer mechanischen Belastung des Bauteils den Bruch der Carbide [40].

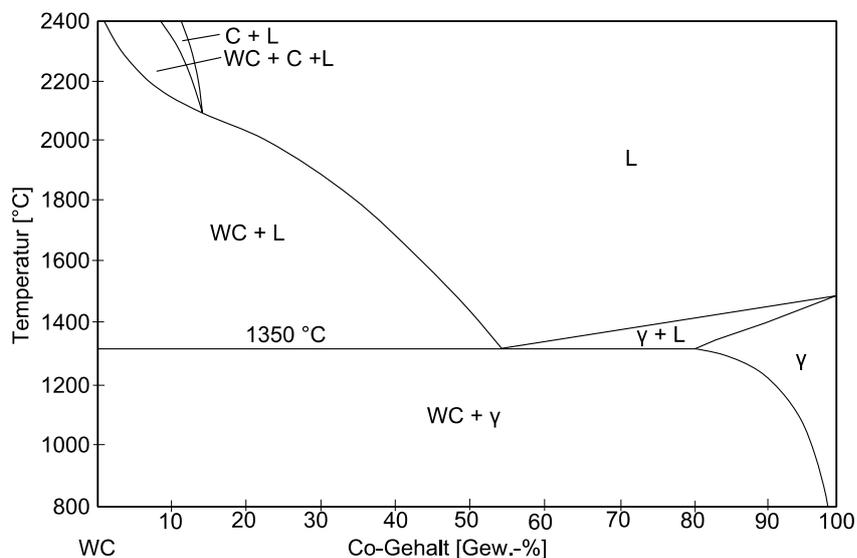


Abbildung 2.6: Quasibinäarer Schnitt WC-Co des ternären Zustandsdiagramms W-C-Co [40, 42]

Zu den unerwünschten Effekten beim Sintern gehört die Vergrößerung der Carbide in Folge einer Ostwald-Reifung. Hierbei wird zwischen dem kontinuierlichen und dem diskontinuierlichen Kornwachstum unterschieden. Beim kontinuierlichen Wachstum vergrößern sich alle individuellen Körner gleichzeitig, während beim diskontinuierlichen oder abnormalen Kornwachstum einzelne Körner schneller und größer wachsen als die umliegenden Carbide. So wachsen die größeren Carbide auf Kosten der kleineren und zehren diese auf. Besonders das abnormale Wachstum vereinzelter Körner muss beim Sintern verhindert werden, da diese großen Carbide ein frühzeitiges Versagen des Werkstoffes verursachen [43]. Kishino et al. wiesen in ihren Studien nach, dass gerade die Korngrenzen zwischen zwei WC-Phasen einen verstärkenden Einfluss auf ein abnormales Kornwachstum haben [44]. Manneson et al. konnten in ihren Studien belegen, dass mit abnehmender durchschnittlicher Korngröße die Größenverteilung der einzelnen Partikel von entscheidender Bedeutung ist [45]. So erfordern feinkörnige Pulver wesentlich engere Toleranzen in der Korngrößenverteilung, um ein abnormales Kornwachstum während des Sinterns zu verhindern. Zudem ist aufgrund der größeren Oberfläche bei feinkörnigen Pulvern die Wachstumsrate bedeutend höher als bei gröberen Pulver.

Ergänzend untersuchten Weidow und Andrén die Einflüsse auf die Korngröße der Binderphase beim Sintern [46]. Sie postulierten, dass die Wachstumsrate der festen Binderphase größer ist, als die Keimbildung des flüssigen Kobalts auf einzelnen WC-Partikeln. Als Ergebnis fanden sie heraus, dass gelöstes Wolfram im flüssigen Binder eine langsame Kühlung aus der flüssigen Phase, kleine WC-Körner und geringe Bindergehalte die Keimbildung der Binderphase fördern. Das somit begünstigte feinkörnige Bindergefüge trägt zu einer höheren Festigkeit und Zähigkeit bei. Demgegenüber muss verhindert werden, dass Wolfram mit Kobalt einen Mischkristall bildet, da dieser aufgrund der großen Differenz der Atomradien sehr stark verspannt ist und somit den Binder wieder verspröden lässt [47]. Als Gegenmaßnahme zur Kornvergrößerung werden in der Industrie für gewöhnlich beim Sintern Zusätze an Legierungselementen, wie Vanadium oder Chrom, hinzugegeben, um ein feinkörniges Gefüge zu erhalten [43]. Allerdings verschlechtern zu hohe Anteile dieser Zusätze wiederum die Bruchzähigkeit [48, 49].

Das W-C-Co-System ist äußerst empfindlich, so dass schon bei geringsten Abweichungen der stofflichen Zusammensetzung neben dem WC auch komplexere Carbide

entstehen können. Während das reine WC im Vergleich zu anderen Carbidentypen noch sehr duktil ist, weisen Carbide der Zusammensetzung  $M_xC$  mit  $x > 1$  ein deutlich spröderes Verhalten auf [29, 38]. Zu diesen Carbiden zählen besonders die so genannten  $\eta$ -Carbide der Form  $M_6C$  oder  $M_{12}C$ . Bei der Produktion von Hartmetallen können sie in der Form  $Co_{3.2}W_{2.8}C$ ,  $Co_2W_4C$  oder  $Co_6W_6C$  auftreten [6, 29, 50, 51]. Ettmayer und Suchentrunk untersuchten an unter Vakuum geglühten Proben das Auftreten der verschiedenen  $\eta$ -Carbidtypen in Fe, Co, Ni-(Mo,W) Systemen metallographisch und röntgenographisch [52]. Sie konnten ein stabiles Auftreten der  $\eta$ -Carbide ab 900 °C feststellen. In Abbildung 2.7 ist ein schematischer isothermer Schnitt durch das ternäre Zustandsdiagramm von W-C-Co dargestellt. Nach Holleck [53] existiert ein Gebiet entlang des Schnitts WC-Co, in dem ein Gleichgewicht zwischen WC- und Kobaltphase herrscht. Kommt es jedoch zu Abweichungen, so dass ein Überangebot an Kohlenstoff vorliegt (Punkt 2), scheidet sich im Hartmetall der Kohlenstoff als Graphit aus. Im Falle einer Verarmung an Kohlenstoff (Punkt 1) steht dieses Element nicht mehr ausreichend zur Bildung von WC zur Verfügung, so dass sich intermetallische Phasen und  $\eta$ -Carbide bilden.

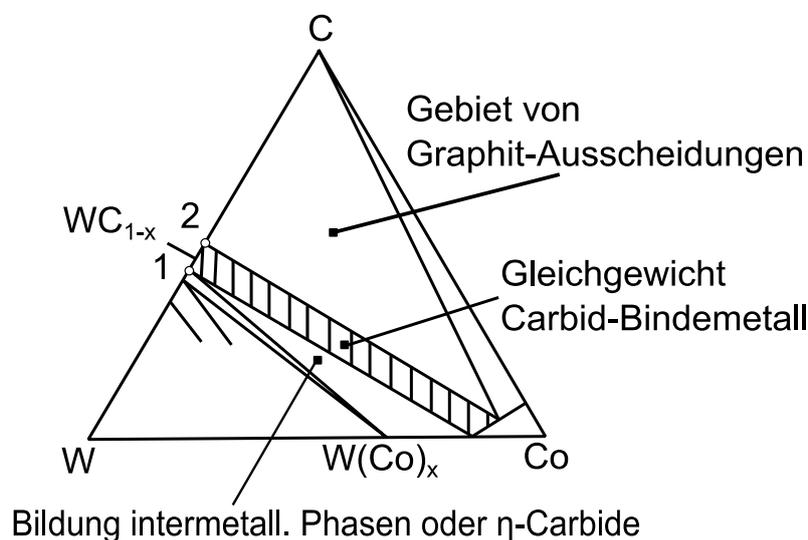


Abbildung 2.7: Isothermer Schnitt im ternären Zustandsdiagramm W-C-Co mit Gleichgewichtszone von Carbid und Bindemetal nach [40, 53]

Im Hartmetallgefüge bilden sich die  $\eta$ -Carbide als ungleichmäßige Phase aus, da beim Zerfall der WC-Körner sich diese in der Kobaltmatrix lösen. Die ursprünglichen Carbidkörner erscheinen abgerundet in der Binderphase, wobei die spröden

$\eta$ -Carbide erst durch aufwändige Ätzungen identifiziert werden können [54]. Durch eine geeignete Wärmebehandlung und hierdurch initiierten Rekristallisation ist es grundsätzlich möglich, die im Gefüge vorhandenen  $\eta$ -Carbide nachträglich aufzulösen [29, 38]. Durch die langjährige Anwendung und dem damit aufgebauten Erfahrungsschatz haben die Hersteller allerdings keine Schwierigkeiten, hochwertige Hartmetalle in den gebräuchlichen Sorten zu produzieren [36]. Wird das ternäre-System W-C-Co allerdings durch zusätzliche Elemente, wie beispielsweise beim Löten, erweitert, hat dies einen maßgeblichen Einfluss auf die Bildung der  $\eta$ -Carbide und wird gesondert in Abschnitt 2.2.3 behandelt.

Um die Leistungsfähigkeit der Hartmetalle noch weiter zu steigern, können diese bei Bedarf nach der Sinterung mit einer zusätzlichen noch härteren Verschleißschutzschicht versehen werden. Für diese Schichten können Werkstoffe eingesetzt werden, die noch höhere Festigkeiten aufweisen, wobei schon Schichtdicken von wenigen  $\mu\text{m}$  ausreichen, um die Verschleißbeständigkeit signifikant zu steigern [6, 55, 56, 57].

### **2.1.3 Verwendung**

Durch die herausragenden Eigenschaften haben sich die Hartmetalle in zahlreichen tribologischen Anwendungen durchgesetzt, bei denen Werkzeuge einem starken Verschleiß unterliegen. Umformmatrizen bei der Drahtherstellung waren eine der ersten Anwendungen von Hartmetall [6]. Als Schneidstoff werden sie heutzutage in zahlreichen Werkzeugen zur Gesteins-, Asphalt-, und Betonbearbeitung, zum Abbau von Kohle und anderen Erzen sowie zum Verschleißschutz eingesetzt [9]. Weiterhin wird das WC-Co-System auch durch das thermische Spritzen in zahlreichen Anwendungen genutzt, um verschleißbeständige Schutzschichten zu erzeugen [38, 58]. Ein weiteres großes Anwendungsfeld ist der Einsatz von Hartmetallen in der spanenden Industrie zur Metall-, Kunststoff- und Holzbearbeitung. Als Beispiel sei hier eine mit Hartmetall bestückte Kreissäge genannt, wie sie in Abbildung 2.8 exemplarisch als Ausschnitt für einen einzelnen Zahn dargestellt ist.

Die Schneide des Stammblattes würde ohne das Hartmetallsegment bereits nach kurzer Zeit stumpf werden, die Schnittqualität beeinträchtigen und in einer geringen Standzeit des Werkzeuges resultieren. Durch Auflöten von einzelnen Hartmetallsegmenten auf das stählerne Stammblatt der Kreissäge wird die Verschleißbeständigkeit

des Schneidwerkzeuges um ein Vielfaches gesteigert, wodurch größere Standzeiten und schnellere Schnittgeschwindigkeiten realisierbar sind. Die Festigkeit der Lötnaht besitzt eine entscheidende Bedeutung auf die Qualität dieser Bauteile, da bei zu geringen Festigkeiten die Hartmetallzähne vom Stammbblatt abbrechen und die Kreissäge somit ihre Funktion verliert. Eine Gefährdung des Personals ist hierbei nicht ausgeschlossen. Das Löten von Hartmetallen und die Einflussfaktoren auf die Festigkeit dieser Lötverbindungen werden im folgenden Abschnitt behandelt.

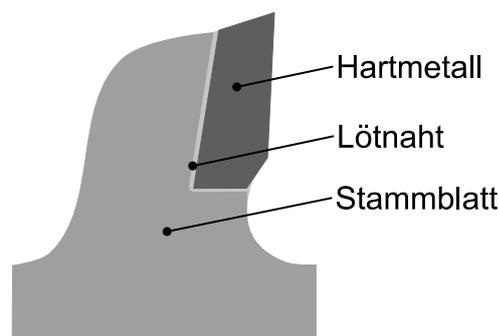


Abbildung 2.8: Kreissäge-Segment mit einem auf das Stammblass gelöteten Hartmetallzahn

## 2.2 Löten von Hartmetallen

Das stoffschlüssige Verbinden von Hartmetallen mit sich selbst oder artfremden Werkstoffen wie Stahl verlangt aufgrund seiner besonderen stofflichen Zusammensetzung und chemischen Verhaltens nach besonderen Fügeverfahren. Zu den Herausforderungen zählen hierbei eine geringe Wärmezufuhr, die Reduzierung von unerwünschten Phasentransformationen und die Vermeidung von allzu hohen Eigenspannungen innerhalb der Fügezone und im Hartmetall [59], um eine hochfeste Fügeverbindung zu realisieren. In der Literatur werden verschiedene Verfahren angegeben, die sich zum Fügen von Hartmetallen grundsätzlich bewährt haben. Ein Nischenverfahren, das in letzter Zeit aber zunehmend in den Fokus gerät, ist die Herstellung von artfremden Fügeverbunden direkt während des Sinterprozesses und wird in der Literatur allgemein unter dem Begriff Sinterbonding publiziert [60, 61]. Zu den gebräuchlichsten Schweißprozessen zählen das Diffusions- [62, 63], Laserstrahl- [64, 65, 66] und Widerstandsschweißen [67, 68]. Greitmann gibt in [69] eine Gegenüberstellung für das Löten, Laserstrahl und Widerstandspressschweißen und benennt verschiedene Anwendungsfälle:

- Der Laserstrahl kann zum Anschweißen von Hartmetalleisten an Stahl mit einer Nahtlänge zwischen 2 bis 200 mm genutzt werden.
- Das Widerstandspressschweißen ermöglicht hingegen die Fertigung von Band-, Stichsäge, Bohrer, Fräser und Schneidstempel, wobei die Fügefläche kleiner als  $20 \text{ mm}^2$  sein sollte.
- Das Löten wird vorwiegend im Werkzeugbau für Prägwerkzeuge, Fräser, Bohrer und Kreissägen verwendet, wobei die Fügeflächen zwischen 10 und  $1.000 \text{ mm}^2$  beträgt.

Durch diese universelle Tauglichkeit hat sich das Löten zum stoffschlüssigen Verbinden von Hartmetall in zahlreichen Anwendungen als die führende Technologie etabliert [5]. Aus diesem Grund widmet sich das folgende Kapitel den vielfältigen Aspekten, die beim Löten von Hartmetallen berücksichtigt werden müssen.

### **2.2.1 Grundlagen des Lötens**

Innerhalb der DIN 8580 gehört das Löten in die 4. Hauptgruppe der Fertigungsverfahren Fügen. Der Lötprozess besitzt gegenüber den anderen Fügeverfahren den Vorteil, auch artfremde Werkstoffe widerstandsfähig zu verbinden, was am Beispiel von keramischen Bauteilen demonstriert wird [2]. Zur Herstellung einer stoffschlüssigen Verbindung bedarf es beim Löten eines niedrigschmelzenden Zusatzwerkstoffes, dem Lot. Ab Erreichen seiner Liquidustemperatur schmilzt das Lot auf, benetzt und verbindet die Fügestellen bei der anschließenden Erstarrung. Eine Unterscheidung der verschiedenen Lötprozesse erfolgt aufgrund der Prozessstemperatur. Liegt die Schmelztemperatur des Lotes unterhalb von  $450 \text{ }^\circ\text{C}$ , so wird der Prozess als Weichlöten bezeichnet. Das Weichlöten wird vorwiegend in der Elektronikindustrie zur Verbindung von elektronischen Komponenten und Schaltungen eingesetzt. Bei Temperaturen oberhalb von  $450 \text{ }^\circ\text{C}$  wird der Prozess als Hartlöten bezeichnet.

Das Verlöten von Hartmetallen hat eine lange Tradition innerhalb der Werkzeugherstellung zur spanenden Fertigung [70]. Zur Bereitstellung der zum Löten notwendigen thermischen Energie existieren verschiedene Energiequellen, die je nach Anwendungsfall ihre Vor- und Nachteile besitzen. Theoretisch ist die Nutzung jeder Wärmequelle möglich, die das Lot zum Schmelzen bringt. So können neben

Durchlauf- oder Vakuumöfen auch eine Gasflamme, ein Laser oder die elektrische Induktion genutzt werden, die im Folgenden kurz beschrieben sind:

**Ofenlöten** In der industriellen Massenfertigung wird häufig aus wirtschaftlichen Gründen auf Öfen zur Erwärmung der Bauteile zurückgegriffen, da hier zeitgleich zahlreiche Bauteile gelötet werden. Das Fluten mit Schutzgas oder Herstellen eines Vakuums verhindert eine Oxidation der Bauteile. Für eine Prozessregelung sind die Öfen meist mit Temperatursensoren ausgestattet. Da die Temperaturmessung allerdings nicht direkt an bzw. in der Lötnaht stattfindet und keine direkte Beobachtung des Lötprozesses erfolgt, muss der Prozess im Vorfeld sehr sorgfältig abgestimmt werden, um eine vollständige und homogene Erwärmung des Bauteils zu gewährleisten. Aufgrund des großen Volumens der Öfen dauert das Heizen und Abkühlen der Bauteile im Vergleich zu anderen Wärmequellen relativ lange. Die Heizraten liegen je nach Anwendungsfall und Ofen in einem Bereich von etwa 10 bis 500 K/min [71]. Die maximal zu erreichende Ofentemperatur hängt stark von den verwendeten Heizelementen ab und geht üblicherweise bis etwa 1.500°C. Eine andere Variante zum stationären Ofen sind so genannte Durchlauföfen, bei denen die Bauteile auf einem Laufband platziert durch verschiedene Temperaturzonen bewegt werden. Beim Löten im Ofen muss jedoch berücksichtigt werden, dass das gesamte Bauteil infolge des Fügeprozesses einer Wärmebehandlung unterliegt, die einen Einfluss auf die Werkstoffeigenschaften haben kann.

**Flammlöten** Beim Flammlöten werden meist gasförmige Brennstoffe wie Acetylen, Propan oder Butan verwendet. Das Brenngas wird durch die Zufuhr von Sauerstoff verbrannt. Die verschiedenen Gase besitzen unterschiedliche Flammentemperaturen, wobei die Flamme aus einer Mischung von Acetylen und Sauerstoff mit 3100 °C die höchste Temperatur erreicht. Die Flamme vom Propangas besitzt allerdings einen höheren Heizwert als Acetylen. Der Bediener sollte eine reduzierende Flamme mit Acetylenüberschuss einstellen und direkt auf das Bauteil, aber nicht auf die Fügestelle selbst halten, um eine homogene Erwärmung zu gewährleisten und um das Lot vor einer Überhitzung zu bewahren. Die reduzierende Flammenatmosphäre schützt vor einer Oxidation der Oberfläche. Die Fügestelle muss für die lokale Erwärmung von der Flamme bzw. dem Brenner zu erreichen sein, weshalb meist kleinere Bauteile mittels Flamme gelötet werden. Es sind aber im Vergleich zur Ofenlötung deutlich schnellere Taktzeiten realisierbar. Roberts erklärt daher, dass die Flammlötungen

besonders für Kleinserien und viele ungleiche Teile besonders kosteneffizient sind [4].

**Induktionlöten** Bei Induktionsöfen wird zur Erwärmung der Lötnaht die elektromagnetische Induktion genutzt. Hierbei erzeugt eine mit Wechselstrom betriebene Spule durch die entstehenden magnetischen Felder Wirbelströme in elektrisch leitfähigen Körpern, die sich innerhalb der Spule befinden. Das Induktionslöten von Hartmetallen findet überwiegend an Luft statt. Durch die Anpassung der Geometrie der Induktionsspule kann das Bauteil lokal an der Lötnaht erwärmt werden. Die erreichbare hohe Leistungsdichte ermöglicht rasche Lötzyklen. So werden zum Löten von Hartmetallzähnen an Sägeblättern üblicherweise Taktzeiten von weniger als 3 Sekunden benötigt. Mit Hilfe der induktiven Erwärmung lässt sich eine Wärmeleistung von bis zu  $30.000 \text{ W/cm}^2$  in das Werkstück eintragen, was bis zu 30-fache der Leistung einer Gasflamme entspricht. Die Wirtktiefe der Induktion lässt sich durch den Skineneffekt über die verwendete Wechselstromfrequenz einstellen [4, 72].

**Laserstrahllöten** Haferkamp und Stahlhut haben in ihren Arbeiten [73, 74] auch die Möglichkeiten des Lasers zum Löten von Hartmetallsegmenten auf Kreissägen untersucht. Der Laserstrahl ermöglicht eine auf die Fügezone konzentrierte präzise und schnelle Aufheizung, so dass vergleichbare Taktzeiten wie beim induktiven Löten zu realisieren sind. Das mit dem Laserstrahl hergestellte Lötgut besitzt eine kleinere Wärmeeinflusszone als jene, die mit anderen Wärmequellen beispielsweise Flamme oder Induktion erzeugt wurden. Allerdings sind bei dieser Methode besonders die erhöhten Gerätekosten für die Laserquelle sowie die Sicherheitsmaßnahmen zu berücksichtigen, die einen wirtschaftlichen Einsatz in der Fertigung verhindern.

**Löten mittels elektrischen Widerstands** Salzberg erläutert in [75] die Möglichkeit den elektrischen Übergangswiderstand an der Fügeverbindung zur Erwärmung der Fügezone nicht nur zum Diffusionsschweißen, sondern auch zum Widerstandslöten von Hartmetallen in Form von Papiermessern zu nutzen. Durch die Prozessführung war es ihm sogar möglich, auf ein Flussmittel zu verzichten.

Sind die Werkstoffe bis zur Schmelztemperatur des Lotes erwärmt, kann das geschmolzene Lot die Oberflächen der Fügepartner benetzen. Die Benetzungsfähigkeit des flüssigen Lotes auf dem Grundwerkstoff ist eine der wichtigsten Grundvoraussetzungen für die Herstellung einer stoffschlüssigen Lötverbindung. Das

Benetzungsverhalten resultiert aus dem Verhältnis der Oberflächen- und Grenzflächenenergien der sich berührenden Werkstoffe, wobei die Benetzungsfähigkeit allgemein durch den Benetzungswinkel beschrieben wird [76]. Eine schlechte Benetzung liegt vor, wenn der Lottropfen kugelförmig vom Substratwerkstoff abperlt. Hier ist der Benetzungswinkel zwischen Tropfen und Substrat größer als  $90^\circ$ . Wenn sich der flüssige Tropfen allerdings großflächig auf dem Substrat ausbreitet, wird von einer brauchbaren Benetzung gesprochen. Grundsätzlich gelten Hartmetalle als schwer zu benetzende Werkstoffe, wodurch Produktionsfehler beim Löten entstehen können. Thorsen et al. untersuchten die Benetzungsfähigkeit beim Löten von Hartmetallen [77]. Sie belegen, dass Hartmetalle, die bei der Sinterung in Korund ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) eingebettet sind, sogenannte Sinterhäute ausbilden. Hier reagiert das Bindemetall des Hartmetalls mit dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , so dass an der Oberfläche eine Schicht aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  entsteht und die Benetzungsfähigkeit des Hartmetalls sinkt. Zur Verbesserung des Benetzungsverhaltens schlagen sie unter anderem vor, die Sinterhäute durch Schleifen vor dem Löten zu entfernen. Auch durch eine Behandlung in einem Salzbad oder auf elektrolytischem Wege lassen sich die oxidischen Verbindungen entfernen. Dies erscheint sinnvoll, wenn im Anschluss die Benetzungsfähigkeit der Hartmetalle durch einen metallischen Überzug mit Nickel oder Kobalt verbessert wird, da andernfalls die darunterliegenden Oxide die Haftfestigkeit der Schicht beeinträchtigen. Solche metallischen Beschichtungen werden vorwiegend bei Hartmetallen mit sehr hohen Carbidgehalten zur Verbesserung der Benetzbarkeit eingesetzt [78]. Während des Lötens lassen sich die oxidischen Verbindungen auch mit Hilfe von Flussmitteln entfernen. Auch Mirski und Drzeniek untersuchten die Benetzbarkeit unterschiedlicher Oberflächenzustände von Hartmetallen auf WC-Co-Basis [79]. Sie maßen die Benetzungswinkel verschiedener Phasen des WC-Co-System und belegten die sehr schlechten Benetzungswinkel von knapp über  $100^\circ$  der verschiedenen WC-Modifikationen. Erst durch die Verwendung des WC-Co-Systems gelangen durch das vorhandene Kobalt Winkel von unter  $30^\circ$ , wobei mit Hilfe einer elektrolytischen Ätzung die Hartmetalle vorbehandelt wurden, um den metallischen Anteil an der Oberfläche zu erhöhen und die Benetzung somit weiter zu verbessern.

Benetzt das geschmolzene Lot das Hartmetall und den Stahl, so entstehen zwischen dem Lot und den Fügepartnern zwei separate Grenzflächen mit stofflichen Konzent-

rationsunterschieden. In Zusammenhang mit der erhöhten thermischen Energie werden atomare Diffusionsprozesse initiiert, so dass sich beim Abkühlen Mischkristalle zwischen Lot und den Fügepartnern entstehen und in einer feststoffschlüssigen Verbindung resultieren [80]. In der Fügezone wird nun nicht mehr vom Lot, sondern vom Lotgut gesprochen, das in Folge der Diffusionsprozesse zum Teil erhebliche mechanische und metallurgische Unterschiede zum ursprünglichen Lot besitzt.

### **2.2.2 Lotwerkstoffe und Flussmittel**

Das Lot ist der entscheidende Werkstoff zur Realisierung des Lötprozesses und muss sorgfältig auf die zu fügenden Bauteile und Prozessbedingungen abgestimmt werden. Vor bzw. während des Lötens lässt sich das Lot als Draht, Stäbe, Band, Formteile wie Ringe und Stanzteile applizieren [81]. Als Alternative können auch geeignete Pasten verwendet werden. Diese Lotpasten bestehen aus einem metallischen Lotpulver und einem organischen Binder. Bei atmosphärischen Lötungen wird zusätzlich ein Flussmittel hinzugemischt, wobei der metallische Lotanteil bei 80 bis 90 Gew.-% liegt. Der Vorteil von Pasten liegt in der einfachen Auftragung auf komplexen Fügegeometrien, allerdings kann von einer Verdoppelung der Lötzeit ausgegangen werden, da für die Verdrängung und Ausbrand des organischen Binders zusätzliche Zeit berücksichtigt werden muss [72].

Nach Schwartz müssen die Lotwerkstoffe diverse Kriterien erfüllen, um für die vorgesehene Anwendung geeignet zu sein [76]. So muss das gelötete Bauteil gute mechanische und physikalische Eigenschaften aufweisen, die neben einer hohen Festigkeit weitere Eigenschaften umfassen. Neben einer ausreichenden Verformbarkeit und Zähigkeit müssen die Fügeverbunde je nach Anwendungsfall eine gute elektrische und thermische Leitfähigkeit bieten. Grundsätzlich sollten allzu starke metallurgische Reaktionen vermieden werden, da diese in spröden Phasen resultieren können. Auch sollten die Lotwerkstoffe eine chemische Kompatibilität zu den Substratwerkstoffen aufweisen, um eine Korrosion und somit Schwächung des resultierenden Bauteils zu verhindern bzw. zu hemmen. Diese Punkte lassen sich ohne Einschränkung auf die Verbindung von Hartmetall und Stahl übertragen, um den teilweise extremen Einsatzbedingungen standzuhalten. Der Schmelzpunkt des Lotes muss unterhalb der Schmelztemperatur der zu verbindenden Werkstoffe

liegen. Mit Blick auf das Eisen-Kohlenstoff-Diagramm liegt die Schmelztemperatur von Werkzeugstählen in einem Bereich zwischen 1.536 °C und knapp 1.400 °C, die je nach den eingesetzten Legierungselementen noch variieren kann [80]. Im WC-Co Hartmetall beginnt die schmelzflüssige Phase bei 1.350 °C, siehe Abbildung 2.6. Für eine erhöhte Schmelztemperatur des Lotes spricht eine höhere Einsatztemperatur des Schneidwerkzeugs, um die Gefahr eines Auslötns des Hartmetalls während der Beanspruchung zu vermeiden [82]. Für das Löten von Hartmetall werden daher insbesondere Lote auf Kupfer- oder Silberbasis gewählt. Kupfer ist im Vergleich zu Silber günstiger, benötigt allerdings höhere Prozesstemperaturen zum Aufschmelzen, wodurch allerdings auch eine höhere Warmfestigkeit erzielt wird. In Tabelle 2.2 sind gängige Legierungen aufgelistet, wie sie von Lötwerkzeugherstellern für das Löten von Hartmetallen empfohlen und im Folgenden Abschnitt behandelt werden.

Tabelle 2.2: Zum Löten von Hartmetallen geeignete Lotlegierungen nach DIN EN ISO 17672 Angaben in Gew.-% [83]

Element Bezeichnung	Ag	Cu	Zn	Mn	Ni	Cd	T <sub>Solidus</sub> [°C]	T <sub>Liquidus</sub> [°C]
Cu 595	-	86	-	12	2	-	965	1.000
Ag 427	27	38	20	9,5	5,5	-	680	830
Ag 449	49	16	23	7,5	4,5	-	680	705
Ag 340*	40	19	21	-	-	20	595	630

\*nach EU-Verordnung Nr. 494/2011 verboten [84]

### Kupferbasislote

Kupfer besitzt einen Schmelzpunkt von 1.085 °C und wird als Lotwerkstoff hauptsächlich zum Löten im Vakuum oder unter Schutzgas eingesetzt, um eine Oxidation der Bauteile und des Lotwerkstoffes in Folge der hohen und langen Wärmebehandlung zu verhindern. Durch die hohe Schmelztemperatur gehört das Lot zu den Hochtemperaturloten und erzeugt besonders hohe Festigkeiten. Gilliland und Adams gehören zu den Ersten, die in [85] die metallurgischen und mechanischen Eigenschaften von Kupferloten an Hartmetalllötungen studierten. Bei der Lötung im Vakuum weisen die Hartmetalle eine gute Benetzung auf, auch ohne die Verwendung eines Flussmittels oder vorherigen metallischen Überzug, so dass der Fügeverbund über

hohe Festigkeiten und ein gutes elastisch/plastisches Verformungsverhalten verfügt. Weiterführend wurden in den 80er und 90er Jahren des letzten Jahrhunderts von verschiedenen Forschern intensive Untersuchungen und Studien an diesem Lotwerkstoff vorgenommen, da unterschiedliche Phänomene zu kritischen bzw. niedrigen Festigkeiten führten. Ohmura et al. beobachteten an Lötungen von Stahl/Hartmetall mit Hilfe eines Kupferlotes, dass im Lötgut an der Grenzfläche zum Hartmetall sich kolumnare bzw. säulenförmige Phasen ausbilden, die zum Stahl hin gerichtet wachsen [86]. Ebenso identifizierten sie, dass die Scherfestigkeit des Verbundes signifikant von knapp 450 MPa auf unter 300 MPa mit steigendem Kohlenstoffgehalt des Stahls sank. Thorson und Fordsmand untersuchten in [87] die Reaktionszonen, die für die Schwächung des Fügeverbunds verantwortlich sind. Als Fazit identifizierten sie, dass das Hartmetall während des Lötens an Kohlenstoff verarmt und sich somit an der Grenzfläche spröde  $M_6C$  bzw.  $\eta$ -Carbide bilden, die durch geeignete Ätzungen am Lötgut nachgewiesen wurden. Durch ihre thermodynamischen Betrachtungen fanden sie heraus, dass gerade bei der Verwendung von kohlenstoffarmen Stählen das Eisen bestrebt ist, zum Hartmetall zu diffundieren und der Kohlenstoff wiederum vom Hartmetall zum Stahl.

Tabelle 2.3: Gibbsche Bildungsenthalpie von carbidischen Phasen im C-Co-Fe-W-System nach [88]

Phase	System	Cu	Co	Fe	W	G <sub>m</sub>
		[Gew.-%]	[Gew.-%]	[Gew.-%]	[Gew.-%]	[kJ/mol]
M <sub>1</sub> C	W - C	50,0	-	-	50,0	-132
M <sub>3</sub> C	Fe - C	25,0	-	75,0	-	-246
	Co - Fe - C	25,0	18,1	56,9	-	-254
	Co - Fe - W - C	25,0	17,3	53,8	3,9	-258
M <sub>6</sub> C	Co - W - C	14,3	54,6	-	31,1	-554
	Fe - W - C	14,3	-	41,7	44,0	-527
	Co - Fe - W - C	14,3	18,0	23,5	44,2	-524
M <sub>12</sub> C	Co - W - C	7,6	46,2	-	46,2	-1.027

Da das geschmolzene Kupfer jedoch kein Kohlenstoff aufnehmen kann, wird die Kohlenstoffdiffusion durch die Bildung und das Wachsen von festen Fe-Co Phasen begünstigt, die bei einer ausreichenden Wärmebehandlung Brücken vom Hartmetall bis zum Stahl bilden [89]. Über diese Brücken gelangt der freie Kohlenstoff zum Stahl.

Infolge der Kohlenstoffverarmung am Hartmetall sind die verbleibenden Metalle an der Grenzfläche Lot/Hartmetall bestrebt, komplexere  $\eta$ -Carbide zu bilden.

Die carbidischen Reaktionszonen am Hartmetall weisen nach Tabelle 2.3 sehr negative Gibbsche Energien auf und sind dadurch thermodynamisch sehr beständig. Während das Monocarbid WC noch eine Gibbsche Energie von -132 kJ/mol aufweist, verdoppelt sich der Wert bei einer carbidischen Phase der Ausprägung  $M_3C$  auf bis zu -258 kJ/mol. Die  $\eta$ -Carbide der Form  $M_6C$  und  $M_{12}C$  liegen mit -554 kJ/mol bzw. -1.027 kJ/mol sogar bei einem Vielfachen der Gibbschen Energie des Wolframcarbids. Stöck und Hack machen die hohe Stabilität der Verbindungen dafür verantwortlich, dass weiteres Kobalt und auch Kohlenstoff aus dem Hartmetall in die Reaktionszone diffundiert und zu Mikroporen an der Grenzfläche bzw. im Hartmetall führt, die die Festigkeit des Verbundes zusätzlich zu der Sprödphasenbildung drastisch senkt [88]. Lee et al. beobachteten in ihren Untersuchungen, dass zusätzliche Additive an  $Cr_3C_2$  die Bildung von  $M_6C$  behindern. Allerdings bildet sich bei einem Überangebot an  $Cr_3C_2$  wiederum  $Cr_7C_3$ , wodurch die Festigkeit ebenfalls wieder herabgesetzt wird [90].

Mit Temperaturen von über 1.000 °C liegt der Schmelzbereich von Kupferloten sehr hoch. Aufgrund der thermischen Ausdehnung sind die erwärmten Bauteile größer als bei Raumtemperatur. Nach dem Erstarren des Lotwerkstoffes ziehen sich die Bauteile in Folge der Abkühlung zusammen. Die deutliche Diskrepanz zwischen den thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Hartmetall, Stahl und auch dem Lotwerkstoff führt dabei zu deutlichen Eigenspannungen im Fügeverbund. Überschreiten diese Eigenspannungen ein kritisches Maß, so wirken sie negativ auf die Festigkeit und führen zum Bruch der Fügeverbindung. Je nach dem zu lötendem Bauteil muss zwischen der resultierenden Festigkeit des Lotwerkstoffes und der Vermeidung von thermisch induzierten Eigenspannungen abgewogen werden. Große Fügeflächen neigen zu erhöhten Eigenspannungen, so dass Hochtemperaturlote auf Kupferbasis für Bauteile, wie beispielsweise mit Hartmetall bestückte Bohrer und Meißel, für den Bergbau geeignet sind [5]. Zudem muss berücksichtigt werden, dass die notwendige Prozesstemperatur von mehr als 900 °C oberhalb der Austenitisierungstemperatur der verwendeten Stahlwerkstoffe liegt und außerdem vorhandenes Zink in Messingloten beim Vakuumlöten ausdampft [70].

## Silberbasislote

Beim Löten von Hartmetall muss die Schmelztemperatur je nach Anwendungsfall gesenkt werden. Außerdem ermöglicht eine niedrigere Prozesstemperatur kürzere Taktzeiten wie auch geringere Energiekosten. Hierzu eignen sich insbesondere Lotlegierungen auf Silberbasis. Die Silberlote besitzen eine Warmfestigkeit bis etwa 300 °C [70] und sind somit für die meisten Anwendungen beim Fügen von Hartmetall und Stahl geeignet. In diesem Zusammenhang wurde von den führenden Lothherstellern lange das nach DIN ISO 17672 bezeichnete Lot Ag 340 mit einer Schmelztemperatur von 610 °C zum Löten empfohlen [91]. Allerdings ist es mittlerweile aufgrund der krebserregenden Beimengung von Cadmium verboten, so dass die Werkzeughersteller auf alternative Lote angewiesen sind. Als Hartlotlegierungen finden daher hauptsächlich die Lote Ag 427 und Ag 449 Anwendung beim Herstellen von Hartmetallverbindungen. Chang et al. liefern in [92] ternäre Phasendiagramme im Cu-Ag-Zn-System, an denen die Lotlegierungen auf Silberbasis im Folgenden näher erläutert werden.

In Abbildung 2.9 sind diese beiden Lote aufgrund ihrer Hauptbestandteile in das ternäre System Cu-Ag-Zn für den schmelzflüssigen Bereich und in Abbildung 2.10 im isothermen Schnitt bei 350 °C eingezeichnet. Das Lot Ag 449 befindet sich direkt am eutektischen Punkt  $I_1$  und hat dadurch einen sehr eng ausgeprägten schmelzflüssigen Übergangsbereich von 680 bis 705 °C, siehe auch Tabelle 2.2. Bei dem Lot Ag 427 ist der schmelzflüssige Bereich von 680 bis 850 °C hingegen stärker ausgeprägt, da diese Legierungszusammensetzung deutlich vom eutektischen Punkt  $I_1$  entfernt ist. Nach der Erstarrung bilden sich in dem ternären System verschiedene Mischkristalle, wie sie aus Abbildung 2.10 zu entnehmen sind.

Nach Chang et al. befinden sich im ternären System Cu-Ag-Zn allerdings keine ternären Phasen [92]. Der Kupfermischkristall (Cu) weist neben 28 Gew.-% Zink noch etwa 9 Gew.-% an Silber auf, während der Silbermischkristall (Ag) hingegen etwa 20 Gew.-% an Zink und noch 5 Gew.-% an Kupfer aufnimmt.

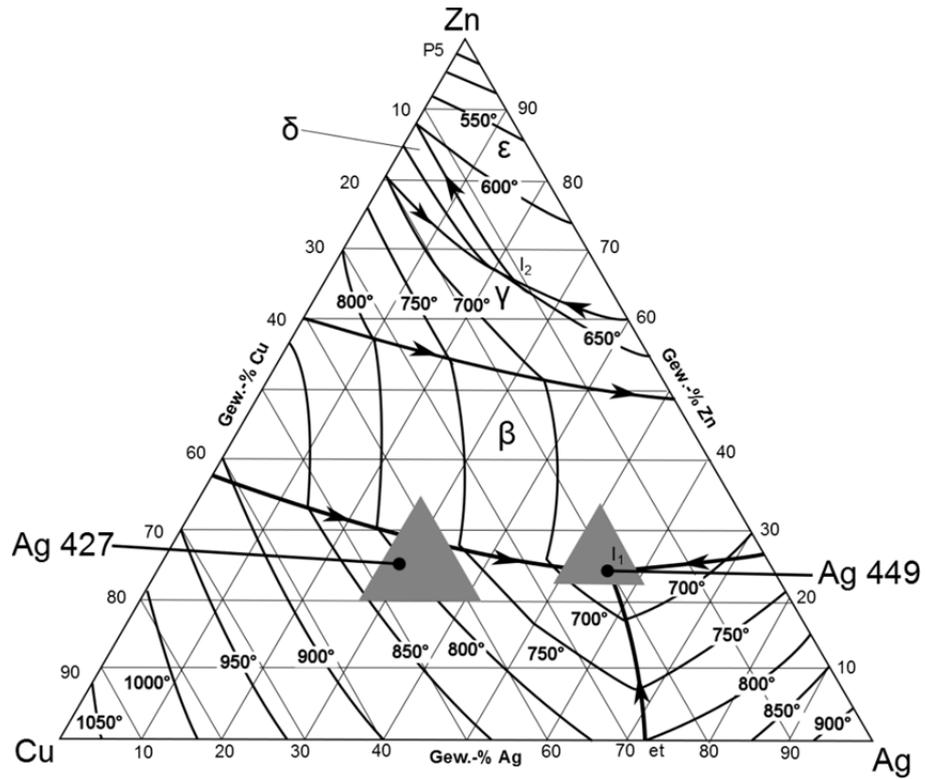


Abbildung 2.9: Ternäre Phasendiagramme im Ag-Cu-Zn-System im flüssigen Bereich mit eingezeichneten Bereichen für die Lote Ag 427 und Ag 449 [92]

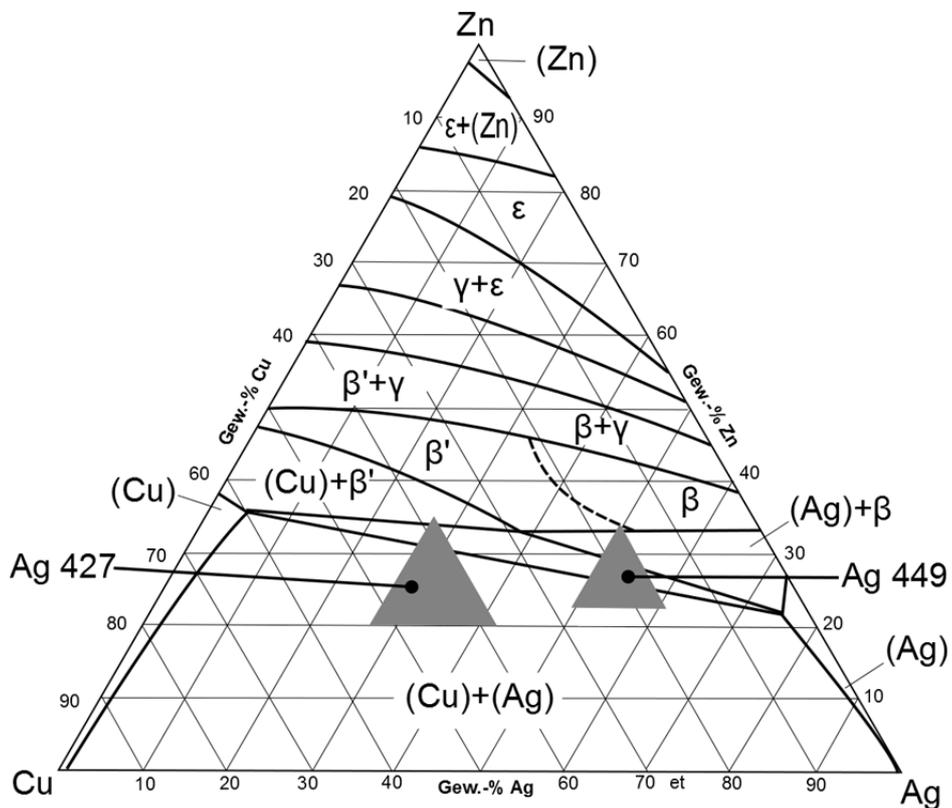


Abbildung 2.10: Ternäre Phasendiagramme im Ag-Cu-Zn-System im isothermen Schnitt bei 350 °C mit eingezeichneten Bereichen für die Lote Ag 427 und Ag 449 [92]

Daneben tritt eine dritte Phase auf, die hier als  $\beta$  auf der Silberseite bzw.  $\beta'$  auf der Kupferseite bezeichnet wird. Dieser  $\beta$ -Mischkristall löst etwa 50 Gew.-% an Silber, 27 Gew.-% Zink und 23 Gew.-% Kupfer. Die Legierungselemente Nickel und Mangan werden in den Silberbasisloten eingesetzt, da sie deutlich die Benetzungsfähigkeit des flüssigen Lotes auf dem Hartmetall fördern und wurden von Chang ebenfalls in [92] für das Cu-Ag-System untersucht. So kann Silber einen Mischkristall mit 13 bzw. 22 Gew.-% Mangan bilden, der außerdem noch bis zu 30 Gew.-% Kupfer löst.

Das Nickel baut sich wiederum in den Kupfermischkristall ein. Um die Verbesserung der Benetzungsfähigkeit zu erklären, führten Yaoita et al. in [93] Studien bezüglich der Wirkung von Legierungselementen in Silberbasisloten durch und bestätigten die Bildung von Mischkristallen aus Kupfer und Nickel, die sich dann an der Grenzfläche zum Hartmetall anlagern und somit die Benetzung begünstigen. Weiterführende metallurgische Untersuchungen an den Silberbasisloten zum Fügen von Hartmetall und Stahl sind im Vergleich zu den Kupferloten in der Literatur kaum zu finden. Dies ist darauf zurückzuführen, dass andere Faktoren die Festigkeit maßgeblich mitbestimmen und dieser Aspekt zunächst eher vernachlässigt wurde.

### **Verbundlote**

Das Löten von Stahl und Hartmetall benötigt deutlich breitere Lötspalte, um die entstehenden thermischen Eigenspannungen durch das Lötgut zu kompensieren. Zum Fügen größerer Lötspalte werden üblicherweise so genannte Verbundlote eingesetzt [94]. Diese Verbundlote besitzen duktile metallische Zwischenschichten oder auch Netze, die mit dem eigentlichen Lotwerkstoff überzogen werden. Ihr Einsatz geschieht hauptsächlich bei großen zu fügenden Flächen, die über 100 mm<sup>2</sup> einnehmen oder bei einer für den Fügeprozess ungünstigen Form des Lötspaltes [94, 95]. Die Zwischenschichten und Netze sollen während des Lötvorganges nicht aufschmelzen, sondern das Lötgut während des Abkühlvorganges stabilisieren und die entstehenden Eigenspannungen aufnehmen [70]. So werden bei Kupferloten Nickel und bei Silberloten Kupfer als Zwischenschicht genutzt [5]. In [96] konnte der Festigkeitszuwachs beim induktiven Löten von Hartmetallen durch die Verwendung von Kupferzwischenschichten bei Silberbasisloten nachgewiesen werden. Eine Alternative zu den Zwischenschichten sind in das Lot eingearbeitete, höher schmelzende metallische Netze. Diese Netze erlauben durch die Wahl der Faserdurchmesser

eine einfache Sicherstellung der gewünschten Spaltbreiten beim Lötén, während bei den Schichtloten die Gefahr besteht, dass während des Lötens durch eine zu hohe Anpresskraft das flüssige Lot aus dem Spalt herausgedrückt wird.

Am Beispiel der Kreissägeblätter wurden in der Vergangenheit bereits intensive Studien zum Verhalten der Verbundlote angestellt. Magin und Rassbach führten in [97] eine Spannungsanalyse an gelöteten Kreissägen mit Hilfe von FEM-Simulationen durch. Sie belegen, wie empfindlich die Spannungsverteilung im Fügeverbund auf die Lage der Zwischenschicht reagiert und somit einen deutlichen Einfluss auf die Festigkeit bewirkt. Die Eigenspannungen werden auf ein Minimum reduziert, sobald die Zwischenschicht den gesamten Fügebereich bedeckt. Aufbauend auf diesen Ergebnissen wurde in [98, 99] die Auswirkung unterschiedlicher Lot-Bandbreiten auf die Festigkeit untersucht. An den geprüften Proben ergab sich eine optimale Dicke der Kupferschicht von 100 bis 150  $\mu\text{m}$ . Weiterhin geben sie die Empfehlung, dass das Verbundlot die Fügestelle für einen geeigneten Spannungszustand etwas überlappen sollte.

### **Flussmittel**

Eine hochwertige Lötnaht erfordert eine metallisch blanke und reine Fügefläche, damit eine vollständige Benetzung des geschmolzenen Lots stattfinden kann. Die Aufgabe des Flussmittels ist somit die Säuberung der Oberfläche von den vorhandenen Verunreinigungen und Oxiden sowie eine erneute Oxidation zu verhindern.

Als Flussmittel finden vorwiegend Borverbindungen und Fluoride Anwendung, aber je nach Einsatztemperatur auch Chloride, Silikate und Phosphate. Hierbei handelt es sich um Salze, die bei Erreichen ihrer Schmelztemperatur mit den metallischen Oxiden auf den Fügepartner reagieren und so die Oberfläche reinigen [100]. Diese in Flussmitteln verwendeten Salze bilden mit den metallischen Oxiden ein niedrig schmelzendes Eutektikum [101], so dass die auf der Oberfläche der Fügepartner anhaftenden Oxide in der Salzschnmelze gelöst werden. Des Weiteren reagieren die komplexen chemischen Verbindungen bei erhöhten Temperaturen bevorzugt mit dem in der Atmosphäre befindlichen Sauerstoff [102], so dass der flüssige Film das darunter liegende Substrat vor einer weiteren Oxidation schützt. Die Salzschnmelze setzt zudem die Oberflächenspannung auf dem Substrat herab, so dass das flüssige

Lot die Oberfläche benetzen kann. Die Wirktemperatur des Flussmittels muss innerhalb des Schmelzbereiches des Lotes liegen bzw. sollte das Flussmittel bereits etwa 50 °C unterhalb des Lotes beginnen zu wirken [14]. Bei Erreichen der Löttemperatur muss das flüssigwerdende Lot in der Lage sein, das Flussmittel rückstandslos aus der Lötnaht zu verdrängen, um die Fügepartner vollständig zu benetzen. Gelingt dies nicht, verbleiben Rückstände des Flussmittels in der Fügezone, die beim Erstarren des Lotes zu Poren oder Einschlüssen und damit zu einer Schwächung der Verbindung führen. Dauert der Lötprozess zu lange und das Flussmittel hat genügend mit dem Sauerstoff reagiert, tritt eine Sättigung des Flussmittels ein, so dass es seine Wirksamkeit verliert. Zu diesem Zeitpunkt sollte der Lötprozess allerdings bereits abgeschlossen sein, da sonst eine erneute Oxidation der Fügefläche oder des Lotwerkstoffes auftritt und die Verbindung wieder schwächt.

Die Flussmittel werden meist in Form von Pulver, Pasten oder durch Einarbeitung in den Lotwerkstoff bereitgestellt. Pulverförmige Flussmittel besitzen keine Haftfestigkeit auf den Oberflächen und sind daher nur beschränkt für industrielle Anwendungen geeignet. Das Bindemittel in Flussmittelpasten besitzt hingegen eine erhöhte Haftfestigkeit, so dass das Flussmittel nicht bei einer Bewegung der Bauteile entfernt wird. Auch bildet die Paste bereits vor dem Löten einen gleichmäßigen Film auf der Oberfläche, so dass das gereinigte Bauteil bereits vor der thermischen Aktivierung des Flussmittels vor einer Oxidation geschützt ist [100]. Somit eignen sich diese Pasten für automatisierte Lötanwendungen.

Die Flussmittel zum Hartlöten sind in der europäischen Norm DIN EN 1045 eingeteilt. Hier sind für das Löten von Schwermetallen die Flussmittel der Klasse FH geeignet, wobei die Flussmitteltypen FH10 und FH12 insbesondere für das Löten von Hartmetall zu verwenden sind. Die Wirktemperaturen dieser Flussmittel liegen zwischen 550 °C und 800 °C für FH10 und bis maximal 850 °C für FH12. Zu beachten gilt, dass die Rückstände des Flussmittels nach dem Löten sehr korrosiv sind und unbedingt nach dem Löten durch Waschen oder Beizen entfernt werden müssen [103].

### 2.2.3 Mögliche Fehlerarten in der Fügeverbindung

Die vorangegangenen Abschnitte belegen die Komplexität und Vielzahl an Einflussgrößen sowie deren Wechselwirkungen untereinander zum Erzeugen von hochfesten Fügeverbindungen zwischen Stahl und Hartmetall durch das Löten. Schon kleinste Abweichungen im Herstellungsprozess können eine drastische Beeinträchtigung der Fügeverbindung verursachen. Schwartz gibt in [76] eine ausführliche Beschreibung der häufigsten Fehlerarten in gelöteten Fügeverbindungen. Allerdings lassen sich diese Fehlerarten für den Fügeverbund zwischen Stahl und Hartmetall weiter spezifizieren [5] und bilden die Grundlagen für die in diesem Abschnitt vorgestellten Überlegungen. In Tabelle 2.4 sind hierzu die wichtigsten Fehlerarten mit ihren Ursachen und den resultierenden Folgen aufgeführt und werden im Folgenden zusammen mit den Erkenntnissen aus dem vorherigen Abschnitten zusammengefasst.

Tabelle 2.4: Mögliche Fehlerarten in gelöteten Hartmetall-Stahl Fügeverbindungen [104]

Fehlerart	Ursache	Folge
Lage	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mangelhafte Fixierung bzw. Anpresskraft</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Einschränkung der Bauteilfunktion</li> </ul>
Benetzung	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Verschmutzte Fügestellen</li> <li>• Bauteil nicht vollständig erwärmt</li> <li>• Lot unvollständig aufgeschmolzen</li> <li>• Zu wenig oder falsches Flussmittel</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Verringerte Anbindungsfläche senkt die Festigkeit</li> </ul>
Poren	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Flussmittel konnte nicht ausgasen</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Je nach Zahl, Größe und Lage wird die Festigkeit herabgesetzt</li> </ul>
Einschlüsse	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Fügestellen wurden nicht ordnungsgemäß gesäubert</li> <li>• Flussmittelreste</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Siehe Poren</li> </ul>
Eigenspannungen	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Zu geringer Lötspalt (ggfs. durch zu hohe Anpresskraft)</li> <li>• Zu große Fügeflächen</li> <li>• Kein Verbundlot verwendet</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Eigenspannungen addieren sich in der Bauteilnutzung zu der äußeren Belastung</li> <li>• Initiierung von Rissen</li> </ul>
Risse	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Zu hohe Eigenspannungen</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tragfähigkeit der Fügeverbindung wird gesenkt</li> <li>• Ausfall des Bauteils</li> </ul>
Sprödphasen	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Kohlenstoffarmer Stahl</li> <li>• Hartmetall verarmt an Kohlenstoff</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Duktilität bzw. elastische Verhalten der Fügeverbindung wird eingeschränkt</li> </ul>

Die Einhaltung der Lage und Positionstoleranzen der Hartmetalle auf den Werkstücken wird gefährdet, wenn das Hartmetall beim Flüssigwerden des Lotes aufschwimmt und in Folge einer mangelhaften Fixierung oder einer zu geringen Anpresskraft sich bewegt. Um diesem Mechanismus entgegen zu wirken, muss eine geeignete Lötlehre konstruiert und die Anpresskraft während des Lötens angepasst werden.

Zur Erreichung einer hohen Festigkeit sollte das flüssige Lot die gesamte Fügefläche benetzen. Selbst wenn für die Fügeverbindung der korrekte Lotwerkstoff ausgewählt wurde, können verschiedene Ursachen eine vollständige Benetzung der Fügeflächen verhindern. Bei zu kurzen Lötzeiten gelangt zu wenig thermische Energie in die Fügezone, so dass die Bauteile unzureichend warm werden und das Lot nur unvollständig aufschmilzt. Wurden die Fügeflächen vor dem Löten unzureichend gereinigt, können sich noch benetzungshemmende Rückstände auf der Oberfläche befinden, die die Benetzung ebenfalls beeinträchtigen.

Ein poröses Lötgut entsteht durch eine Gasaufnahme der flüssigen Schmelze. Während der Abkühlung wird das Gas wieder ausgeschieden und bildet im Lötgut Hohlräume in Form von Poren. Beim atmosphärischen Löten verursacht dies maßgeblich das verbrannte Flussmittel bzw. deren Binder, die nicht vollständig aus der Lötnaht verdrängt werden und als Rückstände im Lötgut verbleiben. Dies passiert häufig, wenn das flüssige Lot nicht ausreichend erwärmt wurde und somit noch eine hohe Viskosität besitzt. Neben dem Flussmittel kann auch im Lot hinzulegiertes Zink bei zu hohen Prozesstemperaturen verdampfen, so dass Dampfblasen im Lötgut als Poren verbleiben. Die Entstehung eines porösen Lötguts kann prozessbedingt nicht vollständig unterbunden werden. Daher müssen geeignete Maßnahmen erfolgen, um die Porosität auf ein Mindestmaß zu reduzieren. Besitzt das Lötgut eine zu hohe Porendichte, sinkt die Festigkeit des Verbundes unter einen kritischen Wert, da nicht mehr genügend Anbindungsfläche vorhanden ist und auch die Unstetigkeiten des porösen Gefüges die Verformungsfähigkeit der Fügezone einschränken.

Die Auswirkungen der thermischen Eigenspannung im Lötverbund wurden bereits ausführlich in den Arbeiten von Magin et al. untersucht [97, 98, 99]. In Folge der verschiedenen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Stahl und Hartmetall schrumpfen die Komponenten in der Abkühlphase nach dem Löten unterschiedlich stark, wodurch der Fügeverbund unter Spannung gesetzt wird. Diese Eigenspannung-

gen können zu einem gewissen Grad durch das Lötgut kompensiert werden. Hierzu sollte dies allerdings eine ausreichende Dicke haben, so dass an kritischen Bauteilen die Verbundlote zum Einsatz kommen. Hierbei muss auch die Fügefläche berücksichtigt werden, da bei großen Bauteilen auch eine größere absolute Dehnung erfolgt, die es zu kompensieren gilt [105]. Übersteigen die thermisch bedingten Eigenspannungen ein kritisches Maß kann der Fügeverbund bereits während des Lötens versagen. Liegen die Eigenspannungen unterhalb dieses überkritischen Bereiches summieren sich während der Bauteilnutzung die von außen anliegenden Belastungen mit den inneren Eigenspannungen im Fügeverbund auf. Am Beispiel der mit Hartmetall bestückten Kreissägen liegt das Spannungsmaximum auf der Oberfläche der Hartmetallzähne, so dass von hier bei einer Überbeanspruchung im Einsatz des Werkzeuges die Rissinitiierung stattfindet [97] und ein Ausbrechen der Zähne die Folge ist.

Außerdem kann bei ungünstigen Prozessbedingungen das Gefüge des Lötgutes verspröden [106]. Festigkeitsmindernde Sprödphasen wie die  $M_6C$ -Carbide zählen ebenfalls zu den Fehlerarten, die es zu vermeiden gilt. Ihr Auftreten wird durch kohlenstoffarme Stähle begünstigt, die unter hohen Temperaturen mit Lotwerkstoffen auf Kupferbasis an Hartmetall gelötet werden. Durch ihre Bildung wird das duktile und elastische Verhalten des Fügeverbundes gehemmt, wodurch die Fügeverbunde frühzeitig ausfallen.

Zur Vermeidung dieser zum Teil grundlegend verschiedenen Fehlerarten sind im Vorfeld umfangreiche Studien und Untersuchungen notwendig. Viele Probleme treten häufig auch erst während der eigentlichen Produktion oder gar im Einsatz der Produkte auf. Um daher das Vorhandensein der verschiedenen Fehlerarten in den hergestellten Fügeverbunden zu überprüfen, sind geeignete Qualitätssicherungsmaßnahmen notwendig, die im folgenden Abschnitt erläutert werden.

### **2.3 Prüfung von Lötnähten**

Zur Qualitätsprüfung von Lötnähten existieren verschiedene Methoden, die in eine zerstörende als auch zerstörungsfreie Prüfung eingeteilt werden. Zur zerstörenden Prüfung gehören die Messung der mechanischen Eigenschaften wie im Zug- oder Scherversuch. Aber auch zu metallographische bzw. mikroskopische Untersuchung

des Lötgutes müssen meist Querschliffe durch die Lötnaht präpariert werden, so dass eine Schädigung des Bauteils unumgänglich ist. Die zerstörende Prüfung liefert oftmals eine direkte Aussage über die Qualität der Lötnaht, beispielsweise als resultierender Festigkeitswert im Zugversuch, wobei die Lötnaht bzw. das Bauteil im Folgenden nicht mehr gebraucht werden kann. Die zerstörungsfreien Prüfverfahren besitzen hingegen den Vorteil, die Lötnaht nicht zu beeinträchtigen, so dass die geprüften Bauteile weiterhin eingesetzt werden können. Jedoch erweist sich in vielen Fällen die Analyse der Lötnahte im Vergleich zu den zerstörenden Prüfverfahren als wesentlich anspruchsvoller, da die zerstörungsfrei ermittelten Messdaten nur eine indirekte Aussage zulassen und eine Interpretation von erfahrenen Prüfern erfordern. Bei Auswahl des richtigen Prüfverfahrens müssen neben der Aussagefähigkeit auch die wirtschaftlichen Aspekte berücksichtigt werden [107], was viele Prüfverfahren aus der industriellen Serienfertigung ausschließt.

Die folgenden Abschnitte behandeln die gängigsten Methoden zur Prüfung und Analyse von Lötnahten. Als zerstörende Verfahren werden die mechanische Prüfung und die metallographische Untersuchung beschrieben. Bezüglich der zerstörungsfreien Verfahren werden die optische Sichtprüfung, die durchstrahlenden Verfahren wie Röntgenographie und die akustischen Verfahren wie die Schallemissionsanalyse und die Ultraschallprüfung behandelt. Der Fokus dieser Arbeit liegt in der Qualifizierung der elektrischen Widerstandsmessung zur zerstörungsfreien Prüfung von Lötnahten, so wird diese Methode ausführlich in Abschnitt 2.4 beschrieben.

### **2.3.1 Mechanische Prüfung**

Die mechanischen bzw. zerstörenden Prüfverfahren für Hartlötverbindungen sind in der DIN EN 12797 zusammengefasst [108]. Sie dienen zur Bestimmung der Eigenschaften der Fügeverbindung, wie sie sich durch die Auswirkungen des Lötprozesses und einer ggfs. nachfolgenden Wärmebehandlung ergeben.

So existieren neben der Zugprüfung weiterhin die Schäl- und Scherzugprüfung, wie sie in Abbildung 2.11 bezüglich der verschiedenen Belastungsarten dargestellt sind. Die Laststeigerung erfolgt bei allen Belastungsarten bis zum Versagen der Lötnaht. Die gemessenen Kräfte und Längenänderungen geben Informationen über das Festigkeitsverhalten der Verbindung, während die Bruchfläche auf Unregelmäßigkei-

ten hin untersucht werden kann (siehe hierzu auch Abschnitt 2.3.3). Für die mechanische Festigkeitsprüfung sind allerdings eigenständige Probekörper herzustellen, da die Prüfung an vielen Bauteilgeometrien nur schwer durchzuführen ist. Bei der Zugprüfung wird die Lötverbindung in der Regel über die gesamte Fügefläche gleichmäßig belastet, während bei der Schälzugprüfung sich die Spannung auf den äußeren Rand der Lötnaht konzentriert und hier das Versagen im Kerbgrund der Hohlkehle initiiert wird. In den meisten Fällen läuft der Riss durch das Lötgut bzw. an der Grenzfläche zwischen Substrat und Lötgut. Allerdings sind gelötete Fügeverbindungen laut DIN EN 12797 vorwiegend so konstruiert, dass sie im Betrieb auf Scherung belastet werden. Hierdurch ergibt sich innerhalb der Fügezone ein günstigerer Spannungszustand, so dass der Riss am Rand entsteht und in seinem Verlauf meist durch den Grundwerkstoff zieht und es hierdurch zum Versagen kommt. Somit liegt der kritische Spannungsbereich meistens am Rande der Fügezone in der Hohlkehle, deren Beschaffenheit durch den Hohlkehleradius und der Rauheit einen maßgeblichen Einfluss auf die kritische Last und folglich auf die Rissentstehung hat. So entstehen bei einer zu starken Einschnürung der Hohlkehle überproportional hohe, kritische Spannungszustände, die ein frühzeitiges Versagen bewirken und somit zu einer verminderten Festigkeit führen.

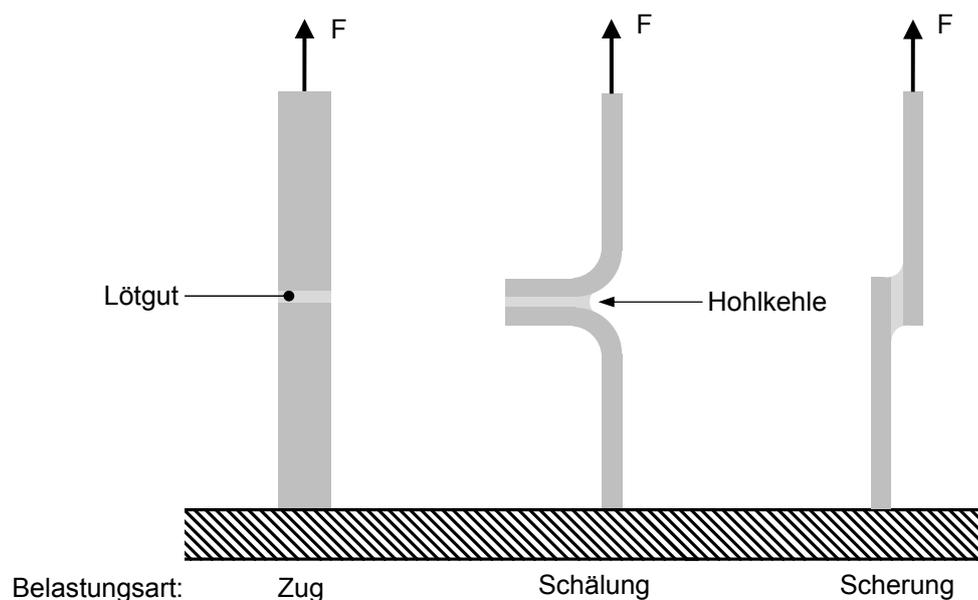


Abbildung 2.11: Verschiedene Belastungsarten zur mechanischen Festigkeitsprüfung von Lötverbindungen

Unter dem Aspekt der Betriebsfestigkeit kann bei der Bauteilbeanspruchung bereits durch Spannungszustände unterhalb der ermittelten Festigkeit ein Versagen der Fügeverbindung auftreten, wenn das Belastungskollektiv zyklisch auf das Bauteil einwirkt. Um diese Belastungsfälle abzubilden, muss das Verhalten der Lötnaht anhand von Dauerschwinguntersuchungen analysiert werden [109, 110, 111, 112]. Allerdings sind solche Prüfungen gerade im industriellen Bereich aufgrund der langwierigen Zyklen und der damit verbundenen Kosten begrenzt.

Eine Härteprüfung sollte an den Fügeverbindungen laut DIN EN 12797 durchgeführt werden, wenn der Fügeprozess Auswirkungen auf die Eigenschaften des Grundwerkstoffes hat. So lassen sich auch Sprödphasen mit Hilfe einer Mikro-Härteprüfung bzw. Nanoindentation identifizieren [113]. Die Härteprüfung sollte in diesem Falle an einem Schnitt quer zur Lötnaht erfolgen. Die Anfertigung solcher Schnitte bzw. Querschliffe wird im folgenden Abschnitt zu den metallographischen Untersuchungsmethoden näher beschrieben.

### **2.3.2 Metallographie**

Die Metallographie dient zur Analyse und Beschreibung von metallischen Gefügen. Um einen präzisen Einblick in das Gefüge des Lötgutes zu erhalten, müssen die Bauteile aufgetrennt und Querschliffe angefertigt werden. Die Präparation von Fügeverbunden aus gelöteten Fügeverbunden zwischen Stahl und Hartmetall ist aufgrund der verschiedenen Werkstoffeigenschaften bezüglich Härte und Duktilität sehr aufwändig. Das silberhaltige und sehr duktile Hartlot kann sich bei der Präparation verformen und somit die Güte des Querschliffes mindern. So besteht die Gefahr, dass sich die Schleif- und Poliermittel in die Oberfläche eindrücken und den Querschliff verfälschen oder sogar vorhandene Poren verdecken.

Petzow empfiehlt daher in [114] zur Präparation von Silberloten zunächst auf SiC-Papier bis zu einer Körnung von 1200 mit destilliertem Wasser und wenig Druck zu schleifen. Das Polieren sollte im Anschluss auf hartem Seidentuch mit einer Diamantkörnung von 1  $\mu\text{m}$  für 30 Minuten bzw. einer Körnung von 0,25  $\mu\text{m}$  für 45 Minuten erfolgen. Die Endpolitur von Hand wird zuletzt auf weichem Tuch mit Magnesiumoxid durchgeführt. Für Hartmetalle empfiehlt Petzow auch die Verwen-

dung von Diamanten unterschiedlicher Korngrößen, wobei zum abschließenden Polieren Körnungen von etwa 1  $\mu\text{m}$  zu nutzen sind. Weiterhin gibt es zu bedenken, dass während der Präparation die kobalthaltige Binderphase nicht mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in Kontakt treten sollte, da die Probe sonst beginnt zu korrodieren. Ohne eine weitere Behandlung lassen sich an dem präparierten Querschliff im Lichtmikroskop Fehlstellen wie Risse, Poren, Lunker, Einschlüsse, Verunreinigungen und korrosive Veränderungen beobachten. Um Unterschiede im Gefüge zu erkennen, müssen allerdings Kontrastunterschiede von mehr als 10 % vorhanden sein. Deshalb sollte bei metallischen Gefügen der Kontrast der verschiedenen Bestandteile durch geeignete Ätzmittel verbessert werden. Gerade die Identifizierung von carbidischen Ausscheidungen im Hartmetall bzw. im Lötgut besitzt einen hohen Anspruch. Hierzu hat sich die Ätzung nach Murakami bewährt [6, 54, 87, 114]. Die Murakami-Lösung wird mit 100 ml destilliertes Wasser mit 5 bis 10 g Kaliumhydroxid und 5 bis 10 g Kaliumferricyanid angesetzt. Das Ätzmittel reagiert innerhalb der Farbniederschlag-sätzung mit den carbidischen Verbindungen und hinterlässt eine oxidische Deckschicht auf der Oberfläche, die unter dem Lichtmikroskop farblich zu erkennen sind. Je nach zu identifizierender Carbidsorte muss eine unterschiedlich lange Ätzdauer verwendet werden, da sonst die anderen Reaktionsprodukte das Ergebnis verfälschen, siehe Tabelle 2.5.

Tabelle 2.5: Ätzdauern mit Murakami-Lösung zum Identifizieren von carbidischen Ausscheidungen im Hartmetall nach [6, 114]

Dauer	Nachweis	Beschreibung
1 bis 2 s	$\text{M}_6$ -Carbide	$\eta$ -Carbide treten als orangefarbene oder braune örtliche Nester auf
5 bis 20 s	$\text{M}_3$ -Carbide	Mischcarbide werden als gelbbraune Gefügebestandteile sichtbar
60 bis 360 s	$\text{M}_1$ -Carbide	Korngrenzen der $\alpha$ -WC-Phasen verfärben sich grau

Neben dem Lichtmikroskop ist es auch möglich, die Querschliffe im Rasterelektronenmikroskop (REM) zu analysieren. Das REM liefert selbst unter sehr starken Vergrößerungen scharfe und kontrastreiche Bilder. Zudem lassen sich weiterführende Untersuchungen wie eine EDX-Analyse (energiedispersive Röntgenspektroskopie) oder EBSD-Aufnahmen (engl.: Electron backscatter diffraction) durchführen, um genauere Einblicke in die Zusammensetzung und den Aufbau des Gefüges zu erhalten. Das Lichtmikroskop besitzt im Vergleich zum REM den Vorteil, dass die Untersuchung

sehr schnell und ohne großen Aufwand durchzuführen ist. Von Nachteil ist jedoch die je nach Vergrößerung geringere Tiefenschärfe, so dass bei ungünstigen Oberflächen nur Teilbereiche des Bildausschnittes scharf sind [115].

### 2.3.3 Optische Sichtprüfung

Die Sichtprüfung gehört zu den ältesten und auch am häufigsten eingesetzten zerstörungsfreien Prüfmethoden. Durch eine einfache visuelle Überprüfung ist es möglich, bereits unmittelbar nach dem Löten erste Aussagen über das Gelingen der Lötung zu erbringen [6]. Unter der Zuhilfenahme von optischen Hilfsmitteln, wie Lupen oder Mikroskopen und speziellen Beleuchtungen, kann die Prüffähigkeit signifikant verbessert werden. Um auch schwer zu erreichende Stellen zu prüfen, helfen dem Prüfer spezielle Endoskope. Ein fachkundiger Lötter bzw. Prüfer ist in der Lage, bereits vom äußeren Erscheinungsbild der Fügezone her eine Prognose über den Zustand der Verbindung zu geben. Die möglichen Unregelmäßigkeiten in einer hartgelöteten Fügeverbindung sind in der DIN 18279 beschrieben und lassen sich in äußere und innere Unregelmäßigkeiten unterscheiden, siehe Tabelle 2.6.

Tabelle 2.6: Unregelmäßigkeiten in hartgelöteten Verbindungen nach DIN 18279 [116]

Äußere Unregelmäßigkeit	Innere Unregelmäßigkeit
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Eingefallene Lötnaht</li> <li>• Risse</li> <li>• Offene Porosität</li> <li>• Unzureichende Hohlkehle</li> <li>• Lötgutüberlauf</li> <li>• Lokales Aufschmelzen</li> <li>• Raue Lötnahtoberfläche</li> <li>• Ausblühungen</li> <li>• Verfärbungen</li> <li>• Spritzer</li> <li>• Flussmittelreste</li> <li>• Erosion in der Oberflächen des Grundwerkstoffes</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Füllfehler</li> <li>• Risse</li> <li>• Feststoffeinschlüsse</li> <li>• Gaseinschluss</li> <li>• Flussmitteleinschluss</li> <li>• Bindefehler</li> <li>• Übermäßige Anlösung des Lotes und des Grundwerkstoffes</li> </ul>

Nur die äußeren Unregelmäßigkeiten können mit Hilfe der optischen Sichtprüfung zerstörungsfrei untersucht werden, während die Untersuchung bezüglich der inneren Unregelmäßigkeiten erst im Schadensfall oder nach einer mechanischen Prüfung der Lötverbindung erfolgt. Bei der Bewertung der Unregelmäßigkeiten muss zunächst festgestellt werden, welche der Kriterien für die Anwendung der Fügeverbindung als kritisch zu bewerten sind. So kann selbst ein Füllgrad von 60 % als noch ausreichend für zahlreiche Anwendungen gelten oder vereinzelte Poren bzw. Gaseinschlüsse unkritisch sein, wenn die Anwendung eine Gasdichtigkeit der Lötverbindung erfordert [116].

So ist die Sichtprüfung ein sehr rasch durchzuführendes Prüfverfahren, das von dem Maschinenbediener selbst angewendet wird. Durch die Verfügbarkeit leistungsfähiger Computersysteme nimmt die Funktionstüchtigkeit und dadurch auch die Bedeutung von automatisierten Sichtprüfsystemen stetig zu [117]. Es verlangt im Vergleich zu anderen Prüfverfahren nur wenige bzw. kostengünstige Hilfsmittel, so dass es in nahezu allen Fertigungen eingesetzt wird und auch beim Hartlöten von Hartmetall und Stahl wichtige Hinweise auf das Gelingen des Fügeprozesses liefern kann. Zu den Nachteilen gehören, dass sich die Prüfaussage nur auf die Bauteiloberfläche bezieht. Um eine Aussage über den inneren Zustand der Verbindung zu erhalten, müssen volumetrische Prüfverfahren herangezogen werden.

#### **2.3.4 Durchstrahlende Prüfverfahren**

Die Röntgenographie gehört zu den durchstrahlenden Prüfverfahren und erlaubt das Innere von Bauteilen zerstörungsfrei zu begutachten, wobei die Bauteile mit Hilfe von geeigneten Strahlungsquellen durchstrahlt werden. Als Strahlquellen dienen Röntgenröhren oder Permanentstrahler, wie beispielsweise Co-60. Nachdem die Röntgenstrahlen aus dem Bauteil austreten, belichten sie einen Röntgenfilm oder einen Detektor, der die Informationen digital aufbereitet. Durch die Dichteunterschiede der verschiedenen Elemente bzw. Werkstoffe wird die Strahlungsenergie je nach Strahlengang durch das Bauteil unterschiedlich stark geschwächt, so dass verdeckte Inhomogenitäten oder Fehler auf dem Röntgenbild nachweisbar sind. Die zweidimensionale Durchstrahlungsprüfung wird zur Inspektion in Fertigungslinien eingesetzt. In diesem Zusammenhang haben Crostack et al. die Röntgenprüfung

verwendet, um in [118] mit Hartmetall bestückte Kreissägen und in [119] Hammerbohrer auf Fehler in der Fügeverbindung erfolgreich zu untersuchen.

Im Vergleich zur Röntgendurchstrahlung generiert die Röntgen-Computertomographie hingegen ein dreidimensionales Modell des zu prüfenden Bauteils. Hierdurch ist es möglich, beliebige Schnittebenen in das Modell zu legen. Diese deutlich aufwändigere Form der Prüfung erlaubt es, die Produktionsprozesse der Bauteile besser zu verstehen oder auch versteckte oder schwer zu erkennende Defekte zu finden [120]. Die Röntgen-Computertomographie zeichnet sich im Vergleich zur gewöhnlichen Durchstrahlungsprüfung durch eine höhere Auflösung und somit bessere Fehlererkennung aus, verlangt allerdings eine höhere Prüfdauer und ergibt ein größeres Datenvolumen.

Neben der Röntgenstrahlung kann auch die Terahertz-Strahlung zur zerstörungsfreien Inspektion von Bauteilen eingesetzt werden. Dabei besitzt die Terahertz-Prüfung den Vorteil, dass die verwendete Strahlung nicht ionisierend ist und somit keine Strahlenschutzmaßnahmen getroffen werden müssen. Becker und Löffler verglichen die Terahertz-Prüfung mit der Computertomographie an einer gelöteten keramischen Kühldose aus Aluminiumnitrid und zeigten, dass trotz der geringeren lokalen Auflösung die Terahertz-Prüfung vergleichbare Ergebnisse liefert [121]. Die Prüfung von metallischen Bauteilen ist mit Hilfe der Terahertz-Strahlung allerdings nicht möglich, da metallische Oberflächen die Strahlung komplett reflektieren [122].

Diese Nachteile weist die Durchstrahlungsprüfung nicht auf. Bach et al. verglichen in [123] die Computertomographie mit der Ultraschallprüfung und belegten hier die Möglichkeit, gelötete Kupferrohre auf Fehlstellen mit beiden Verfahren zu prüfen. Somit ist die Prüfung mit Hilfe von Röntgenstrahlung grundsätzlich geeignet Fügeverbindungen zwischen Stahl und Hartmetall zu untersuchen. Die Auflösung und Genauigkeit des Verfahrens wird durch die Größe und Komplexität des Bauteils bestimmt, wobei grundsätzlich die Auflösung bei kleineren Bauteilen steigt. Für den Fehlernachweis ist ein ausreichender Kontrast notwendig, der durch Dichteunterschiede der zu durchstrahlenden Werkstoffe hervorgerufen wird, so dass Poren und Gaseinschlüsse die höchste Nachweisbarkeit besitzen.

### **2.3.5 Akustische Prüfverfahren**

Die akustischen Prüfverfahren beruhen auf der Messung und Analyse von akustischen Signalen, die als mechanische Wellen übertragen werden. Die akustischen Wellen können in transiente, also kurzzeitig auftretende Signale, wie beispielsweise bei einem Rissfortschritt, und kontinuierliche Dauerschwingungen eingeteilt werden. Es existieren zwei verschiedene akustische Prüfverfahren. Während bei der passiven Schallemissionsanalyse mit geeigneten Mikrofonen lediglich eintreffende Signale analysiert werden, nutzt die Ultraschallprüfung als aktives Verfahren Prüfköpfe, die zusätzlich Schallwellen erzeugen und aussenden.

#### **Schallemissionsanalyse**

Beim Einsatz der Schallemissionsanalyse werden mit Hilfe von geeigneten Schallwandlern kontinuierlich akustische Signale aufgenommen und ausgewertet [124]. Schwingende Komponenten, wie Motoren oder Getriebe, besitzen im Betrieb einen eigenen Klang bzw. charakteristisches Frequenzspektrum. Tritt nun im Bauteil eine Veränderung ein, so hat dies eine Auswirkung auf das Frequenzspektrum. Durch die kontinuierliche Aufnahme der Schallsignale und der Aufbereitung der Daten durch beispielsweise einer Fourier Transformation, die das akustische Signale bezüglich der einzelnen Frequenzanteile aufteilt, kann diese Veränderung visualisiert bzw. auch automatisch detektiert werden. Treten in Folge einer unzulässigen Überbelastung im Bauteil Risse auf, wird zusätzliche Energie als mechanische Welle freigesetzt, die durch das Bauteil läuft. Beim Eintreffen am Schallwandler registriert dieser das akustische Ereignis. Allerdings erschweren Schwingungen und akustische Signale aus der Umgebung eine einfache Detektion der für das Bauteil relevanten Informationen. Zur besseren Identifikation werden daher geeignete Filter eingesetzt. Allerdings müssen hierfür im Vorfeld genügend Kenntnisse über Ausprägung der Schallsignale vorliegen, die auf eine Schädigung des Bauteils hindeuten. Die passive Schallemissionsanalyse eignet sich somit zur kontinuierlichen Bauteilüberwachung. Allerdings nutzten in [125] Crostack und Wielage die Schallemissionsanalyse auch zur Beurteilung von hochtemperaturgelöteten Verbindungen. Beim induktiven Löten von NiCr20TiAl mit LNi-5 applizierten sie in der Abkühlphase die Sensoren und registrierten die freiwerdenden akustischen Impulse aus dem Verbund. Dabei wies die fehlerfreie Verbindung deutlich weniger akustische Impulse auf als die mit Fehlern

behaftete Probe. Sie führen die Impulse auf Rissausbreitungen im Fügeverbund zurück, die im Anschluss in rasterelektronmikroskopischen Untersuchungen nachgewiesen wurden. In diesem Zusammenhang konnten auch Bernhardt und Peterseit in [126] bzw. Maier in [127] die Schallemissionsanalyse zur Untersuchung von Weichlötungen adaptieren.

Beim Löten von Hartmetall und Stahl besteht die erhöhte Gefahr, dass thermisch induzierte Eigenspannungen Risse im Fügeverbund erzeugen und somit eine kritische Schwächung bewirken. Da solche Risse nach dem Löten noch eine mikroskopische Größe besitzen können und bei einer Sichtprüfung übersehen werden können, wäre hier der Einsatz der Schallemissionsanalyse zur Detektion und Absicherung der Fügequalität denkbar.

### **Ultraschallprüfung**

Die Ultraschallprüfung als aktives akustisches Verfahren nutzt hingegen zur Schallemissionsanalyse eigens zur Prüfung erzeugte Signale. Die verwendeten Frequenzen liegen oberhalb des für menschliche Ohren wahrnehmbaren Bereichs und liegen je nach Prüfkopf zwischen 20 kHz und bis über 50 MHz. So sind höhere Frequenzen grundsätzlich geeignet, kleinere Fehlstellen zu detektieren. Allerdings werden hohe Frequenzen vom Werkstoff schneller absorbiert, so dass die Eindringtiefe mit steigender Frequenz abnimmt [128]. Daher muss die Prüffrequenz sorgfältig auf den zu erbringenden Fehlernachweis abgestimmt werden, um eine möglichst hohe Auflösung zu gewährleisten. Als Koppelmedium zwischen Prüfkopf und Bauteil wird ein Gel, Öl oder auch Wasser verwendet, um den Übertragungswiderstand vom Prüfkopf zum Bauteil möglichst gering zu halten [129]. Bei geeigneten Werkstoffen und durch die Verwendung von leistungsfähigen Prüfköpfen kann auch Luft als Koppelmedium dienen [130]. Am häufigsten wird in der Ultraschallprüfung das Impuls-Echo Verfahren angewendet. Hier wird der Ultraschallimpuls im Prüfkopf erzeugt und anschließend die eintreffenden Reflektionen empfangen und bewertet. Bei der Ultraschallprüfung in Tauchtechnik werden die Bauteile in ein Wasserbecken getaucht. Dabei berührt der Prüfkopf das Bauteil nicht, so dass während der Untersuchung kontinuierlich die gleichen Ankoppelbedingungen herrschen.

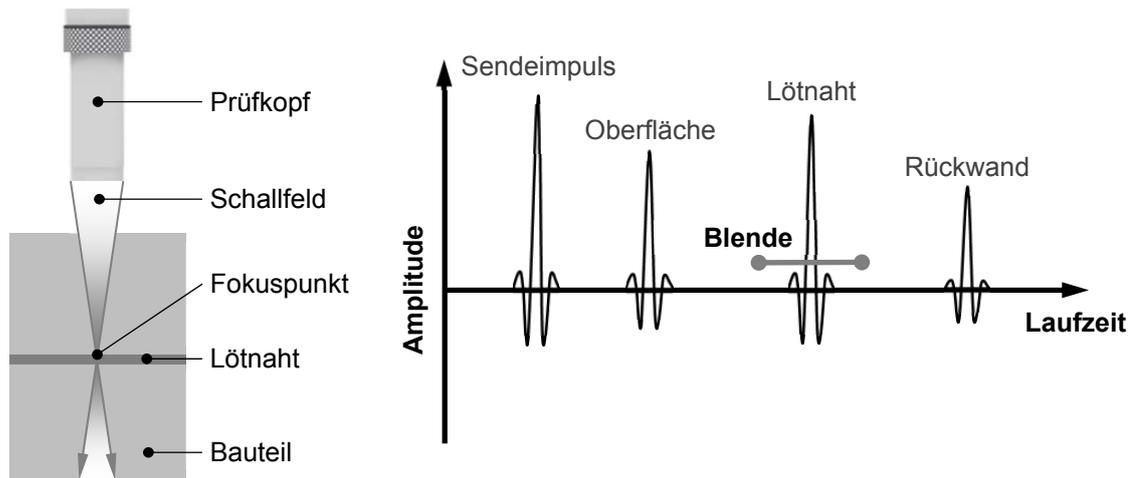


Abbildung 2.12: Funktionsweise der Ultraschallprüfung in Tauchtechnik (links) mit Amplitudenbild (rechts)

In Abbildung 2.12 ist die Prüfanordnung der Ultraschallprüfung in Tauchtechnik sowie einem exemplarischen Amplituden-Bild (A-Bild) dargestellt. Das vom Prüfkopf charakteristische Schallfeld kann durch spezielle akustische Linsen gebündelt werden, so dass in einem definierten Abstand der Fokuspunkt des Schallfeldes liegt. In diesem Bereich hat das Schallfeld den geringsten Durchmesser und weist die höchste Schalldichte auf. Über den Abstand zwischen Bauteil und Prüfkopf lässt sich der Fokuspunkt im Bereich der Lötnaht platzieren, um eine möglichst hohe Auflösung zu gewährleisten.

Aus der Prüfanordnung resultiert das Amplituden-Bild, bei dem die registrierten Amplituden des Sendeimpulses und der eintreffenden Reflexionen von der Oberfläche, Lötnaht und Bauteilrückwand in zeitlicher Abfolge erscheinen. Mit Hilfe der werkstoffabhängigen Schallgeschwindigkeit lässt sich aus der Laufzeit die Materialtiefe berechnen, in der der Impuls als Echo reflektiert wird. Die Ausprägung des reflektierten Echos hängt von den Materialkennwerten an der Grenzfläche zwischen Substrat und Lotwerkstoff ab. Eine Pore oder ein Einschluss hat deutlich andere Eigenschaften, als wenn an der Grenzfläche sich zwei ähnliche Metalle berühren, wodurch die Pore für gewöhnlich deutlich höhere Amplituden erzeugt als eine fehlerfreie Lötnaht. Durch die Definition einer Blende im Bereich der Lötnaht wird die Höhe der Amplitude ausgewertet. Um die Lötnaht flächig darzustellen, scannt der Prüfkopf die Bauteiloberfläche ab und speichert für jede Position die Höhe der

Amplitude. Aus den erhaltenen Informationen wird dann ein Bild als Prüfergebnis erstellt, in dem Inhomogenitäten und Fehler zu erkennen sind.

Während die Ultraschallprüfung im Bereich der Qualitätssicherung von Schweißnähten weitestgehend erschlossen ist, gibt es in der Literatur nur wenige Quellen, die sich intensiv mit der Prüfung von Hartlötverbindungen beschäftigen. Wichtig sind hier vor allem die Arbeiten von Crostack et al. [131, 132] bzw. Wielage [133], die Ansätze und Grundlagen zur Fehlergrößenbestimmung entwickelten, und die Arbeit von Berthold [134], der die Ultraschallprüfung erfolgreich in verschiedene Lötprozessen zur in situ Überwachung adaptierte. So eignet sich die Ultraschallprüfung auch zur volumetrischen Untersuchung von gelöteten Fügeverbindungen zwischen Hartmetall und Stahl. Hohlräume, Risse und Poren sowie Benetzungsfehler können mit diesem Prüfverfahren detektiert werden, wobei die zu realisierende Auflösung vom verwendeten Prüfkopf und der Zugänglichkeit der Lötnaht abhängig ist.

## **2.4 Messen von elektrischen Widerständen**

Dieses Kapitel beschreibt die Grundlagen und Möglichkeiten zum Messen von elektrischen Widerständen, die zum Verständnis dieser Arbeit notwendig sind. Neben der Erklärung der elektrischen Leitfähigkeit von Werkstoffen wird weiterhin auf die physikalischen Einflussfaktoren auf den elektrischen Widerstand eingegangen.

### **2.4.1 Grundlagen der elektrische Leitfähigkeit von Werkstoffen**

Die elektrische Leitfähigkeit  $\sigma$  beschreibt die Fähigkeit eines Werkstoffes, Elektronen zu leiten. Ihr Kehrwert wird folglich als elektrischer Widerstand bezeichnet. Grundsätzlich weisen alle Werkstoffe eine unterschiedliche elektrische Leitfähigkeit auf. Das Spektrum reicht hierbei von Supraleitern, die nahezu keinen elektrischen Widerstand besitzen, bis hin zu elektrischen Isolatoren. Maßgebend für die Fähigkeit eines Stoffes, Elektronen bzw. elektrische Ströme zu leiten, ist in erster Linie die Art und Zusammensetzung der atomaren Bindungstypen. So besitzen Stoffe mit metallischer, ionischer oder kovalenter Bindung große Unterschiede in dieser Ausprägung, wobei metallische Stoffe generell eine hohe elektrische Leitfähigkeit im Vergleich zu üblichen keramischen oder Werkstoffen auf Polymerbasis aufweisen. Der metallische Bindungstyp ist unter den Elementen mit einem Anteil von etwa  $\frac{3}{4}$

am meisten verbreitet [135]. Die Elemente der 11. Nebengruppe des Periodensystems Kupfer, Silber und Gold besitzen hierbei die höchste elektrische Leitfähigkeit der reinen Metalle, worin auch ihre Anwendung in zahlreichen elektronischen Bereichen begründet liegt.

In den etablierten physikalischen Modellen bewegen sich die Elektronen in metallischen Stoffen delokalisiert bzw. „frei“ durch das atomare Gitter. Hierbei wird zur besseren Veranschaulichung häufig auch von einem „Elektronengas“ gesprochen. Allerdings gelangen die Erklärungsmodelle der klassischen Physik schnell an ihre Grenzen, um die tatsächlich vorliegenden Leitfähigkeiten zu beschreiben, weshalb hierzu fundamentale Modelle aus der Quantenstatistik und -mechanik benötigt werden. So lässt sich die Ausprägung der elektrischen Leitfähigkeit von Metallen mit Hilfe der Fermi-Energie beschreiben.

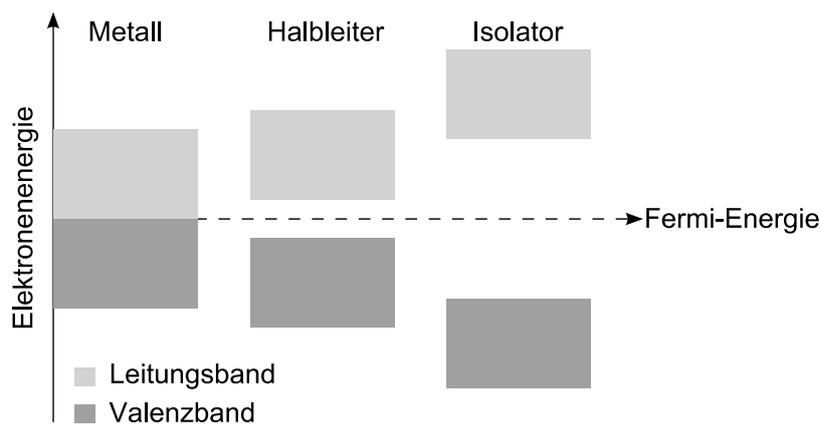


Abbildung 2.13: Darstellung der Elektronenbänder für unterschiedlich elektrisch leitfähige Werkstoffe nach [135]

In einem Vielteilchensystem, wie dem metallischen Gitter mit den darin vorhandenen Elektronen, bezeichnet die Fermi-Energie die höchste Energie, die ein gleichartiges Teilchen (Elektronen) haben kann, wenn das betrachtete System sich in seinem Grundzustand befindet [101]. Dies bedeutet, dass zunächst alle Elektronen innerhalb des metallischen Gitters gebunden sind. Es bedarf einer zusätzlichen Energiezufuhr, um die benötigte Austrittsarbeit zu leisten und die Bindung des Elektrons zu lösen [136]. Dieses kritische Energie-Niveau, bei dem sich die Elektronen lösen und in dem metallischen Gitter frei bewegen, wird als Fermi-Energie bezeichnet. Die Vielzahl der vorhandenen Elektronen befinden sich mit ihrem Energie-Niveau weit unterhalb der

Fermi-Energie und besitzen daher keine Bewegungsmöglichkeiten bzw. nur eine geringe Wahrscheinlichkeit, sich zu lösen. Nur den Elektronen nah an der kritischen Fermi-Energie ist es möglich, weitere Energie aufzunehmen, um dieses Grenz-Niveau zu überschreiten. Diese Elektronen sind dann in der Lage, sich in dem Gittersystem zu bewegen. Liegt die Energie des Elektrons unterhalb der Fermi-Energie, so befindet es sich im Valenzband und dient für den stofflichen Zusammenhalt. Deshalb wird die Fermi-Energie auch oftmals als Fermi-Kante oder -Grenze bezeichnet [101].

Bei metallischen Werkstoffen grenzt das Valenz- und das Leitungsband direkt an die Fermi-Energie an, während bei Halbleitern eine kleinere und bei Isolatoren eine große Lücke zwischen den beiden Bändern existiert. Die kleine Lücke kann von den Elektronen durch beispielsweise eine thermische Aktivierung überwunden werden, wie es bei den Halbleitern stattfindet, siehe Abbildung 2.13.

#### **2.4.2 Physikalische Effekte auf den elektrischen Widerstand**

Da die Atome im metallischen Kristallgitter einer exakten periodischen Anordnung folgen, können die Elektronen zunächst frei durch das Gitter wandern. Eine Behinderung der Elektronen durch komplexe Streuprozesse führen hingegen zu einem Anstieg des elektrischen Widerstandes eines Werkstoffes. Diese Streuungen werden durch verschiedene Abweichungen im Kristallgitter erzeugt, wie beispielsweise atomare Schwingungen (Phonon), Kristalldefekte oder Abstoßungsprozesse zwischen den Elektronen [137]. So ist der elektrische Widerstand keine konstante Größe, sondern variiert je nach Werkstoff und den physikalischen Randbedingungen.

So schwingen die Atome mit steigender Temperatur immer stärker, so dass hierdurch die freie Bewegung der Elektronen behindert wird, und dies einen Anstieg des elektrischen Widerstandes zur Folge hat. Somit gehören die metallischen Werkstoffe zu den Kaltleitern, da sie bei sehr niedrigen Temperaturen die höchste elektrische Leitfähigkeit besitzen. Zu den Heißleitern zählen hingegen die Halbleiter, da bei diesen Werkstoffen der elektrische Widerstand mit steigender Temperatur sinkt [138]. Dieser Effekt lässt sich mit dem Abstand zwischen dem Valenz- und Leitungsband für die Halbleiter in Abbildung 2.13 erklären, da durch die thermische Aktivierung die Valenzelektronen zum Lösen aus der atomaren Bindung genügend Energie erhalten. Der elektrische Widerstand von Metallen verhält sich temperatur-

abhängig annähernd linear. Erst bei sehr niedrigen Temperaturen stagniert die Widerstandsänderung hin zu einem konstanten Wert, der als Restwiderstand bezeichnet wird. Gottstein erläutert in [135], dass mit höherer Reinheit des untersuchten Materials der Restwiderstand kleiner wird. So existiert die Vermutung, dass bei ganz reinen Metallen ohne Gitterfehler oder anderen Störungen der Widerstand gegen Null tendiert. So lässt sich auch erklären, dass Legierungen grundsätzlich einen höheren elektrischen Widerstand aufweisen als die reinen Grundmetalle.

Berühren sich zwei unterschiedliche metallische Werkstoffe innerhalb eines geschlossenen Stromkreises, wobei an den Kontaktstellen eine unterschiedliche Temperatur anliegt, fließt aufgrund der Thermoelektrizität ein Strom. Dieser Effekt begründet sich in den verschiedenen Elektropotentialen der Metalle und wird in [139] beschrieben. Die Potentialdifferenz beträgt 0, wenn beide Kontaktstellen die gleiche Temperatur besitzen. Mit wachsendem Potentialunterschied steigt die Spannung an. Dieser Effekt wird beispielsweise in Thermoelementen zur Temperaturmessung ausgenutzt.

### 2.4.3 Elektrische Widerstandsmessung mittels der 4-Leiter Technik

Der elektrische Widerstand  $R$  definiert sich nach Gleichung 2.1 über das Ohm'sche Gesetz durch das Verhältnis von der anliegenden Spannung  $U$  und dem Strom  $I$ , der zum Zeitpunkt  $t$  durch den gemessenen Körper fließt. Ferner lässt sich der Widerstand auch über die Länge  $l$ , den Querschnitt  $A$  und die elektrische Leitfähigkeit  $\sigma$  des Werkstoffes beschreiben [140]. Als Einheit wird für den elektrischen Widerstand der griechische Buchstaben  $\Omega$  verwendet oder kann über die SI-Einheiten als  $\text{m}^2\text{kg}/\text{s}^3\text{A}^2$  ausgedrückt werden [141].

$$R = \frac{U(t)}{I(t)} = \frac{l}{A} \cdot \frac{1}{\sigma} \quad \text{Gleichung 2.1}$$

Der elektrische Widerstand lässt sich nicht direkt bestimmen, sondern kann nur über das Messen von Spannung und Strom berechnet werden. Die Auswahl eines geeigneten Messverfahrens hängt von der Größe des elektrischen Widerstandes ab. Bis in Größenordnungen oberhalb von etwa  $1 \Omega$  genügt ein gewöhnliches Widerstandsmessgerät mit zwei Messadern. Der Nachteil dieser Anordnung ist allerdings, dass sämtliche Leitungs- und Kontaktwiderstände mit in die Widerstandsmessung

einfließen. Aus diesem Grund lassen sich Widerstände unterhalb von  $1 \Omega$  nur mit präzisen Messmethoden exakt bestimmen. Eine gängige Methode zur Bestimmung von sehr kleinen Widerständen ist die sogenannte 4-Leiter Messung. Bei diesem Messverfahren werden jeweils 2 eigene Leiter für die Stromversorgung und die Spannungsmessung verwendet, siehe Abbildung 2.14. Die Stromquelle speist über die zwei äußeren Leitungen mit den Widerständen  $R_{L1}$  und  $R_{L2}$  den zu messenden Widerstand  $R_X$  mit einem konstanten Strom  $I_{konstant}$ . Die Spannungsmessung  $U$  erfolgt über die beiden Leitungen mit den Widerständen  $R_{L3}$  und  $R_{L4}$ . In dieser Betrachtung beinhalten die Leitungswiderstände  $R_{L1-4}$  auch die Kontakt- und Übergangswiderstände. Das Spannungsmessgerät besitzt ebenfalls einen inneren Widerstand  $R_U$ .

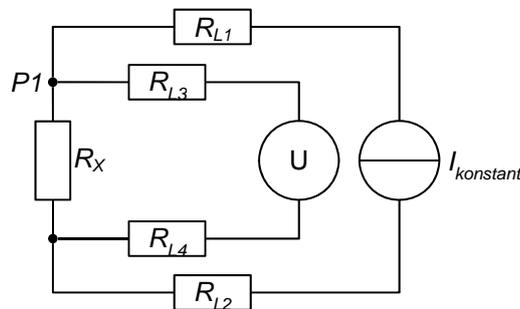


Abbildung 2.14: Messprinzip der 4-Leitertechnik zur Bestimmung von elektrischen Widerständen

Aufgrund der konstanten Stromstärke, die die Stromquelle ausgibt, liegt auch im Punkt P1 der Strom  $I_{konstant}$  an. Dieser Strom teilt sich über die zu messende Probe und den Stromkreislauf des Spannungsmessgerätes  $U$  auf. So ergibt sich am Punkt P1 laut der Knotenregel der Spannungsabfall an der Probe nach Gleichung 2.2:

$$U_X = I_X \cdot R_X = (I_{konstant} - I_U) \cdot R_X \quad \text{Gleichung 2.2}$$

Weiterhin lässt sich der Spannungsabfall  $U_x$  an der Probe durch die Maschenregel über den Kreislauf der Spannungsmessung nach Gleichung 2.3 beschreiben.

$$U_X = I_U \cdot (R_{L3} + R_{L4} + R_U) \quad \text{Gleichung 2.3}$$

Durch das Gleichsetzen von Gleichung 2.2 und Gleichung 2.3 resultiert für  $I_U$  die Gleichung 2.4.

$$I_U = I_{konstant} \cdot \frac{R_X}{R_{L3} + R_{L4} + R_U + R_X} \quad \text{Gleichung 2.4}$$

Unter der Bedingung, dass der innere Widerstand des Spannungsmeßgerätes  $R_U$  sehr viel größer ist als der zu messende Widerstand  $R_X$ , fließt nur ein sehr kleiner und zu vernachlässigender Strom  $I_U$  durch das Spannungsmessgerät [142]. Daher lässt sich der Widerstand  $R_X$  mit Hilfe der 4-Leiter-Messung über das Ohm'sche Gesetz nach Gleichung 2.5 berechnen.

$$R_X = \frac{U_X}{I_{konstant}} \quad \text{Gleichung 2.5}$$

Hierbei muss der Strom  $I_{konstant}$  groß genug sein, um eine präzise Spannung zu gewährleisten. Jedoch darf die Stromstärke nicht dazu führen, dass sich die Probe thermisch aufheizt und somit eine Widerstandsänderung hervorruft. Außerdem sollte der durch den Strom am Widerstand verursachte Spannungsabfall den Spannungsbereich der Stromquelle nicht überschreiten [140].

#### 2.4.4 Anwendung

Die elektrische Widerstandsmessung wird bereits in zahlreichen Anwendungen genutzt, um das Verhalten und die Beschaffenheit von leitfähigen Werkstoffen zu beschreiben und zu charakterisieren. Daher gibt der folgende Abschnitt einen Überblick über bereits etablierten Anwendungen.

In der zerstörungsfreien Werkstoffprüfung wird die 4-Leiter-Methode unter dem Namen Potentialsondenverfahren zur Bestimmung der Tiefe von offenliegenden Rissen genutzt [143, 144]. Hierzu führten Zielke et al. Simulationen zur Genauigkeit des Verfahrens durch [145]. Liu et al. und Zhang et al. verformten unterschiedliche Kupfer-Silber-Legierungen und stellten mit Hilfe der 4-Leitertechnik eine deutliche Abnahme der elektrischen Leitfähigkeit mit zunehmenden Verformungsgrad fest [146, 147]. Im Bereich der Hartmetalle wird die Messung des elektrischen Widerstandes für eine rasche Identifikation und Trennung verschiedener Hartmetallsorten genutzt [6]. Kindermann versuchte in [148], das Ermüdungsverhalten von Hartmetallen mit Hilfe der Widerstandsmessung zu charakterisieren. Allerdings konnte bei den Untersuchungen keine zufriedenstellende Auflösung der Widerstandsmessung erreicht werden, da durch die Temperatur und die mechanische Belastung hervorgerufenen Widerstandsänderungen an der Grenze des Auflösungsvermögens der verwendeten Messanordnung lagen. Eifler und Walther hingegen setzen die

Widerstandsmessung in Form der 4-Leiter-Methode erfolgreich bei der Untersuchung der Dauerschwingfestigkeit ein, um das Versagen des Werkstoffes frühzeitig zu detektieren [149, 150].

Im Bereich der Füge­technologie nutzte Herr die Vier-Leiter Methode zur Validierung des Kontakt- und Übergangswiderstandes von gefügten Hochvolt-Komponenten mittels reaktiver Nanometer-Multischichten [151]. Hier belegte Herr unter anderem, wie sich der Kontaktwiderstand durch Aufbringung einer äußeren Kraft verringert. Ähnliches konnte auch in [152] mit Hilfe von Simulationen nachgewiesen werden und ist auf die elastisch/plastische Verformung der rauhen Oberfläche der Kontakte zurückzuführen. Polrońniczak verwendete in [153] eine der Potentialsonde ähnliche Technik zur Widerstandsmessungen an Punktschweißungen. Eine sichere Prüfung der Schweißnahtqualität war allerdings nicht möglich, da die Werte zu stark streuten. Gründe für das Scheitern liegen in der manuellen Messkopfführung wie auch der nicht idealen Strom­einleitung. Faust et al. haben in [154] eine Schadensanalyse an bleifreien Lötverbindungen für die Mikroelektrotechnik vorgenommen. Hierzu wurde die Änderung des Kontaktwiderstandes in Folge von Temperaturwechselbelastungen gemessen und ausgewertet. Feldmann et al. berichten in [155], dass an elektronischen Ball-Grid-Array Bauelementen durch eine Widerstandsmessung die Phasenumwandlung des Lotes von fest nach flüssig und umgekehrt detektierbar ist. Die Beurteilung der Festigkeit dieser Weichlot-Verbindungen war in Rahmen dieser Untersuchungen allerdings von keiner Bedeutung, da die elektronischen Komponenten keiner kritischen mechanischen Belastung ausgesetzt sind und blieb bei den Untersuchungen unberücksichtigt.

### 3 Zielstellung dieser Arbeit

Die Herstellung von hochfesten gelöteten Fügeverbunden zwischen Hartmetall und Stahl bedeutet für zahlreiche Unternehmen die Grundlage ihres wirtschaftlichen Erfolges bei der Produktion von Werkzeugen für die spanende Bearbeitung. Die Qualität der Lötung unterliegt je nach Einsatz des Werkzeuges unterschiedlichsten Einflussfaktoren, Abbildung 3.1.

Abhängig von der erforderlichen Festigkeit muss ein Lotwerkstoff gewählt und zusätzlich in Abhängigkeit der Bauteilgeometrie der Fügeprozess ausgewählt und vom Anwender beherrscht werden. Eine Abweichung von den optimalen Prozessbedingungen führt stets zu nicht akzeptablen Festigkeitseinbußen durch mannigfaltige Unregelmäßigkeiten und schlussendlich zu nicht tolerierbaren Fehlern, wie sie im Stand der Technik aufgezeigt wurden. Das Lötergebnis wird im Anschluss an den Herstellungsprozess durch die Methoden der Qualitätssicherung charakterisiert und bewertet. Die hierbei gebräuchlichen Messmethoden teilen sich in zerstörende und zerstörungsfreie Prüfungen ein, die je nach ihrem physikalischen Prinzip eine differenzierte Aussagekraft besitzen. Zudem sind viele aufgrund der anfallenden Prüfkosten in der industriellen Fertigung kaum anzuwenden. So besitzen die Methoden zur Qualitätssicherung häufig eine zu geringe Aussagekraft, so dass die klein- und mittelständischen Hersteller gezwungen sind, überproportionale Qualitätsschwankungen zu tolerieren. Auch eine umfassende Qualitätssicherung mit zerstörenden oder zerstörungsfreien Prüfverfahren erfolgt selbst bei sicherheitsrelevanten Bauteilen meist nur in der Entwicklungsphase. Folglich wird für die Serienreife eines Produktes häufig ein hoher Zeitaufwand benötigt.

Die elektrische Widerstandsmessung bietet sich als eine vielversprechende Alternative zur zerstörungsfreien Bauteilprüfung von hartgelöteten Verbindungen an, mit der sogar die direkte phänomenologische Beobachtung des dafür erforderlichen Lötprozesses möglich ist. Mittels der 4-Leiter-Methode wird sie bereits in vielen Bereichen der Elektroindustrie und insbesondere beim Weichlöten eingesetzt. Allerdings geschieht dies nicht in Bezug auf die Festigkeit der Fügeverbindung, sondern zur Überprüfung des Übergangswiderstandes dieser Lötungen. Im Bereich des Hartlötens hingegen, insbesondere von Hartmetallen, wird dieser Erfolg versprechende Ansatz bisher nicht verfolgt.

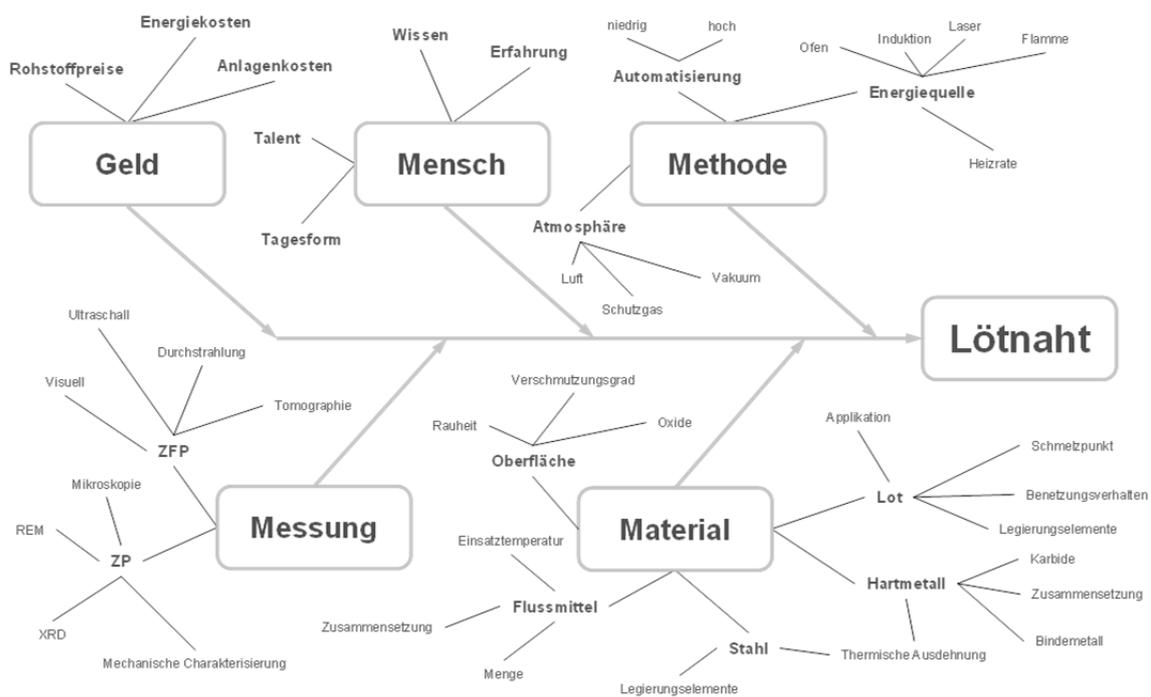


Abbildung 3.1: Ishikawa-Diagramm mit den Einflussfaktoren auf die Qualität einer Lötnaht, gegliedert nach den 5 Punkten: Geld, Mensch, Methode, Messung und Material

Zur erfolgreichen Entwicklung und Qualifizierung einer zerstörungsfreien Prüfmethode sind Informationen über die auftretenden Fehlertypen, ihre Form, Größe und deren Kritikalität notwendig [156]. Außerdem sollte ein Abgleich zwischen den Messwerten der Prüf- und vergleichbaren Methoden vorliegen, um dadurch die Möglichkeiten und Grenzen dieser Methodik und damit das mögliche Einsatzspektrum der elektrischen Widerstandsmessung aufzuzeigen.

Deshalb steht im Fokus dieser Untersuchung die Erarbeitung von Grundlagen zur Nutzung der elektrischen Widerstandsmessung als zerstörungsfreie Prüfmethode von

hartgelöteten Fügeverbindungen. Auf Seiten der Werkstoffe liegen beim Löten die Hartmetalle auf Basis von WC-Co mit dem Stahl 115CrV 3 aufgrund der bedeutenden industriellen Signifikanz im Mittelpunkt der Untersuchungen. Zunächst werden die Lötungen im Rahmen einer Bauteilprüfung nach dem Fügeprozess analysiert. Hierbei erfolgt neben der Widerstandsmessung der Einsatz von verschiedenen zerstörungsfreien Prüfmethoden wie Ultraschall und der Röntgendurchstrahlung, die als volumetrische Prüfmethoden geeignet sind, kritische Fehlerarten wie Poren und Risse im Fügeverbund zu detektieren. Weiterhin werden zerstörende Verfahren wie die metallographische Untersuchung und auch die Messung der Scherfestigkeit angewendet, um die hergestellten Fügeverbunde ganzheitlich zu charakterisieren und deren Messergebnisse mit den Widerstandswerten in Beziehung zu setzen. Aufbauend auf diesen Erkenntnissen wird im folgenden Schritt die entwickelte Methodik auf reale Bauteile in Form von hartgelöteten Hammerbohrern übertragen und die Funktionstüchtigkeit der Widerstandsmessung als Werkzeug der Qualitätssicherung demonstriert.

Eine weitere Zielstellung der Untersuchungen in dieser Arbeit sieht die Nutzung der elektrischen Widerstandsmessung zur direkten Überwachung des Lötprozesses vor. Neben der Interpretation der Messdaten müssen verschiedene Hürden zur Einrichtung und erfolgreichen Durchführung der Messung bewältigt werden. Die elektrischen Kontakte sollten bei den Prozesstemperaturen so ausgelegt sein, dass sie ein stabiles und zuverlässiges Messsignal gewährleisten. Ebenfalls müssen weitere überlagernde physikalische Effekte wie beispielsweise der thermoelektrische Effekt berücksichtigt und deren Einfluss auf die Messung geklärt werden.

Somit ergeben sich folgende Ziele dieser Arbeit:

- Konzeptionierung einer zerstörungsfreien Prüfmethode für Lötverbindungen mit der 4-Leiter-Technik,
- Benchmark mit etablierten Prüfverfahren an einer geeigneten Probengeometrie,
- Identifizieren der Potentiale und Grenzen der 4-Leiter-Technik,
- Umsetzung der 4-Leiter-Prüfmethode auf Realbauteile,
- Entwicklung und Nutzung eines Prüfaufbaus zur in situ Anwendung beim Hartlöten im Vakuumofen.

## 4 Eingangsbetrachtung der 4-Leiter-Technik

Ausgehend von der Zielstellung muss zunächst eine Funktionsüberprüfung der 4-Leiter-Technik stattfinden, ob die Messung des elektrischen Widerstandes als zerstörungsfreie Prüfmethode genutzt werden kann. Hierzu wird der elektrische Widerstand zunächst an einem Bauteil vor und nach dem Löten gemessen und zeitgleich der auf die Lötnaht lastende Druck erhöht. Diese Messung soll klären, ob und in welcher Größe eine Unterscheidung des Zustandes vor und nach dem Löten detektierbar ist. Die an dieses Kapitel anschließende Messungen und Schlussfolgerungen dienen zur Auslegung einer - zum vorliegenden Kenntnisstand - zweckmäßigen und möglichst präzisen Messmethodik, die sowohl die metallurgischen als auch messtechnischen Charakteristika der Problemstellung berücksichtigt.

Für die elektrische Widerstandsmessung wird das HBM 34420A Nano-volt/Micro-Ohm-Meter von Hewlett Packard verwendet [157]. Das Messgerät bietet die Möglichkeit einer empfindlichen Widerstandsmessung mit Hilfe der 4-Leiter Technik bei einer angegebenen Auflösung von bis zu 100 n $\Omega$ . Für die Untersuchung wurde als externe Stromquelle ein Hochleistungs-Schaltnetzteil mit der Bezeichnung Peaktech 1530 bei einem konstanten Prüfstrom von 5 A genutzt. Die Kontaktierung der Proben erfolgte durch Punktschweißungen von einzelnen Drähten, um einen stabilen und nahezu gleichen Übergangswiderstand während der Messung zu gewährleisten. Der innere Widerstand der internen Spannungsmessung beträgt 10 M $\Omega$ .

#### 4.1 Funktionsüberprüfung

Die Funktionsüberprüfung soll grundsätzlich klären, ob mit Hilfe der elektrischen Widerstandsmessung in Form der 4-Leiter-Technik zwischen einem gelöteten und einem nicht gelöteten Probekörper unterschieden werden kann. Das Ergebnis dieser Funktionsüberprüfung ist in Abbildung 4.1 zu sehen. Das Diagramm gibt die Abhängigkeit des logarithmisch aufgetragenen Widerstandes über einen auf die Lötnaht applizierten Druck für jeweils eine gelötete und eine nicht gelötete Naht zwischen einem Hartmetall aus WC-Co (K10) und einem Stahlplättchen aus HS6-5-2C (1.3343) wieder. Die Werkstoffe wurden mit einem Sandwichlot 49/Cu Plus von der Umicore AG mit dem Flussmittel FH10 in einem Muffelofen bei 700 °C und für 5 Minuten gelötet [158].

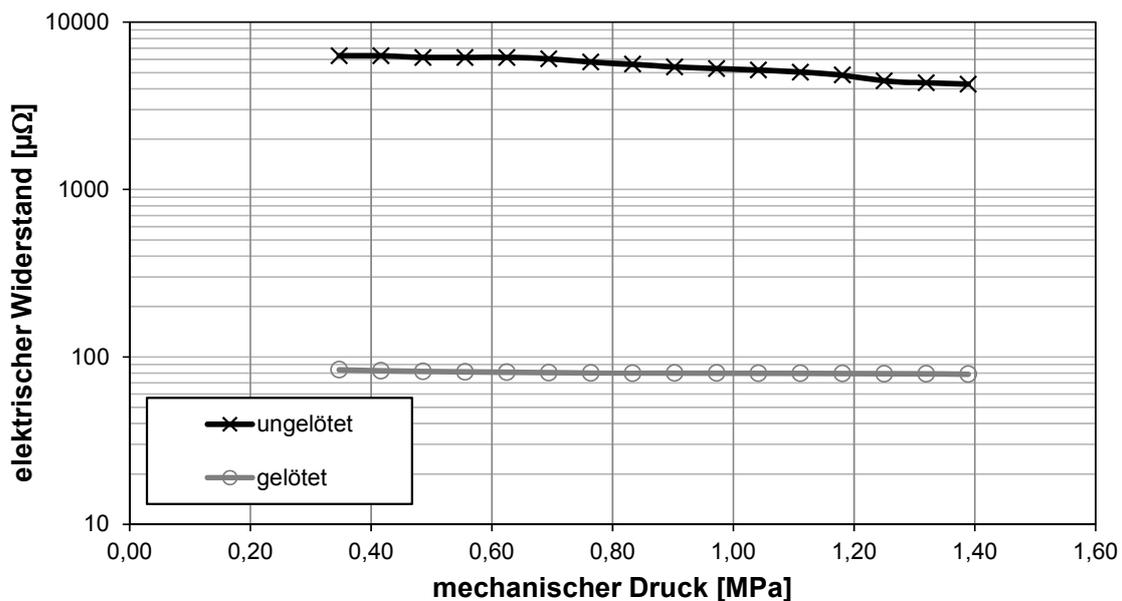


Abbildung 4.1: Vergleich des elektrischen Widerstandes vor und nach dem Löten einer Probe bei Beaufschlagung von mechanischem Druck [158]

Der signifikante Abfall des elektrischen Widerstandes von knapp 6.800  $\mu\Omega$  vor dem Löten auf 83  $\mu\Omega$  nach dem Löten beweist zunächst die grundsätzliche Eignung der Messmethode für das potentielle Anwendungsfeld in der Löttechnologie. Im Falle der nicht gelöteten Probe berühren sich die elektrisch leitfähigen Oberflächen in Folge der Oberflächenrauheit nur an wenigen Punkten. Durch das Aufbringen eines mechanischen Druckes auf Substratoberflächen und die daraus resultierende elastische Verformung wird die Kontaktfläche der berührenden Oberflächen merklich

vergrößert, in dessen Folge der elektrische Widerstand um 37 % auf einen Wert von knapp  $4250 \mu\Omega$  bei einem Druck von 1,39 MPa sinkt. Das Aufbringen des Druckes führt bei dem gelöteten Probenkörper hingegen nicht zu einem derartig signifikanten Abfall. Hier sinkt der Wert lediglich um 5 % auf  $79 \mu\Omega$ , was als nahezu konstant zu bezeichnen ist. Dieser als geringfügig zu bewertende Widerstandsabfall lässt sich durch in der Lötnaht befindliche Inhomogenitäten wie durch das Flussmittel bedingte Poren bzw. Anbindungsfehler erklären, die im Zuge der elastischen Verformung ebenfalls zusammengedrückt werden. Allerdings erreicht diese Änderung keinen mit dem nicht gelöteten Bauteil vergleichbares Verhalten und kann daher vernachlässigt werden.

### 4.2 Messtechnische Aspekte

Ausgehend von der Feststellung, dass der elektrische Widerstand einer gelöteten Fügeverbindung zwischen Hartmetall und Stahl einen Wert im  $\mu\Omega$ -Bereich annimmt, besteht die Möglichkeit, dass bereits kleinste Temperaturänderungen einen Anstieg des Widerstandes verursachen. So sollte der Prüfstrom der 4-Leiter-Methode möglichst keine Temperaturerhöhung im Bauteil erzeugen. Auf der anderen Seite ermöglicht ein hoher Prüfstrom eine stärkere Stromdurchflutung des Bauteils. Hierdurch wäre ein größerer Bereich der Fügezone innerhalb einer Messung zu prüfen. Daher wurde ein gelöteter Probekörper genutzt, um die Temperaturentwicklung in Folge verschiedener Prüfströme zu analysieren. Die Erhöhung des Prüfstromes  $I$  erfolgte in 2 A Schritten von 2 A auf 20 A.

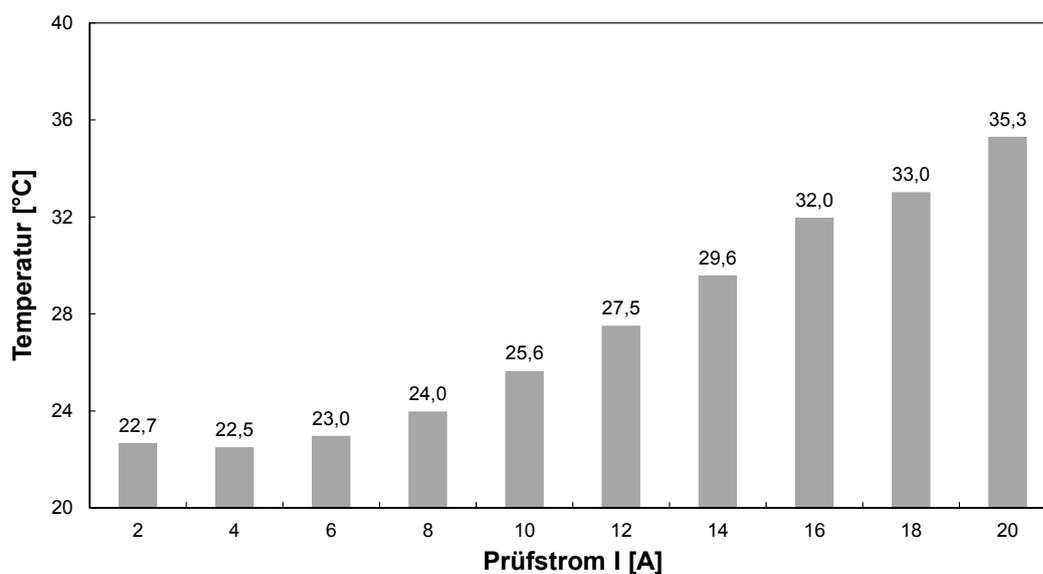


Abbildung 4.2: Bauteilerwärmung in Folge der jeweiligen Erhöhung des konstanten Prüfstromes  $I$  zur Widerstandsmessung mittels der 4-Leiter-Technik

Der Messzyklus für jeden eingestellten Prüfstrom lag bei einer Minute, so dass dem Bauteil hinreichend Zeit zur Erwärmung zur Verfügung stand. Währenddessen wurde die Bauteiltemperatur an der Lötnaht mit einem Thermoelement vom Typ K (Ni/CrNi) registriert. Das Ergebnis der Messreihe ist in Abbildung 4.2 zu sehen. Die graphische Auswertung der Messreihe belegt erwartungsgemäß, dass mit einem höheren Prüfstrom die Probertemperatur stetig in Folge der Verlustleistung im Bauteil zunimmt. Ausgehend von der Raumtemperatur von 22,5 °C steigt der gemessene Wert auf bis zu 35,3 °C bei einem Prüfstrom von 20 A an. Aus diesem Grund wurde für die anschließenden Untersuchungen ein Prüfstrom von maximal 5 A gewählt, um die empfindliche Messung nicht durch eine unzulässige Erwärmung zu verfälschen.

In dieser Hinsicht gilt es weiterhin auch den thermoelektrischen Effekt des Messaufbaus zu betrachten. Zwar stehen verschiedene Werkstoffe in einer Fügeverbindung im Kontakt, allerdings haben diese insbesondere bei einer Prüfung alle annähernd die gleiche Temperatur, so dass keine nennenswerte Temperaturdifferenz zwischen den Werkstoffen vorherrscht. Somit wird auch kein elektrisches Spannungspotenzial erzeugt, das die Messung beeinträchtigen könnte, sofern das Prüflabor konstante Umgebungsbedingungen besitzt. Zusätzlich wird durch den hohen Prüfstrom ein deutlich höherer Spannungsabfall an der Messstelle für die Widerstandsmessung erzeugt als durch den thermoelektrischen Effekt, so dass diese bei der Widerstandsmessung vernachlässigt werden können.

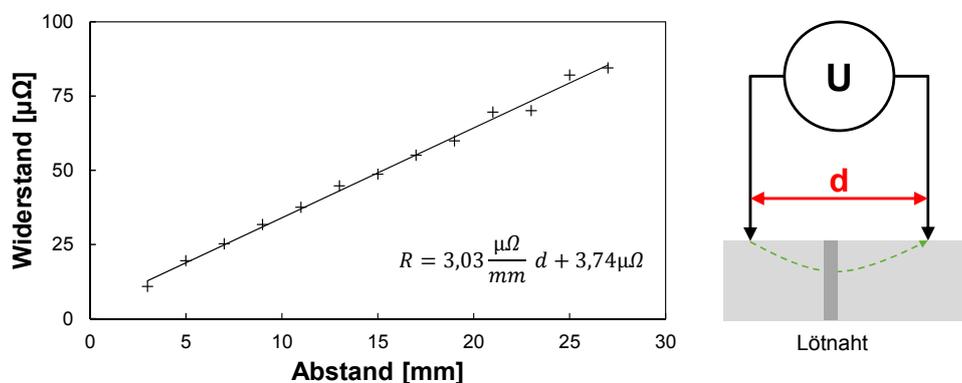


Abbildung 4.3: Einfluss des Abstandes  $d$  zwischen den Messkontakten zur Spannungsmessung auf die elektrische Widerstandsmessung

Es ist nicht möglich, den elektrischen Widerstand der Lötnaht losgelöst von den Grundwerkstoffen zu messen, da die Kontaktierung für die Spannungsmessung auf den Grundwerkstoffen erfolgen muss und somit eine Reihenschaltung zwischen Grundwerkstoffen und Lötnaht vorliegt. Um diesen Einfluss der Grundwerkstoffe zu quantifizieren, wird an einer gelöteten Probe der Abstand zwischen den Kontakten zur Spannungsmessung schrittweise erhöht und der elektrische Widerstand gemessen. Der lineare Anstieg des elektrischen Widerstandes in Folge der Erhöhung des Abstandes  $d$  ist in dem Diagramm von Abbildung 4.3 dargestellt. In die Messergebnisse wurde eine lineare Ausgleichsgerade gelegt und deren Gleichung im Diagramm mit angegeben. Diese Gleichung beschreibt den Zusammenhang zwischen dem Abstand  $d$  und dem resultierenden Widerstand der Reihenschaltung aus Grundwerkstoff und Lötnaht. Hieraus ergibt sich, dass eine Abstandsänderung von 1 mm zu einer relativen Widerstandsänderung von  $3,02 \mu\Omega$  führt. Daher sollte die Spannungsmessung möglichst nahe an der Lötnaht erfolgen. Da die Kontaktierungen per Punktschweißung angebracht werden und diese die Lötnaht nicht beeinträchtigen sollen, wurde ein Abstand von 3 mm festgelegt.

### 4.3 Schlussfolgerungen

Durch die einleitende Betrachtung der 4-Leiter-Technik kann ein Messaufbau zur präzisen elektrischen Widerstandsmessung aufgebaut werden, mit dem erste erfolgreiche Testmessungen möglich waren. Als Fazit dieser Funktionsüberprüfung resultieren nachfolgende Schlussfolgerungen:

- Der elektrische Widerstand einer gelöteten Fügeverbindung zwischen einem Hartmetall und Stahl befindet sich in diesem Fall im  $\mu\Omega$ -Bereich. Mit einem inneren Widerstand des Messgerätes von  $10 \text{ M}\Omega$  liegen die Widerstände um 12 Zehnerpotenzen auseinander, so dass sich unter ingenieurwissenschaftlichen Gesichtspunkten der elektrische Widerstand mit Hilfe der Gleichung 2.5 (siehe Seite 49) berechnen lässt.
- Durch das Aufbringen einer mechanischen Druckbelastung auf die Fügezone wird in Folge der Verformung die Kontaktfläche vergrößert, wodurch stets ein Abnehmen des elektrischen Widerstandes eintritt. Dieser Effekt kann allerdings für den hier betrachteten Fall aufgrund der nur kleinen Ausprägung vernachlässigt werden. Es müssten deutlich höhere Drücke aufgebracht wer-

den, um den Widerstand der nicht gelöteten Naht in den Widerstandsbereich der gelöteten Probe zu bringen.

- Der signifikante Abfall des elektrischen Widerstandes um mehrere Zehnerpotenzen beweist, dass mit Hilfe des angewandten Messverfahrens prinzipiell zwischen einem gelötet und nicht gelöteten Bauteil sich unterscheiden lässt.
- Durch eine Erhöhung des Prüfstromes erwärmt sich das Bauteil. Dies kann zu einer Verringerung der Messgenauigkeit führen. Daher wird der Prüfstrom auf 5 A bei den nachfolgenden Untersuchungen festgelegt.
- Der thermoelektrische Effekt kann innerhalb der Messung vernachlässigt werden, da in den zu prüfenden Proben eine annähernd homogene Temperaturverteilung vorliegt.
- Die Grundwerkstoffe haben zwangsläufig einen Einfluss auf die Widerstandsmessung an der Lötnaht. Daher werden die Kontakte für die Spannungsmessung bei einem konstanten Abstand von 3 mm vorgenommen, damit die Punktschweißung nicht zu einer Beeinträchtigung der Lötnaht führt.

Die verwendete Methodik ist daher grundsätzlich für die vorgesehene Prüfaufgabe geeignet und qualifiziert das Verfahren für die folgenden analytischen Untersuchungen.

## 5 Analytische Untersuchungen

Dieses Kapitel behandelt die analytischen Untersuchungen zur Qualifizierung der elektrischen Widerstandsmessung zur Prüfung von gelöteten Fügeverbunden von Hartmetall mit Stahl. Hierzu wird zunächst die Probenherstellung samt der notwendigen Werkstoffauswahl dokumentiert. Daran schließen sich die Beschreibung der verwendeten Messstände sowie die Durchführung der verschiedenen Messmethoden an. Um die Ergebnisse der elektrischen Widerstandsmessung zu beurteilen und in den Kontext etablierter Untersuchungsmethoden zu setzen, werden ergänzend Untersuchungen mittels der Ultraschallprüfung in Tauchtechnik, Computertomographie, Scherfestigkeitsprüfung sowie eine fraktographische und metallographische Analyse angewandt. Auf diese Weise sollen die Potenziale und Grenzen der elektrischen Widerstandsmessung zur Überprüfung von hartgelöteten Hartmetall-Stahl Fügeverbunden ermittelt werden.

Die verwendeten Werkstoffe wie auch die Lötanlage zur Herstellung der Fügeverbunde wurden freundlicherweise von der Fa. Umicore AG & Co. KG bzw. des Brazing-Centers zur Verfügung gestellt, die ebenso die Messung der Scherfestigkeit durchführten.

### 5.1 Probenherstellung

Der folgende Abschnitt beschreibt die vorgenommene Werkstoffauswahl und den angewandten induktiven Lötprozess. Ziel der Probenherstellung ist die Erzeugung von unterschiedlichen Qualitätszuständen im Lötgut, um diese mit Hilfe verschiede-

ner Prüfmethode und insbesondere der elektrischen Widerstandsmessung zu identifizieren.

### 5.1.1 Werkstoffauswahl

Als Stahlwerkstoff wurde die Stahlsorte 115CrV3 ausgewählt, dessen Zusammensetzung in Tabelle 5.1 dokumentiert ist. Bei dem Werkstoff 115CrV3 handelt es sich um einen niedriglegierten Kaltarbeitsstahl, der entsprechend bis zu einer Einsatztemperatur von 200 °C genutzt wird. Die Ferritbildner Chrom und Vanadium bilden zugleich Carbide, die sowohl die Festigkeit wie auch die Härte des Werkstoffes erhöhen. Während Chrom zusammen mit Eisen ein Mischcarbid der Form  $(Fe,Cr)_3C$  bildet, weicht das Sondercarbide von Vanadium der Form VC in seiner Gitterstruktur vom Zementit  $Fe_3C$  deutlich ab [80]. So verteilen sich diese Vanadiumcarbide fein dispersiv auf den Korngrenzen des Gefüges und hemmen durch den Zener-Pinning Mechanismus die Entstehung eines grobkörnigen Gefüges. So reichen bereits die 0,1 Gew.-% Vanadium im verwendeten Kaltarbeitsstahl aus, um diesen Effekt zu bewirken und ein feinkörniges Gefüge einzustellen. Daher zeichnet sich dieser in der Literatur öfters auch als „Silberstahl“ genannte Werkstoff durch eine gute Bearbeitbarkeit und eine einfache Wärmebehandlung mit guter Verschleißbeständigkeit aus [159]. Diese Stahlsorte findet häufig Anwendung als Auswerfer oder Stempel in der umformenden Industrie, aber auch in Achsen und Wellen oder Gewindebohrern und Schlagzähnen Anwendung.

Tabelle 5.1: Zusammensetzung der verwendeten Stahlsorte 115CrV3, Angaben in Gew.-% [159]

Stahl	C	Cr	V	Fe
115CrV3	1,2	0,7	0,1	98,0

Tabelle 5.2: Zusammensetzung der verwendeten Hartmetallsorte K10 [160]

Hartmetall	Hartstoff	Korngröße [µm]	Binder	Binderanteil [Gew.-%]	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Härte [HV]
K10	WC	0,8-1,3	Co	5,6	14,95	1730

Das Hartmetall stammt von der Fa. Ceratizit S.A. mit der Bezeichnung HC10 bzw. K10 nach DIN-ISO 513 [160, 161]. Als Hartstoff dient das WC mit einer Korngrößenfraktionierung zwischen 0,8 und 1,3  $\mu\text{m}$  und gehört somit zu den feinkörnigen Hartmetallen. Kobalt wird mit einem Anteil an 5,6 Gew.-% als Binder verwendet, so dass eine Dichte von 14,95  $\text{g}/\text{cm}^3$  und eine Härte von 1730 HV für den Hartstoff resultieren.

Da Hartmetalle grundsätzlich in der Löttechnik als schwer zu benetzende Werkstoffe gelten, wurde der Zustand der zu lötenden Hartmetalloberfläche anhand von rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen betrachtet. Die topographischen Aufnahmen sind in Abbildung 5.1 zu sehen. Bei einer 450-fachen Vergrößerung lässt sich das in Folge des Trennvorganges die zerklüftete Oberfläche des Hartmetalls erkennen. In der Detailaufnahme mit einer 4000-fachen Vergrößerung erscheinen die agglomerierten Körner in der Matrix (1), die teilweise durch den Trennvorgang freigelegt wurden. Eine Analyse der Materialverteilung auf der Oberfläche anhand der Rückstreuielektronen ergab eine saubere Oberfläche ohne Verunreinigungen in Form von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , die zu Benetzungsproblemen des flüssigen Lotwerkstoffes führen können [87]. Dies wurde ebenfalls durch punktuelle EDX-Messungen auf der Oberfläche bestätigt.

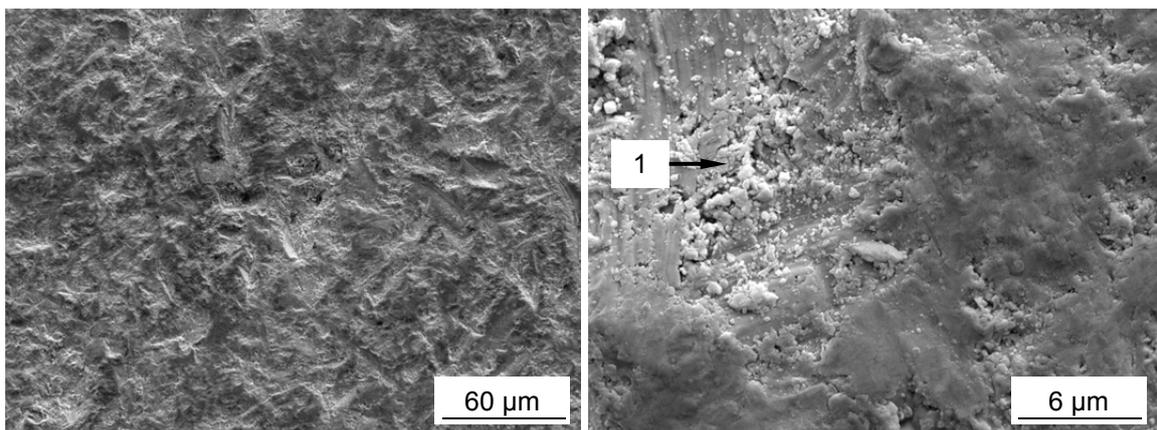


Abbildung 5.1: Oberflächenzustand des Hartmetalls der Sorte K10 vor dem Löten in unterschiedlichen Vergrößerungen

Aufgrund der vorgestellten Werkstoffkombination wird als Lotwerkstoff das Hartlot Ag 449 gewählt, dessen Zusammensetzung in Tabelle 5.3 aufgeführt ist. Dieses Lot

eignet sich laut Datenblatt [162], die Hartmetalle zu benetzen und somit an Stahl zu löten.

Tabelle 5.3: Zusammensetzung des Silber-Hartlotes Ag 449, Element-Angaben in Gew.-% [162]

<b>Lot</b>	<b>Ag</b>	<b>Cu</b>	<b>Zn</b>	<b>Mn</b>	<b>Ni</b>	<b>Schmelzbereich</b> [°C]	<b>Dichte</b> [g/cm <sup>3</sup> ]
Ag 449	49,0	16,0	23,0	7,5	4,5	680 - 705	8,9

Der Lotwerkstoff wurde als Band bereitgestellt und mit einer Metallschere auf die passende Größe geschnitten. Die Banddicke beträgt 200 µm. Die Arbeitstemperatur ist im Datenblatt mit 690 °C angegeben [162]. Neben Silber sind in der Legierung weiterhin noch Kupfer, Zink, Mangan und Nickel enthalten. Das Nickel und Mangan verbessern hierbei die Benetzungseigenschaften des flüssigen Lotes.

Tabelle 5.4: Daten des verwendeten Flussmittels FH 12 nach DIN EN 1045 [163]

<b>Bezeichnung</b>	<b>DIN EN 1045</b>	<b>Wirktemperaturbereich</b> [°C]	<b>Viskosität</b> [dPas]	<b>Dichte</b> [g/cm <sup>3</sup> ]
BrazeTec spezial h	FH 12	520 - 1030	150 - 250	1,6

Um den Lötprozess an Luft zu realisieren, wurde das Flussmittel „BrazeTec spezial h“ bzw. FH12 nach DIN EN 1045 als Paste verwendet und auf Basis von Borverbindungen und Fluoriden wirkt [163]. Im Datenblatt ist der Wirktemperaturbereich zwischen 520 °C und 1030 °C angegeben. Die Flussmittelreste sind korrosiv und müssen daher nach der Wärmebehandlung vom Bauteil entfernt werden.

Als Probenform wurde eine quadratische Grundform gewählt, deren Abmessungen der Abbildung 5.2 zu entnehmen sind. Das quadratische Hartmetallplättchen besitzt folglich eine Kantenlänge von  $8 \times 8 \times 4 \text{ mm}^3$ , während der Schaft eine Länge von 29 mm aufweist, so dass mit dem dazwischen befindlichen Lot eine Gesamtlänge von 33,2 mm resultiert. Diese Probengeometrie eignet sich für die analytische Untersuchung, da die hier benutzten Methoden ohne Einschränkung angewandt werden können.

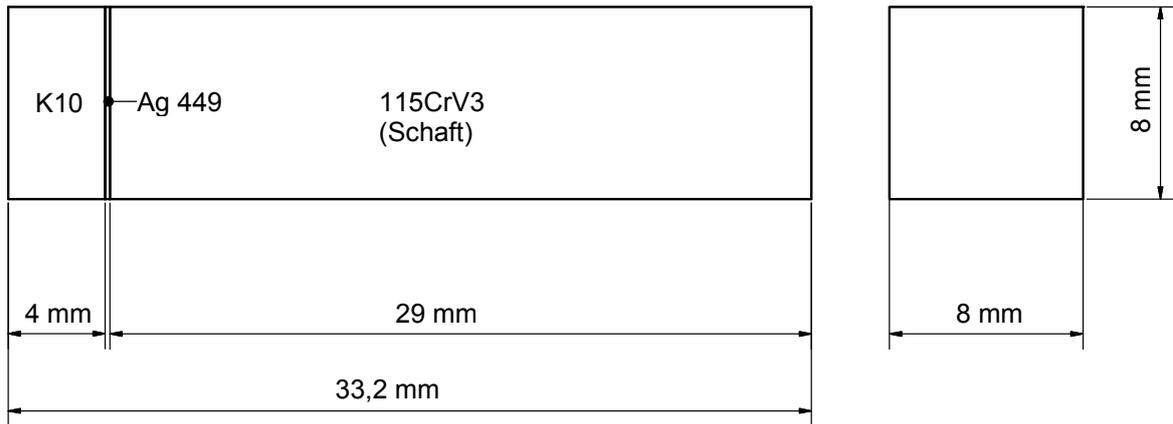


Abbildung 5.2: Probengeometrie zur analytischen Untersuchung bestehend aus Hartmetallplättchen (K10), Schaft (115CrV3) und Lotfolie (Ag 449)

## 5.1.2 Lötprozess

Das Löten der Proben wurde an einer Lötvorrichtung GLH 800 der Firma Gerling Automation GmbH und durchgeführt [164, 165]. Die in die Maschine eingesetzte Probe ist in Abbildung 5.3 dargestellt.

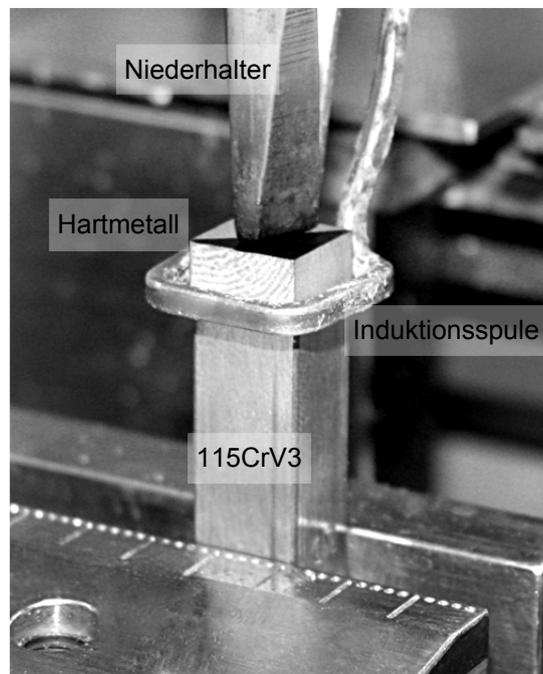


Abbildung 5.3: Versuchsaufbau zur Herstellung der Probekörper [166]

Der Schaft der Probe wurde in einem Futter eingespannt und mit dem Flussmittel bestrichen. Die zurechtgeschnittene Lotfolie mit einer Dicke von 200  $\mu\text{m}$  wurde

ebenfalls mit Flussmittel versehen und darauf das Hartmetallplättchen gelegt. Ein Niederhalter drückte mit einer konstanten Kraft auf das Hartmetallplättchen, um ein Verrutschen während des Lötens zu verhindern. Die Oberfläche des Plättchens wurde schwarz gefärbt, damit ein Pyrometer die Oberflächentemperatur messen kann. Der Messwert des Pyrometers dient hierbei zur Temperaturregelung des Lötvorganges. Die Erwärmung erfolgte induktiv mit einer wassergekühlten Spule, die um die Lötnaht herum positioniert war. Der Hochfrequenzgenerator stellt hierzu eine maximale Leistung von 3,4 kW bereit. Der schematische Ablauf eines Lötzyklus ist in Abbildung 5.4 aufgezeichnet. Die Erwärmung geschieht bei höchster Leistung bis zum Erreichen der eingestellten Prozesstemperatur. Daraufhin wird die Leistung so geregelt, dass die Temperatur für die Haltezeit konstant bleibt. Danach schaltet der Generator die Leistung aus und die Probe kühlt an Luft ab, bis das Lot erstarrt ist.

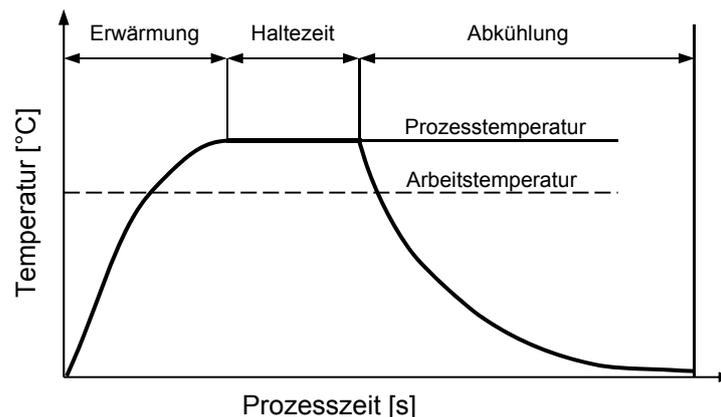


Abbildung 5.4: Schematischer Ablauf des Lötzyklus

Ziel der Lötungen ist die Herstellung unterschiedlicher Qualitätszustände im Lötgut, die dann anhand der verschiedenen Prüfmethode untersucht werden, um eine Aussage über die Prüfmöglichkeit mittels der elektrischen Widerstandsmessung zu geben. Um die verschiedenen Zustände im Lötgut zu erzeugen, wurden verschiedene Parameter in ihrer Ausprägung variiert, wie sie in Tabelle 5.5 aufgeführt sind. Es gilt zu berücksichtigen, dass der verwendete Lotwerkstoff eine Arbeitstemperatur von 690 °C besitzt, das Pyrometer allerdings die Prozesstemperatur punktuell auf der Oberfläche des Hartmetalls misst. Bei Erreichen der Prozesstemperatur ist eine homogene Durchwärmung des gesamten Lötgutes noch nicht gewährleistet, so dass die Temperatur für eine angemessene Zeit gehalten wird, bis das Lot komplett flüssig

ist und beide Oberflächen benetzt hat. So wurden die Prozesstemperatur zwischen 740 °C und 900 °C und die Haltezeit zwischen 1 s und 6 s jeweils in 6 bzw. 5 Stufen variiert, während die anderen Parameter beibehalten wurden.

Tabelle 5.5: Parametervariation bei Probenherstellung zur Herstellung verschiedener Qualitätszustände im Lötgut

<b>Parameter</b>	<b>Variationsstufen</b>	<b>Ausprägung</b>	<b>Probenzahl</b>
Prozesstemperatur	6	740 - 900 °C	30
Haltezeit	5	1 - 6 s	25
Benetzungsgrad	3	30 % - 100 %	20
			<b>Σ 75</b>

Bei der Variation der Prozesstemperatur wurde eine Haltezeit von 3 s verwendet, während bei den verschiedenen Haltezeiten eine Prozesstemperatur von 800 °C genutzt wurde. Von jeder Parameterstufe wurden insgesamt 5 Proben hergestellt, wobei eine für die metallographische Untersuchung dient und die anderen vier Proben für die Messung der Scherfestigkeit. Eine zusätzliche Variation fand im Benetzungsgrad statt, indem die Lotfläche teilweise mit Lötstop bestrichen wurde, um ein Ausbreiten des flüssigen Lotes im Lötspalt zu verhindern. Diese Proben dienen anhand ihrer definierten Fehlstellen im Lötgut zur grundsätzlichen Analyse der Aussagefähigkeit der Prüfmethode und werden insbesondere bei der Analyse der Ultraschallprüfung und Röntgendurchstrahlung zur tiefergehenden Untersuchung herangezogen. Diese Probekörper werden gesondert mit A & B bezeichnet, wobei der Lötprozess bei beiden Proben mit einer Prozesstemperatur von 800 °C und einer Haltezeit von 3 s identisch war.

Die Probenherstellung war insofern erfolgreich, als dass alle Wärmebehandlungen einen beständigen Fügeverbund zwischen Hartmetall und Stahl erzeugten und auch kein Fügeverbund in Folge von thermisch induzierten Zugeigenspannungen bereits während des Abkühlvorganges gerissen sind. Somit standen im Anschluss insgesamt 75 Proben für die analytische Untersuchung zur Verfügung.

## 5.2 Elektrische Widerstandsmessung

Nach Herstellung der Probekörper erfolgt in diesem Abschnitt die Beschreibung der elektrischen Widerstandsmessung an den vorhandenen Probekörpern. Die Diskussion der Ergebnisse im Hinblick auf die anderen Prüfmethode erfolgt abschließend im Abschnitt 5.8.

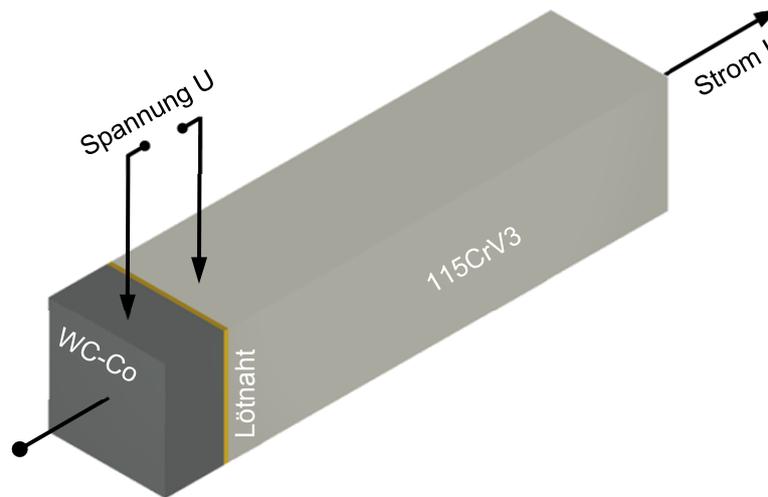


Abbildung 5.5: Kontaktierung des Probekörpers zur elektrischen Widerstandsmessung an einer Seite

An den Probekörpern wurde der elektrische Widerstand an jeder Seite der quadratischen Grundfläche gemessen. Der Abstand der Kontaktierung zur Lötnaht beträgt jeweils 1,5 mm, so dass sich ein Abstand zwischen den Kontakten der Spannungsmessung von insgesamt 3 mm ergibt. Die Stromeinleitung fand jeweils auf der freien Grundseite des Hartmetalls und Stahls statt, siehe Abbildung 5.5. Das Anbringen der Messkontakte erfolgte durch Widerstandspunktschweißen von Drähten mittig in der Nähe der Lötnaht [165]. Für die Messung wurden dieselben Messgeräte und Einstellungen wie in Kapitel 4 verwendet.

In Abbildung 5.6 sind die Querschliffe der punktgeschweißten Kontaktierung eines Nickeldrahtes auf dem Stahl 115CrV3 (a) und dem Hartmetall K10 (b) zu sehen. Durch den Lichtbogen beim Kurzschluss schmilzt der Draht auf und wird an den Grundwerkstoff geschweißt. Durch den raschen Schweißprozess wird die Luft in der Schmelze aufgenommen und kann bei der Erstarrung nicht vollständig entweichen, so dass zahlreiche Poren im Schweißgut beider Proben zu erkennen sind. Im Hartmetall haben sich durch die thermische Belastung feine Mikrorisse senkrecht zur Oberfläche

ausgebildet, die in den Werkstoff hineinragen, allerdings noch nicht zu einem Versagen bzw. Herausbrechen des Werkstoffes führten. Das Schweißgut ist im Vergleich zum Drahtdurchmesser von 500  $\mu\text{m}$  durch die Tropfenbildung auf über 1 mm aufgeweitet, so dass eine hinreichende Kontaktierung für die elektrische Widerstandsmessung gewährleistet ist.

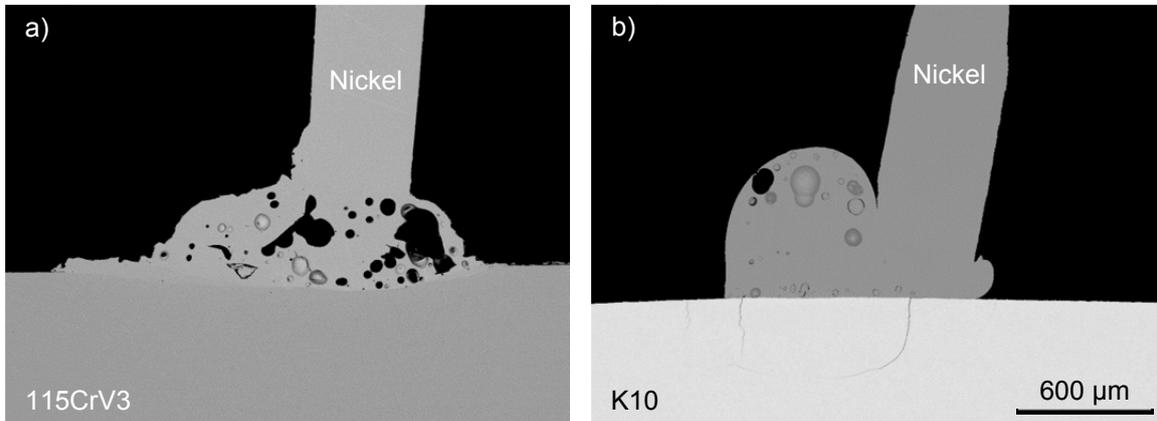


Abbildung 5.6: REM-Aufnahmen der punktgeschweißten Kontaktierung an 115CrV3 (a) und K10 (b)

### 5.2.1 Messwerte

Zur übersichtlichen Darstellung der elektrischen Widerstände wurden die Messwerte [165] jeweils für die Variation der Haltezeit und Prozesstemperatur getrennt. Das hieraus resultierende Ergebnis ist in Abbildung 5.7 für die Variation der Haltezeit zusammengefasst.

Aus Messwerten je Variationsstufe resultiert ein Mittelwert, der als Raute im Diagramm eingetragen ist. Die eingezeichneten Balken geben hierbei den Messwertbereich zwischen kleinsten und größten, nicht gemittelten Messwert je Variationsstufe an. Die gemessenen Widerstände im hier betrachteten Bereich liegen insgesamt in einem Bereich von 9,0 bis 14,5  $\mu\Omega$ . Die gemittelten Werte weisen mit Erhöhung der Haltezeit ein stetes Abnehmen von 13,7  $\mu\Omega$  bei einer Haltezeit von 1 s bis hin zu einem Widerstand von 10,0  $\mu\Omega$  bei 6 s auf, wobei bei einer Haltezeit von 2 s der Mittelwert von 10,6  $\mu\Omega$  leicht nach unten tendiert. Somit verbessert sich der elektrische Widerstand grundsätzlich mit steigender Haltezeit und gibt einen Hinweis darauf, dass die elektrische Leitfähigkeit durch die jeweils ausgebildete Fügeverbindung verbessert wird. Die Spannweite der Messwerte variiert je Variationsstufe zwischen 1,0  $\mu\Omega$  bei einer Haltezeit von 6 s und maximal 3,5  $\mu\Omega$  bei 4 s. Der Wider-

stand jeder gemessenen Seite weicht somit von den gemittelten Messwerten zum Teil deutlich ab.

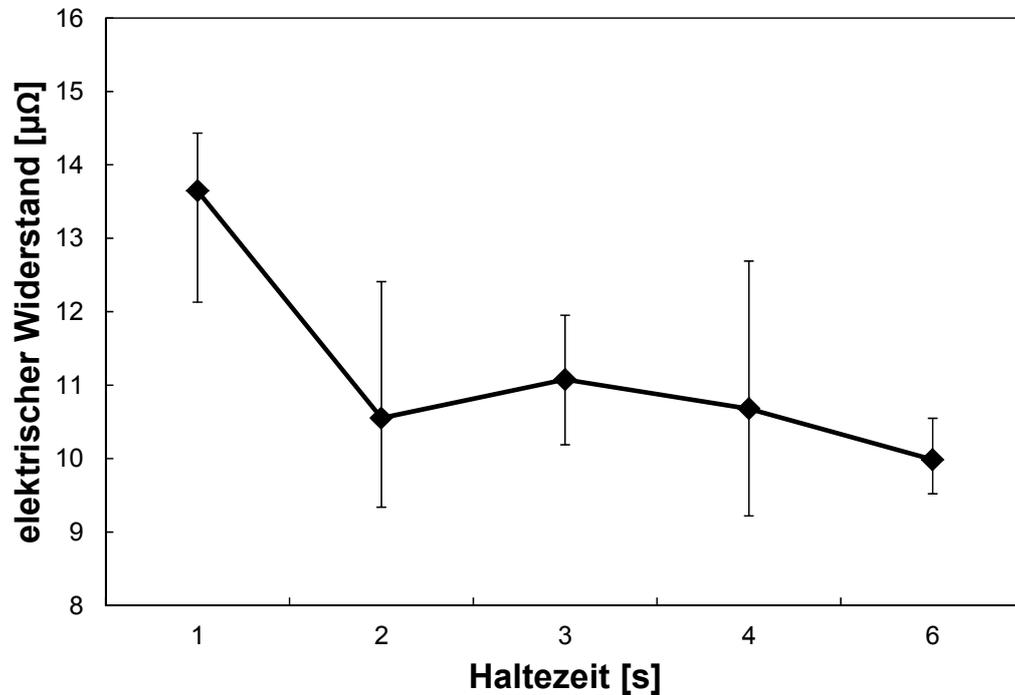


Abbildung 5.7: Abhängigkeit des elektrischen Widerstandes gegenüber der variierenden Haltezeit bei eine Prozesstemperatur von 800 °C

Zur direkten Vergleichbarkeit wurde in Abbildung 5.8 die gleiche Darstellungsform wie in der vorherigen Abbildung angewandt. Allerdings ist hier anstelle der Haltezeit die Prozesstemperatur von 740 °C bis 900 °C auf der Abszisse aufgetragen. Die Mittelwerte besitzen mit steigender Prozesstemperatur einen V-förmigen Verlauf. Bei einer Prozesstemperatur von 740 °C startet der Mittelwert bei einem Wert von 13,2 µΩ und fällt zunächst bis zu einem Wert von 9,8 µΩ bei einer Temperatur von 800 °C, ehe der Trend wieder auf 13,4 µΩ bei 900 °C ansteigt. Es tritt folglich zunächst eine Verbesserung der elektrischen Leitfähigkeit im Fügeverbund ein, die mit dem Abnehmen des Widerstandes durch Erhöhung der Haltezeit vergleichbar ist.

Bei 800 °C befindet sich ein Umkehrpunkt und die Leitfähigkeit der Fügeverbindung verschlechtert sich wieder. Die Spannweite der Messwerte je Variationsstufe beträgt zwischen 1,2 µΩ bei 740 °C und 4,7 µΩ bei 900 °C. Hierdurch zeigt sich, ebenso wie bei der Betrachtung der Spannweite in Abbildung 5.7, dass die Widerstände je gemessener Seite im Vergleich zum Mittelwert der jeweiligen Variationsstufe deutlich

voneinander unterscheiden. Die Bildung der arithmetischen Mittel je Variationsstufe visualisiert aber einen eindeutigen Trend über die variierten Parameter.

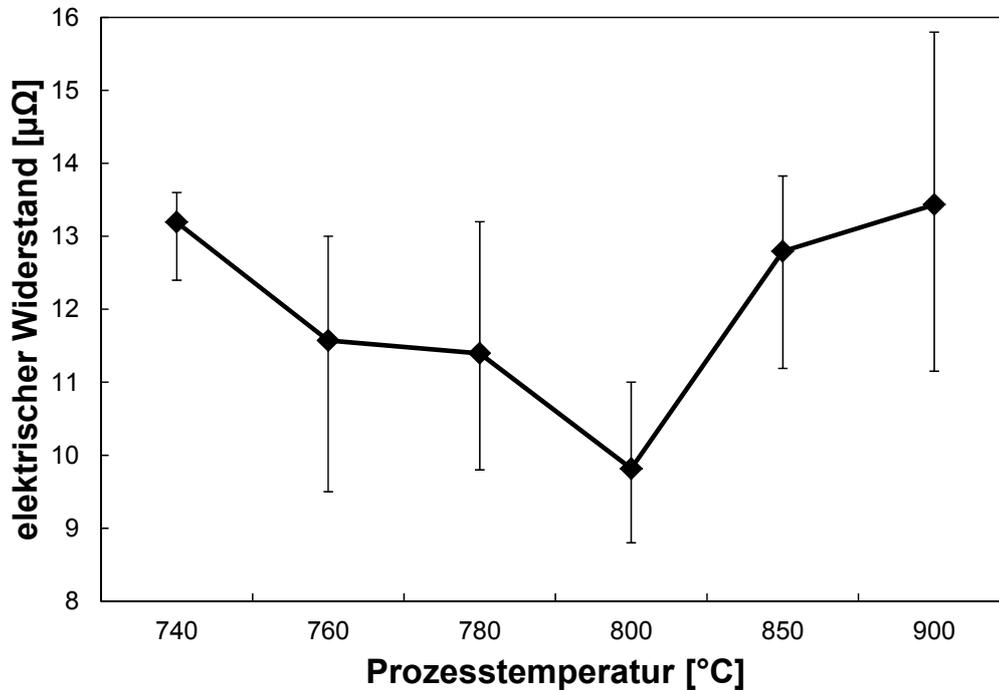


Abbildung 5.8: Abhängigkeit des elektrischen Widerstandes gegenüber der variierenden Prozess-temperatur bei einer Haltezeit von 3 s

### 5.2.2 Ergebnisdiskussion

Die elektrischen Widerstände aller Probekörper konnten durch Anwendung der 4-Leiter-Methode erfolgreich an allen Seiten gemessen werden, so dass eine Ergebnisdarstellung anhand der vorherigen Abbildungen möglich ist. Anhand der gemittelten Widerstandswerte über die Variationsstufen des Lötprozesses lassen sich klare Tendenzen erkennen. Während mit steigender Haltezeit der elektrische Widerstand stetig sinkt, weist die Erhöhung der Prozesstemperatur einen ausgeprägten V-förmigen Verlauf auf. Dieser V-förmige Verlauf verlangt nach einer Erklärung. Es besteht die Möglichkeit, dass in Folge der hohen Prozesstemperatur im Vergleich zur angegebenen Arbeitstemperatur das flüssige Lot durch die entstehenden Diffusionsprozesse Phasen ausbildet, die einen deutlich höheren Widerstand erzeugen. Dies wird anhand weiterer Untersuchungen noch spezifiziert (siehe Abschnitt 5.6).

Die Standardabweichung der Messwerte je Variationsstufe belegen, wie sensibel die Messmethode bereits auf Änderungen der Ausgangsbedingungen reagiert. Für die Beurteilung der Verbundqualität ist daher die Anwendung weiterer Untersuchungsmethoden zwingend notwendig. Die Standardabweichung der einzelnen gemessenen Widerstände je Variationsstufe weist darauf hin, dass das Messverfahren in der gewählten Form nicht integral über den gesamten Lötverbund den Widerstand misst, sondern eine hohe laterale Auflösung für die jeweilige kontaktierte Seite besitzt. Diese oberflächennahe Sensibilität besitzt allerdings den klaren Vorteil, dass besonders solche Fehlstellen detektiert werden können, die einen signifikanten Einfluss auf den Spannungstensor bei einer anliegenden Belastung besitzen und somit die Festigkeit drastisch mindern. Diese hohe laterale Auflösung an der Oberfläche muss allerdings anhand der folgenden Untersuchungen ebenso belegt werden, in wie weit der Zustand des Lötgutes den elektrischen Widerstand beeinträchtigt hat. Hieraus ergibt sich aber der Vorteil, besonders kritische Stellen des Fügeverbundes mit einer hohen Genauigkeit durch die Methode zu prüfen.

Die Prozesstemperatur von 800 °C und bei einer Haltezeit von 3 s existiert in beiden Diagrammen von Abbildung 5.7 und Abbildung 5.8. Der Vergleich dieser Werte gibt einen Hinweis auf die Empfindlichkeit des angewandten Lötprozesses und wie bereits die kleinste Unregelmäßigkeiten in der Prozessführung zu Änderungen im Verbund führen, die einen solchen deutlichen Einfluss auf den elektrischen Widerstand haben. In wie weit diese Abweichungen die Festigkeit beeinträchtigen, dazu dienen die Untersuchungen in den folgenden Abschnitten.

Als Zwischenfazit bezüglich der gemessenen elektrischen Widerstandswerte an den Probekörpern lässt sich folgendes festhalten: Mit Hilfe des elektrischen Widerstandes lassen sich klare Tendenzen zwischen den Messwerten und den gewählten Prozessparametern herstellen. Die einzelnen Widerstandswerte je Seite weisen eine starke Streuung auf. Dies lässt sich darauf zurückführen, dass das Lötgut nicht homogen ausgebildet hat und muss in den folgenden Untersuchungen überprüft werden. Um die Potentiale der elektrischen Widerstandsmessung gegenüber der anderen Untersuchungsmethoden herauszustellen, werden die ermittelten Widerstandswerte in den folgenden Untersuchungen herangezogen.

### 5.3 Ultraschallprüfung

Als volumetrische Prüfmethode gestattet die zerstörungsfreie Ultraschallprüfung, Informationen über den Zustand der Fügeverbindung zu gewinnen. Bei dieser Untersuchung wurde auf die Ultraschallprüfung Tauchtechnik verwendet, da diese entscheidende Vorteile gegenüber einer Handprüfung hat. Sowohl ein fokussierender Prüfkopf als auch die präzise einzustellende Fokusebene und das maschinelle Positionieren des Prüfkopfes ermöglichen es, anhand von C-Scans die Beschaffenheit des flächigen Lötgutes auf Reflektoren bzw. Inhomogenitäten hin zu prüfen und zu bewerten.

#### 5.3.1 Aufbau

Zur Prüfung der Probekörper steht als Prüfgerät die Tauchtechnikanlage IRT Scanmaster LS-100 der Firma Vogt-Ultrasonics zur Verfügung. Das Tauchbecken bzw. der Scanbereich von 1.100 x 900 x 600 mm<sup>3</sup> ermöglicht große Bauteile oder wie in diesem Falle zahlreiche kleinere Probekörper in einem Scan zu prüfen. Der Prüfkopf wird hierbei maschinell über ein 6-Achsen-System verfahren und erlaubt eine mechanische Auflösung von unter 10 µm. Die Charakteristika des für die Untersuchung ausgewählten Ultraschallprüfkopfes ist in Tabelle 5.6 aufgeführt.

Tabelle 5.6: Daten des Ultraschallprüfkopfes V317 der Fa. Olympus [167]

<b>Prüfkopf</b>	<b>V317</b>
Prüffrequenz	20 MHz
Schwingerdurchmesser	6,35 mm
Fokusabstand in Wasser	25,4 mm
Fokusbereich	300 µm
Fokusart	Punktfokus

Vor der eigentlichen Prüfung der Proben muss die Methode auf die jeweilige Prüfaufgabe eingestellt werden. Hierzu sind zunächst die Schallgeschwindigkeiten der zu durchschallenden Grundwerkstoffe und vom Wasser zu bestimmen, wie sie in Tabelle 5.7 aufgeführt sind. Zur Messung der Schallgeschwindigkeit wurde die Schalllaufzeit in den einzelnen Medien auf einer bekannten Strecke gemessen und hieraus die Schallgeschwindigkeit berechnet. Bei den Grundwerkstoffen wurde jeweils eine ungelötete Probe verwendet und beim Wasser ein Abstand von 20 mm zwischen Prüfkopf und dem Beckenboden eingestellt.

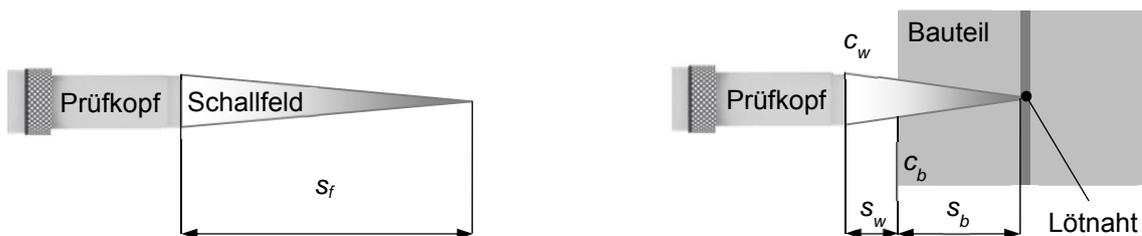
Tabelle 5.7: Ermittelte Schallgeschwindigkeiten  $c$  der durchschallten Medien

Medium	$c$ [km/s]
Stahl 115CrV3	5,90
Hartmetall K10	6,70
Wasser	1,48

Mit den Schallgeschwindigkeiten kann die Wasservorlaufstrecke  $s_w$  zwischen dem Prüfkopf und der Bauteiloberfläche anhand von Gleichung 5.1 berechnet werden [168], so dass der Fokuspunkt des Schallfeldes stets auf der Höhe des Lötgutes liegt und die angegebene Auflösung von 300  $\mu\text{m}$  erreicht. Die Abhängigkeit wird in der Skizze von Abbildung 5.9 zusätzlich erläutert.

$$s_w = s_f - s_b \left( \frac{c_b}{c_w} \right)$$

Gleichung 5.1

Abbildung 5.9: Erläuterung der Schallfeldlänge  $s_f$ , der Wasservorlaufstrecke  $s_w$  und der Strecke  $s_b$  bezüglich der Tiefe der Lötnaht im Bauteil

In der Gleichung wird das Verhältnis der Schallgeschwindigkeiten des zu durchschallenden Grundwerkstoffes  $c_b$  und vom Wasser  $c_w$  mit der zu durchschallenden Weglänge  $s_b$  (siehe Abbildung 5.2) im Grundwerkstoff multipliziert. Das Ergebnis wird dann von der charakteristischen Fokusslänge  $s_f$  des Prüfkopfes im Wasser, wie sie aus Tabelle 5.6 zu entnehmen ist, abgezogen. Da sich im Falle einer Durchschallung von der Stahlseite aus auf die Lötnaht ein negatives Ergebnis für  $s_w$  ergibt, müssen die Probekörper in einem Abstand von 7,4 mm von der Hartmetallseite aus geprüft werden.

### 5.3.2 Messwerte

Das Ergebnis der Ultraschallprüfung ist in Form eines C-Scans in Abbildung 5.10 wiedergegeben. Die Proben sind im Tauchbecken nebeneinander angeordnet, wobei in jeder Spalte die Proben mit den gleichen Parametern stehen. Zur Visualisierung der Amplitude wurde eine Farbskala gewählt, um die verschiedenen Amplituden der reflektierten Echos aus der Lötnaht besser zu unterscheiden.

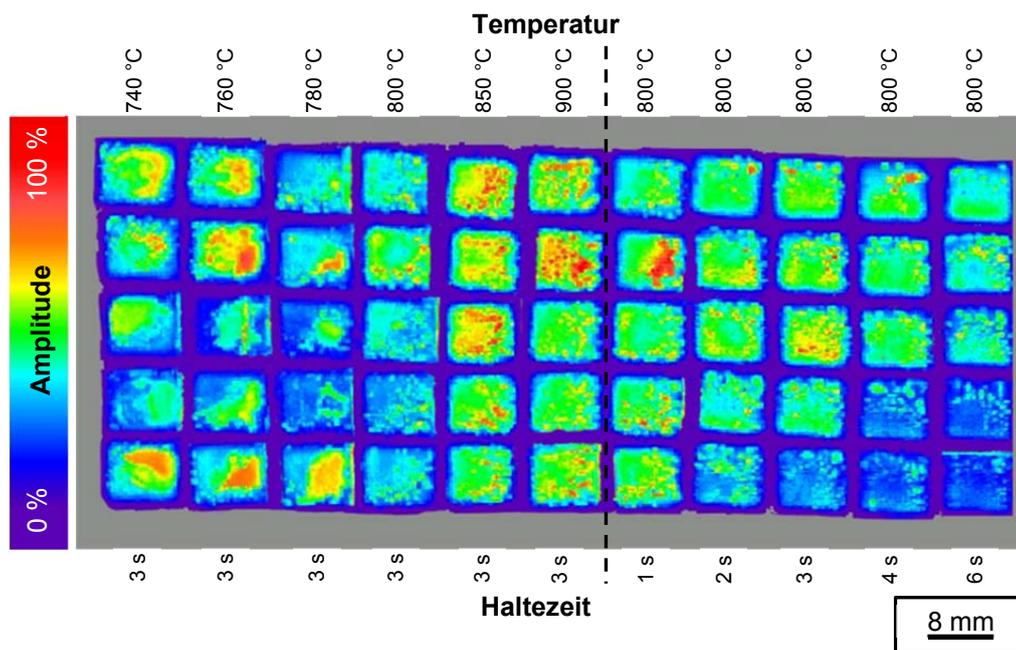


Abbildung 5.10: Ultraschall-Amplitudenbilder der gelöteten Parameterstudie, geordnet nach Temperatur und Haltezeit

In ihrer Gesamtheit weisen die gelöteten Proben ein hohes Spektrum an unterschiedlichen Amplituden auf. So reicht die Amplitude der Reflektion von knapp 10 bis 20 % (blau) bis hin zu 100 % (rot). Bei den Lötungen mit steigender Prozesstemperatur sind sowohl bei den Proben mit geringer Temperatur (740 °C) als auch bei hohen Temperaturen (900 °C) Reflektoren mit annähernd 100 % Signalamplitude zu sehen. Es fällt auf, dass im Temperaturbereich zwischen 740 bis 800 °C die Proben grundsätzlich eine niedrige Amplitude aufweisen und auf deren Fläche sich größere, teils kreisrunde Reflektoren mit einer Durchmesser bis hin zu knapp 7 mm, mit einer höheren Amplitude zwischen 50 und 100 % absetzen. Im Vergleich hierzu weisen die Proben in einem Temperaturbereich von 850 °C bis 900 °C eine durchschnittliche Amplitude von annähernd 50 % (grüner Bereich) auf, worauf sich die Reflektoren mit

einer Amplitude von bis zu 100 % absetzen, jedoch in ihrer Größe meist unterhalb von 1 mm liegen.

Die Proben mit variierender Haltezeit weisen ein ähnliches Ergebnis im Amplitudenspektrum auf. Hierbei ist auffällig, dass bei einer geringen Haltezeit von 1 bis 2 s die durchschnittliche Amplitude der gesamten Fügefläche zwischen 40 bis 50 % liegt und mit zunehmender Haltezeit zu kleineren Werten hin tendiert. So erreicht die Amplitude bei einer Haltezeit von 6 s einen durchschnittlichen Wert von 20 %, das in einem tiefblauen Bild der Lötnaht erkennbar ist.

Die Ergebnisse der Ultraschalluntersuchung zeigen ein hohes Spektrum an unterschiedlichen Amplituden auf, wodurch eine Beurteilung der Fügeverbundqualität erschwert wird. Zur Interpretation der Ultraschallergebnisse ist es daher notwendig, das Reflektionsverhalten der akustischen Impulse am Lötspalt näher zu betrachten. Hierauf wird im folgenden Abschnitt eingegangen.

### 5.3.3 Ergebnisdiskussion

Für das Verständnis der Ergebnisse der Ultraschalluntersuchung ist es erforderlich, die physikalischen Gegebenheiten an der zu prüfenden Grenzfläche eingehender zu betrachten. Die Ultraschallimpulse werden durch das Hartmetall zur Lötnaht geleitet. Für den Fall einer Lötnaht ohne Fehlstellen wie Lunker oder Risse wird die Ultraschallwelle an dieser 1. Grenzfläche zwischen Hartmetall und Lötgut nur teilweise reflektiert und stattdessen ins Lötgut transmittiert, siehe Abbildung 5.11.

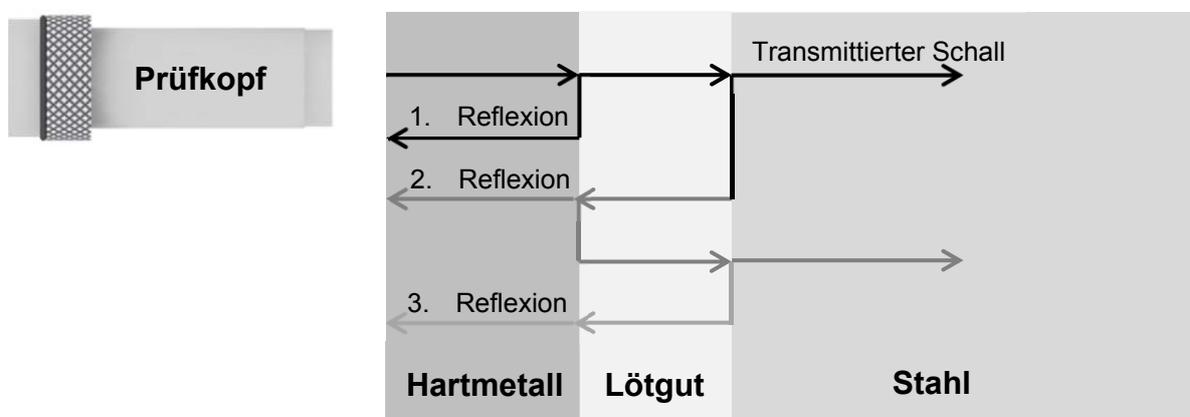


Abbildung 5.11: Mehrfachreflexionen am Lötspalt

An der 2. Grenzfläche zwischen Lötgut und Stahl reflektieren und transmittieren die Ultraschallwellen gleichfalls. Die reflektierten Wellen laufen zurück zur 1. Grenzfläche und können hier mit den eintreffenden Wellen interferieren, so dass es unter bestimmten Voraussetzungen zu Auslöschungen oder Verstärkungen der Wellen kommen kann. Um dieses Verhalten für den vorliegenden Fall zu beurteilen, muss zunächst die Wellenlänge der Ultraschallimpulse ermittelt werden. Die Wellenlänge  $\lambda$  setzt sich nach Gleichung 5.2 aus dem Verhältnis zwischen der Schallgeschwindigkeit  $c$  und der Prüffrequenz  $f$  zusammen.

$$\lambda = c \cdot f^{-1} \quad \text{Gleichung 5.2}$$

Für die verwendeten Fügepartner sind die Schallgeschwindigkeiten mit etwa 6,7 km/s bei Hartmetall und 5,9 km/s bei Stahl bekannt, siehe Tabelle 5.7. Die Schallgeschwindigkeit  $c$  des Lotwerkstoffes wird durch Gleichung 5.3 bestimmt, wobei der E-Modul  $E$  laut [169] 180 GPa und die Dichte  $\rho$  8,9 g/cm<sup>3</sup> [162] beträgt. Da für die Querkontraktionszahl  $\mu$  keine Daten vorliegen, wird diese näherungsweise für metallische Werkstoffe mit 0,35 angenommen. Damit ergibt sich für den Lotwerkstoff Ag 449 eine Schallgeschwindigkeit  $c$  von 5,7 km/s und ist damit annähernd so hoch wie die von dem Stahlwerkstoff.

$$c = \sqrt{\frac{E(1 - \mu)}{\rho(1 - \mu - 2\mu^2)}} \quad \text{Gleichung 5.3}$$

Mit diesen Daten lässt sich das Verhalten der Wellenlänge für die verschiedenen Werkstoffe in Abbildung 5.12 über die verwendete Prüffrequenz auftragen.

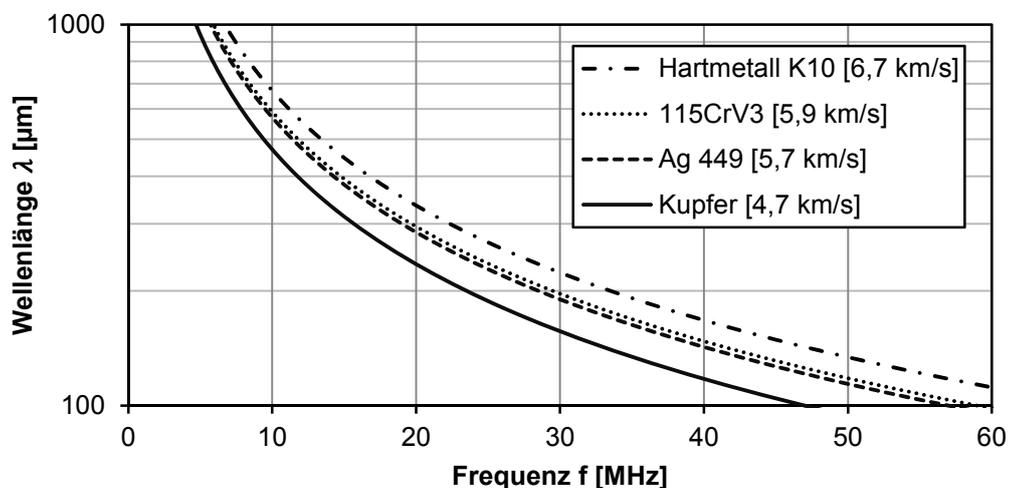


Abbildung 5.12: Abhängigkeit der Wellenlänge  $\lambda$  des Ultraschallimpulses zur Prüffrequenz  $f$  in verschiedenen Werkstoffen

Grundsätzlich haben die Ultraschallwellen in Werkstoffen mit einer niedrigen Schallgeschwindigkeit eine kleinere Wellenlänge und auch mit steigender Prüffrequenz wird die Wellenlänge geringer.

Bei der vorliegenden Ultraschalluntersuchung wurde eine Prüffrequenz von 20 MHz verwendet, so dass sich Wellenlänge von 335  $\mu\text{m}$  im Hartmetall, 285  $\mu\text{m}$  im Lötgut bzw. 295  $\mu\text{m}$  im Stahl ergibt. Wie aus der späteren metallographischen Untersuchung in Abschnitt 5.6.1 hervorgeht, liegen die Lötinähte in einem Bereich von 14 bis 300  $\mu\text{m}$ , je nach angewandten Lötparametern. In den meisten Fällen ist die Breite der Lötnaht daher kleiner als die Wellenlänge der Ultraschallimpulse, so dass Interferenzen an der 1. Grenzfläche zwischen Hartmetall und Lötgut auftreten. Um diese Interferenzen näherungsweise beurteilen zu können, lassen sich die Reflexionsfaktoren an Spalten mit Hilfe von Simulationsmodellen bestimmen. Hierzu erweiterten Krautkrämer in [128] die mathematischen Grundlagen von Bergmann [170] zum Verhalten der Schallwellen auf Körper mit mehreren Grenzflächen, wie es auch beim Lötspalt der Fall ist, und geben für den Reflexionsfaktor  $\psi$  die Gleichung 5.4 an.

$$\psi_{\text{Spalt}} = \sqrt{\frac{\frac{1}{4} \left(m - \frac{1}{m}\right)^2 \sin^2\left(\frac{2\pi d}{\lambda}\right)}{1 + \frac{1}{4} \left(m - \frac{1}{m}\right)^2 \sin^2\left(\frac{2\pi d}{\lambda}\right)}} \quad \text{Gleichung 5.4}$$

Hierbei steht  $m$  nach Gleichung 5.5 für das Verhältnis der werkstoffspezifischen Schallimpedanzen  $Z$ , die sich wiederum aus dem Produkt von Schallgeschwindigkeit  $c$  und Dichte  $\rho$  ergeben.

$$m = \frac{Z_1}{Z_2} = \frac{c_1 \cdot \rho_1}{c_2 \cdot \rho_2} \quad \text{Gleichung 5.5}$$

Mit Hilfe dieser Beschreibung lassen sich nun die Reflektionsfaktoren an der zu betrachtenden 1. Grenzfläche zwischen Hartmetall und Stahl näherungsweise beschreiben. Das Ergebnis dieser Kalkulation ist in Abbildung 5.13 für drei verschiedene Prüffrequenzen dargestellt.

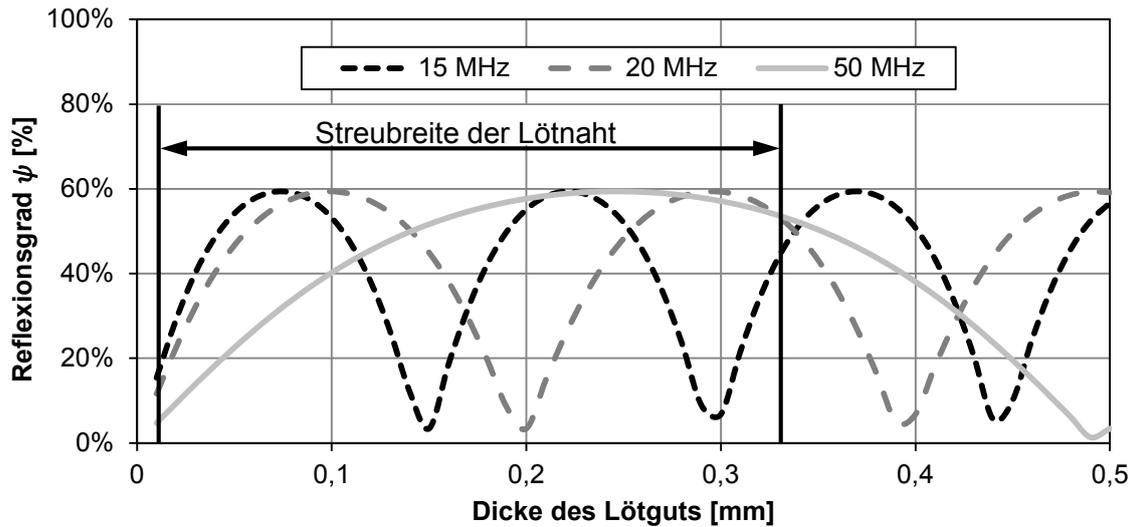


Abbildung 5.13: Reflexionsgrad  $\psi$  bei variierender Dicke des Lötgutes an der Grenzfläche Hartmetall zum Lotwerkstoff Ag 449 für unterschiedliche Prüffrequenzen

Je nach Prüffrequenz treten bei verschiedenen Dicken des Lötgutes sowohl Auslöschungen ( $\psi = 0$ ) als auch Verstärkungen auf, so dass der Reflexionsgrad der 1. Grenzfläche zwischen knapp über 0 % und 60 % variiert. Das Verhältnis der akustischen Impedanzen  $m$  liegt im betrachteten Fall bei knapp 2 und erklärt, dass der Reflektionsfaktor einen Wert von 60% nicht überschreitet. Bei identischen Impedanzen bzw.  $m = 1$  wäre der Reflektionsfaktor über den gesamten Bereich 0, während bei einer größer werdenden Abweichung von 1 der maximale Reflexionsgrad stetig ansteigt. Bei der verwendeten Prüffrequenz von 20 MHz liegen im Intervall der Lötnaht Dicke sowohl ein Minimum als auch zwei Maxima des Reflexionsgrades. Hierdurch wird der Ultraschall an der Lötnaht nur durch eine variierende Lötnahtdicke bereits so unterschiedlich stark reflektiert, dass die Interpretation der C-Scans in Abbildung 5.10 erschwert.

Um diese Abhängigkeit zwischen Prüffrequenz und Dicke der Lötnaht auch experimentell zu bestätigen, wurden zwei weitere Proben mit unterschiedlichen Lötspalten bei einer Prozesstemperatur von 800 °C und einer Haltezeit von 3 s gelötet und mit zwei verschiedenen Prüffrequenzen analysiert. Das Ergebnis dieser Untersuchung ist in Abbildung 5.14 zu sehen. Um auch den Einfluss von Benetzungsfehlern zu simulieren, wurde mit Hilfe von Lötstop die Hälfte der Stahloberfläche bestrichen.

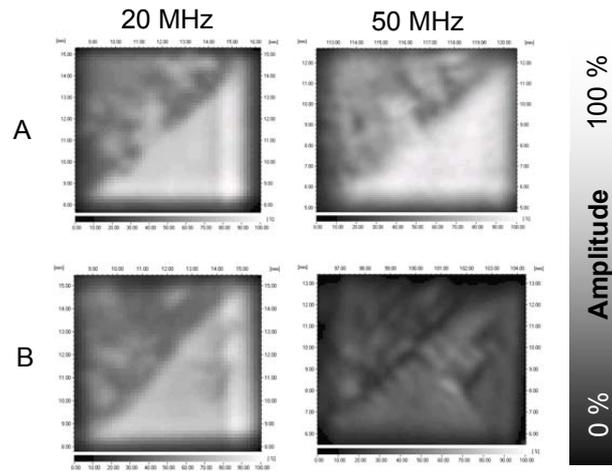


Abbildung 5.14: Reflexionsverhalten der Lötnaht bei variierender Breite des Lötgutes und unterschiedlicher Prüffrequenz

Die beiden Proben wurden nebeneinander mit den gleichen Einstellungen für beide Prüffrequenzen untersucht, so dass Unterschiede in Folge von systembedingten Messschwankungen ausgeschlossen werden können. Während die beiden Proben bei einer Prüffrequenz von 20 MHz sowohl im Lot als auch an der eingebrachten Fehlstelle eine ähnliche Amplitude aufweisen, ist bei einer Prüffrequenz von 50 MHz ein deutlicher Unterschied zwischen den beiden Proben zu erkennen. Mit Hilfe der Abbildung 5.13 lässt sich hierüber sogar die Dicke der Lötnaht bestimmen. Bei Probe A ergeben beide Prüffrequenzen die gleiche Intensität, so dass die Dicke der Lötnaht bei knapp  $150\ \mu\text{m}$  liegt. Bei der Probe B ist die Intensität der Lötnaht bei 20 MHz deutlich stärker als bei 50 MHz, so dass nach Abbildung 5.13 nur der Bereich mit einer Lötnahtdicke kleiner als  $150\ \mu\text{m}$  dem Ergebnis der Ultraschalluntersuchung zugeordnet werden kann. Da bei der Probe B und einer Prüffrequenz von 50 MHz auch der Bereich, der mit Lötstop bestrichen wurde, eine niedrigere Amplitude aufweist als bei 20 MHz, kann hierrüber interpretiert werden, dass diese eingebrachte Fehlstelle nicht direkt auf der Grenzfläche zwischen Hartmetall und Lötgut liegt, sondern das Hartmetall noch vom Lot benetzt wurde, hierzu sei auch ein Verweis zu Abbildung 5.19 gemacht. Andernfalls hätte der Reflektor an dieser Grenzfläche eine deutlich höhere Amplitude erreicht.

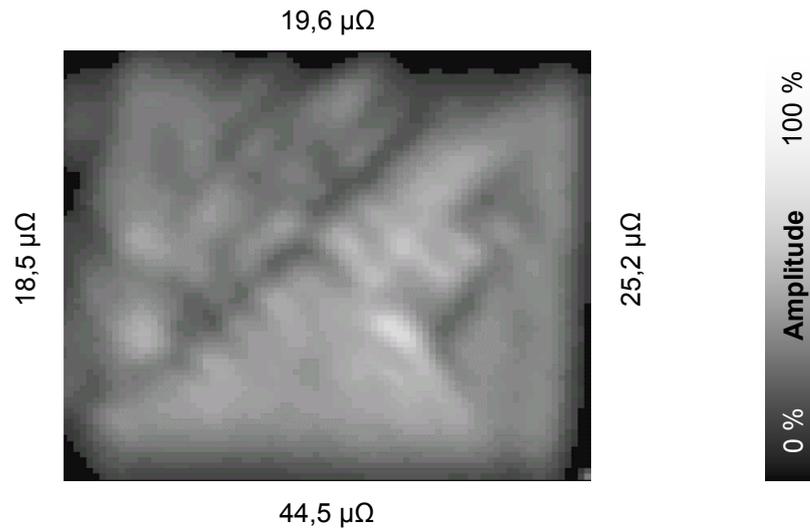


Abbildung 5.15: Exemplarische Gegenüberstellung der elektrischen Widerstände je Probenseite mit dem C-Scan der Ultraschallprüfung von Probe B

In Abbildung 5.15 sind exemplarisch die elektrischen Widerstände der einzelnen Seiten dem C-Scan der Probe B gegenübergestellt. Der Widerstand auf der unteren Seite mit dem eingebrachten Benetzungsfehler hat mit  $44,5 \mu\Omega$  einen deutlich höheren Wert, der bei den restlichen analytischen Proben nicht erreicht wird. An der rechten Seite ist im C-Scan in Teilbereichen der Lötnaht ein deutlicher Abfall der Amplitude zu erkennen und der Widerstand ist mit  $25,2 \mu\Omega$  auch deutlich niedriger als im unteren Teilbereich. Dies deutet darauf hin, dass hier der Lötstop während des Lötprozesses eine Benetzung nicht vollständig verhindert hat. Die Widerstände an den verbleibenden Seiten sind zwar mit  $18,5$  bzw.  $19,6 \mu\Omega$  geringer, aber die Höhe der Werte übertrifft immer noch die Messwerte der anderen Proben (vgl. Abschnitt 5.2.1). Dies lässt sich dahingehend interpretieren, dass das verwendete Messverfahren bei der vorliegenden Probengeometrie nicht nur oberflächennah, sondern auch eine Information über den Zustand innerhalb der Lötnaht wiedergibt.

Somit erlaubt die Ultraschallprüfung in Tauchtechnik eine flächenhafte Analyse der gelöteten Fügeverbunde zwischen Hartmetall und Stahl. Die Auflösung dieses zerstörungsfreien Prüfverfahrens hängt maßgeblich von der Prüffrequenz und des Fokusdurchmessers des verwendeten Prüfkopfes ab. Wie die Ergebnisse belegen, sollte für die Prüfung eine möglichst hohe Prüffrequenz verwendet werden, um eine kurze Wellenlänge des Ultraschallimpulses zu erhalten und Interferenzen an der Grenzfläche der Lötnaht zu minimieren. Die Höhe der Prüffrequenz wird allerdings

durch die Länge des Schallwegs bis zur Lötnaht behindert, da höhere Frequenzen zu einer deutlich höheren Absorption im Werkstoff neigen. Weiterhin belegen die Ergebnisse, dass eine Abschätzung der Lötnahtdicke mit Hilfe einer Mehrfrequenzprüfung durchführbar ist, wenn die akustischen Eigenschaften der verwendeten Werkstoffe bekannt sind.

#### 5.4 Durchstrahlungsprüfung

Die Durchstrahlungsprüfung gehört neben der Ultraschallprüfung zu den etablierten zerstörungsfreien Prüfmethode zur volumetrischen Werkstoffanalyse. Dieser Abschnitt präsentiert die erzielten Ergebnisse, um sie auch in den Kontext der elektrischen Widerstandsmessung und der Ultraschallprüfung zu setzen.

##### 5.4.1 Aufbau

Für die röntgenographischen Untersuchungen wurde der Computertomograph v|tome|x L 300 der Firma GE Measurement & Control verwendet. Als Strahlungsquelle diente für die Untersuchung eine Wolframanode, die mit 240 kV und 50  $\mu$ A angeregt wurde. Zur Aufhärtung der Strahlung bzw. um die weiche Röntgenstrahlung herauszufiltern, wurden am Austrittsfenster der Strahlenquelle zwei Vorfilter aus Zinn mit einer Dicke von 450  $\mu$ m und Kupfer mit einer Dicke von 500  $\mu$ m platziert. Der verwendete Messaufbau ist in Abbildung 5.16 skizziert.

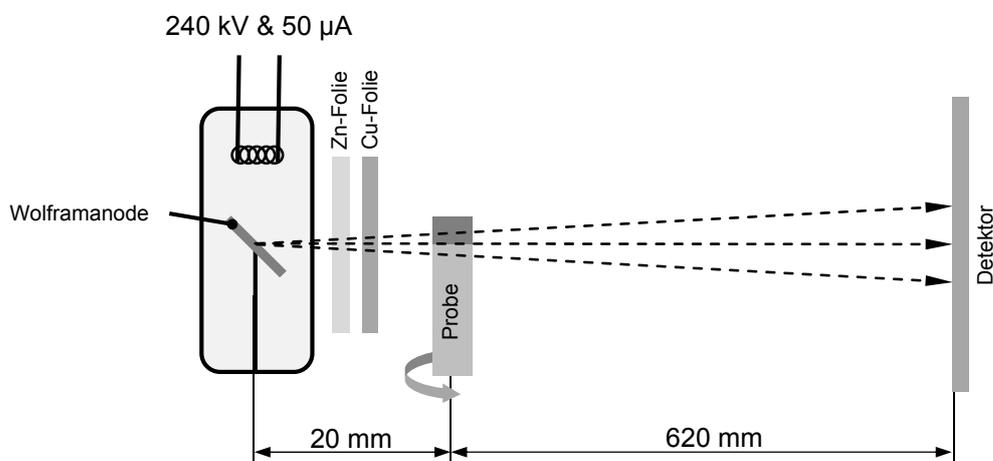


Abbildung 5.16: Messaufbau zur Durchstrahlungsprüfung

Die Probekörper wurden auf einem Drehtisch so im Strahlengang positioniert, dass der Röntgenstrahl möglichst parallel zur Lötnahtebene die Probe durchstrahlt und den dahinter befindlichen Detektor belichtet. Dies war insbesondere wegen dem Hartmetall notwendig, da das beinhaltende Wolfram nahezu sämtliche Röntgenstrahlung absorbiert. So betrug der Abstand zwischen Probe und Strahlenquelle 20 mm und zum Detektor 620 mm. Durch diesen Aufbau ergab sich eine 31-fache Vergrößerung der Probekörper. Der Detektor hat eine Auflösung von 2.048 x 2.048 Pixeln mit einer Wiederholrate von 30 Bildern pro Sekunde. Für die Computertomographie wurde die Probe um 360° rotiert und dabei alle 0,25° eine Durchstrahlungsaufnahme gemacht. Ein Algorithmus berechnet aus den resultierenden 1.440 Aufnahmen die 3D-Tomogramme, wobei eine Voxelgröße von 6,5 µm erreicht wurde. Für die Untersuchung wurden die Probekörper A und B ausgewählt, die auch in der Ultraschallprüfung betrachtet wurden. Diese Probekörper weisen einen großflächigen Benetzungsfehler auf (siehe Abbildung 5.14), der beim Löten mittels Lötstop erzeugt wurde.

### 5.4.2 Messwerte

Die schnellste und einfachste Anwendungsmöglichkeit der Röntgenprüfung ist die Analyse von einzelnen Durchstrahlungsbildern. In Abbildung 5.17 sind exemplarisch die Durchstrahlungsbilder der Probe A von allen 4 Seiten zu sehen.

Das Hartmetall befindet sich in den Aufnahmen in der oberen Bildhälfte und weist eine nahezu vollständige Schwarzfärbung auf. Der Stahl und auch das Lot besitzen einen deutlich davon abweichenden Grauwert. Beim Lot sind insbesondere die an der Oberfläche erstarrten Löttropfen zu erkennen, da hier die Röntgenstrahlung durch die deutlich längere Wegstrecke im Werkstoff stärker absorbiert wird, als an Stellen an denen sich keine Tropfen gebildet haben. Weiterhin lässt sich erkennen, dass das Hartmetall nicht exakt zentrisch auf dem Schaft aufgelötet wurde und insbesondere bei der 180° Aufnahme ein deutlicher Konturversatz im rechten Bildteil von knapp 300 µm zu erkennen ist. Anhand der Durchstrahlungsbilder lässt sich allerdings nur schwer feststellen, ob sich im Lötgut Benetzungsfehler befinden. Das Lötgut ist in der Aufnahme schwierig zu identifizieren und weder Porosität noch der großflächige Benetzungsfehler lassen sich einwandfrei erkennen. Erschwerend kommt bei der Auswertung der Durchstrahlungsbilder hinzu, dass das leicht schräg aufliegende

Hartmetall die Lötnaht teilweise verdeckt, wodurch die Interpretation zusätzlich erschwert wird. Um aus den Durchstrahlungsaufnahmen der rotierten Proben einen höheren Informationsgehalt zu erreichen, wurden 3-dimensionale Tomogramme rekonstruiert, die im Folgenden anhand verschiedener Schnitte präsentiert werden.

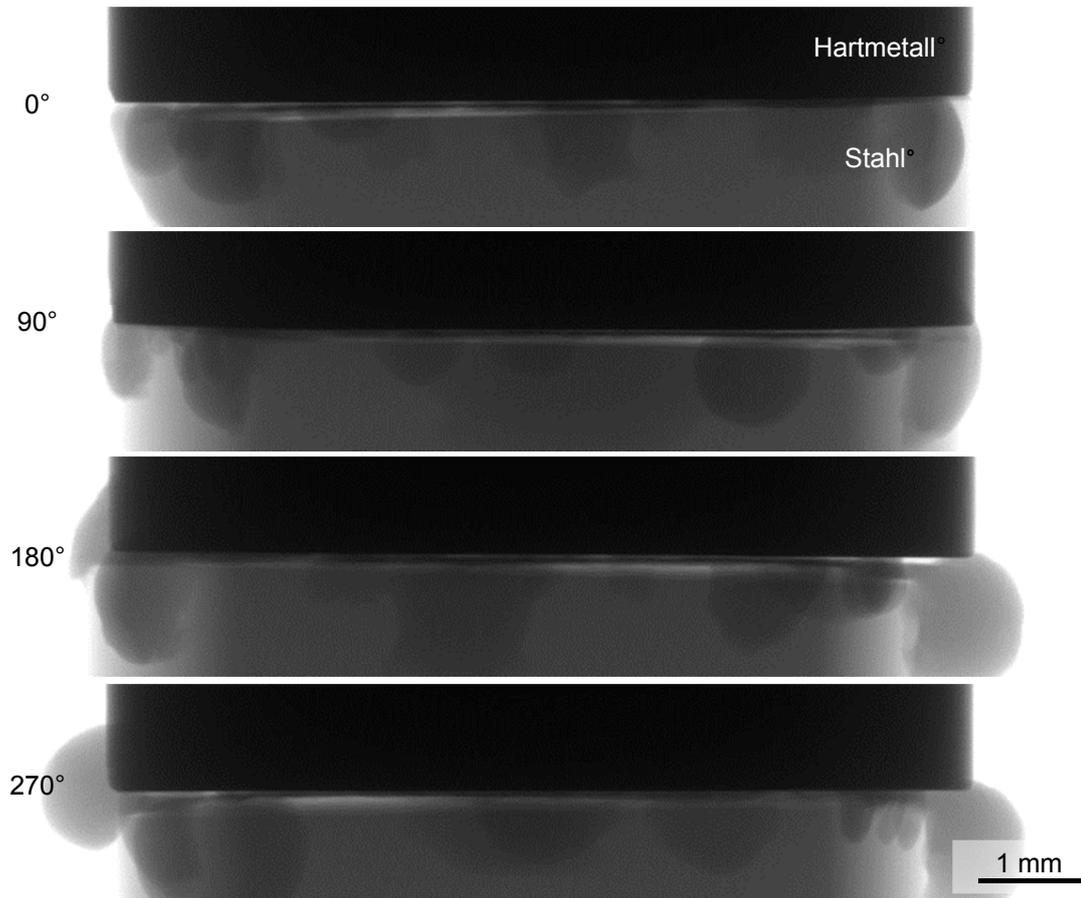


Abbildung 5.17: Durchstrahlungsaufnahmen aus 4 verschiedenen Winkeln von Probekörper A

In Abbildung 5.18 sind vier Schnitte senkrecht durch die Lötnaht zu sehen und haben den visuellen Charakter lichtmikroskopischer Aufnahmen an Querschliffen. Insgesamt standen 1.700 Schnitte zur Verfügung, von denen exemplarisch vier zur Auswertung herangezogen wurden. Der erste Schnitt bei 0 mm und der letzte Schnitt bei 8 mm sind hierbei nahe der Oberfläche des Probekörpers A platziert, während die anderen beiden Schnitte aus dem Inneren extrahiert wurden. Das Tomogramm wurde bezüglich des Hartmetalls ausgerichtet, so dass durch den Versatz der Stahlkörper schräg abgebildet ist. Das Volumen konnte auf dem geringen Informationsgehalt der Durchstrahlungsbilder nicht exakt rekonstruiert werden, so dass

besonders im Randbereich außerhalb des Hartmetalls sehr starke Artefakte auftreten und auch im Inneren des Hartmetalls ein sehr starkes Rauschen überlagert ist. So ist das Hartmetall nahezu schwarz dargestellt, während der Stahl in hellgrau erscheint. Da das im Lot enthaltene Silber und Kupfer eine höhere Ordnungszahl besitzt als Eisen und somit auch die Röntgenstrahlung stärker absorbiert, ist das Lot auch dunkler dargestellt. Im Vergleich zu den Durchstrahlungsbildern lässt sich in den geschnittenen Bildern das Lötgut deutlich besser erkennen. Fehlender Lotwerkstoff ist in diesem Bereich durch die weißen Bereiche sichtbar.

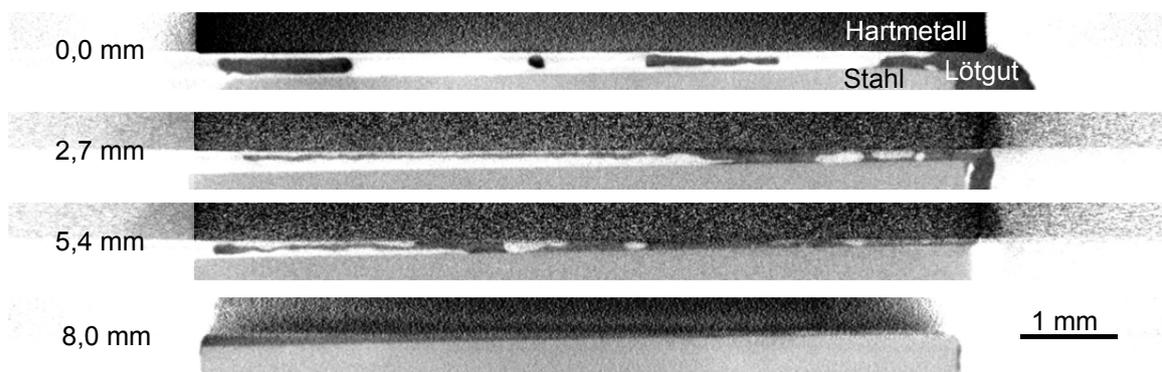


Abbildung 5.18: Senkrechte Tomographieschnitte durch den Probekörper A in verschiedenen Abständen von der ersten Oberfläche (0 mm) zur Rückwand (8 mm) {99}

So weist Probe A in der Schnittebene bei 0 mm nur eine geringe Benetzungsfläche in Folge des Lötstops auf und es hat sich an der rechten Seite außerhalb der Lötnaht ein etwa 1 mm großer Löttropfen gebildet. Bei Schnittebene 2,7 mm hat sich auf der rechten Seite der vom Lot benetzte Bereich deutlich vergrößert. Es lassen sich im Vergleich zu den Durchstrahlungsaufnahmen drei nebeneinander liegende Poren, zwei mit einer Länge von etwa 400  $\mu\text{m}$  und eine 100  $\mu\text{m}$  lang, unterscheiden. Von der Mitte bis zum linken Rand der Probe befindet sich ein schmaler Lotstreifen nahe dem Hartmetall. Dieser Streifen weist einen filigranen weißen Spalt auf, so dass es sich hierbei nicht um ein Artefakt handeln kann. Der Befund lässt darauf schließen, dass während des Lötens das Hartmetall hier vom flüssigen Lot benetzt wurde, sich der schmale Streifen allerdings beim Abkühlen wieder in Folge der thermischen Eigenspannungen bzw. Schrumpfung gelöst hat. In einem tiefer liegenden Schnitt bei 5,4 mm sind die zuvor identifizierten Poren verschwunden, wohingegen weitere

Poren auftreten. Der Lötspalt schließt sich zur linken Seite hin kontinuierlich, bis er an der Oberfläche bei 8 mm vollständig mit Lötgut gefüllt ist.

In Abbildung 5.19 erfolgt die Darstellung der Tomographieschnitte senkrecht durch die Lötnaht für Probe B in gleicher Weise, wie sie in Abbildung 5.18 für die Probe A vorgenommen wurde. Dieses Tomogramm ist ebenfalls am Hartmetall ausgerichtet, so dass die Ebene des Stahls in Folge des Versatzes schräg liegt. Dazwischen befindet sich das Lötgut. Die Schnitte bei 0,0 mm und 8,0 mm liegen auf dem Rand des Probekörpers. Beim Schnitt von 0,0 mm ist der Lötspalt nahezu vollständig geschlossen. Im linken Bereich des Lötgutes lassen sich lediglich sehr kleine Poren an der Grenze des Auflösungsgebietes von  $6,5\ \mu\text{m}$  feststellen, während sich am rechten Randbereich eine engzulaufende und etwa  $250\ \mu\text{m}$  tiefer Spalt gebildet hat. Beim Schnitt in einer Tiefe von 2,7 mm hat sich dieser Spalt auf der rechten Seite bereits auf eine Länge von 2,8 mm aufgeweitet. Auch hier lässt sich eine schmale Schicht des Lötgutes nahe des Hartmetalls feststellen, dass sich während der Abkühlphase diese wieder abgelöst haben muss. Im mittleren Bereich des Lötgutes sind vier unterschiedlich große Poren zu erkennen. Bei dem Schnitt in einer Tiefe von 5,4 mm hat sich der Spalt bereits weit über die Hälfte des Querschnittes ausgebreitet und nur noch die letzten knapp 2 mm sind vom Lotwerkstoff benetzt worden. Der Schnitt bei 8,0 mm zeigt zuletzt die Lötnaht im Randbereich, in dem die Benetzung vollständig verhindert wurde. Es sind in diesem Schnitt bereits 5 einzelne erstarrte Lottropfen auf der Oberfläche des Probekörpers zu erkennen.

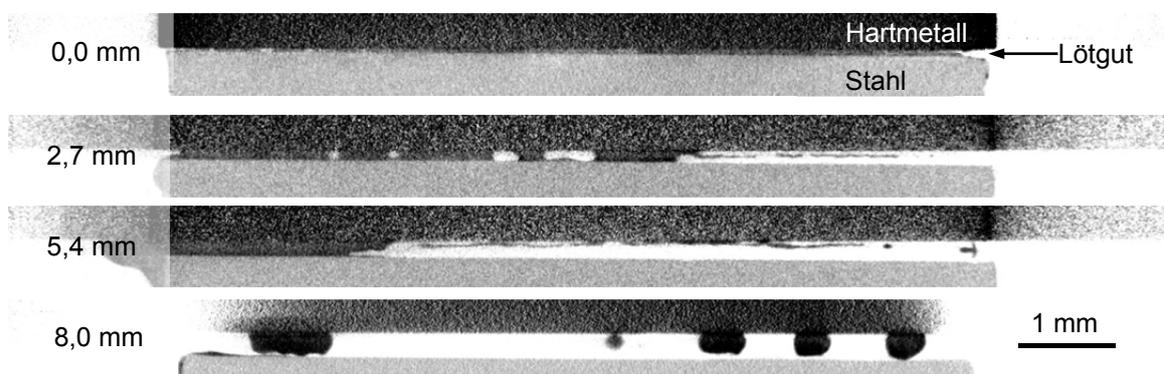


Abbildung 5.19: Senkrechte Tomographieschnitte durch den Probekörper B in verschiedenen Abständen von der ersten Oberfläche (0 mm) zur Rückwand (8 mm) {98}

Da jeder einzelne Schnitt nur ein kleiner Ausschnitt der Lötnaht repräsentiert, bietet sich Dank der 3-dimensionalen Rekonstruktion des Tomogrammes auch eine Schnittdarstellung in der Lötgutebene an, um die gesamte Fläche anhand einzelner Bilder zu beurteilen. Hierzu sind in Abbildung 5.20 die passenden Schnitte dargestellt in verschiedenen Ebenen dargestellt. Für diese Darstellungsweise standen insgesamt 50 Aufnahmen aus dem Bereich des Lötgutes und den angrenzenden Substratwerkstoffen zur Verfügung, von denen 5 Bilder ausgewählt wurden.

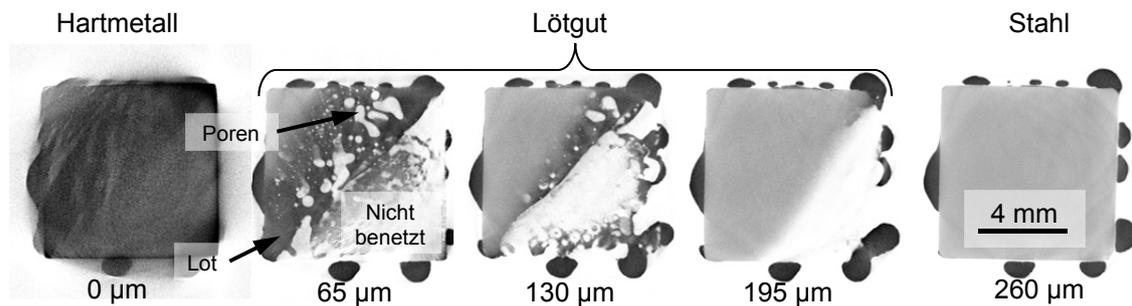


Abbildung 5.20: Tomographieschnitte in der Lötgutebene an Probe A

Die erste Schnittdarstellung beginnt an der Grenzfläche zwischen Hartmetall und Lötgut. Aufgrund des hohen Absorptionskoeffizienten des Hartmetalls für die Röntgenstrahlung ist dieser Werkstoff wieder dunkelgrau dargestellt und vorwiegend mit Artefakte der Rekonstruktion behaftet. Lediglich die Lötnaht selbst ist in dieser Schnittebene bereits schwach zu erkennen. Für den Bereich des Lötgutes sind drei Ebenen in einer Tiefe von jeweils 65, 130 und 195 µm zu sehen. Das Lötgut besitzt ebenfalls eine dunkelgraue Färbung. Es ist zu erkennen, dass das Lot nur in einer Hälfte die Fläche benetzt hat und sich innerhalb des Lotes zahlreiche Poren gebildet haben, wie sie auch vereinzelt in den seitlichen Ansichten von Abbildung 5.18 zu erkennen waren. Insbesondere bei der Aufnahme in einer Schnitttiefe von 65 µm lassen sich die Poren besonders gut erkennen. Neben zahlreichen kleinen Poren mit einer Größe von wenigen µm existieren im Inneren der Probe auf Hohlräume, die bereits eine Größe von 1 mm erreichen. Der Stahl besitzt einen deutlich helleren Grauwert und lässt sich in den Bildern gut vom Lötgut unterscheiden. Über die verschiedenen Tiefen der Aufnahmen kann auch der Versatz identifiziert werden. So ist der Lötspalt bei dieser Probe im links oberen Bereich am geringsten und vergrößert sich kontinuierlich hin zur rechts unten liegenden Ecke. Im Randbereich der

Probe lassen sich zahlreiche erstarrte Lötropfen erkennen, die auf verdrängtes Lot in Folge des applizierten Lötstops und dem in der Lötnaht befindlichen Flussmittels erklären.

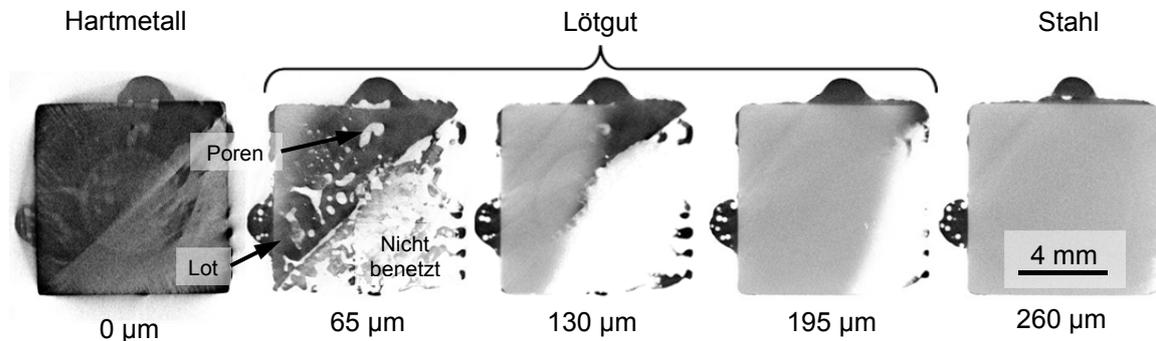


Abbildung 5.21: Tomographieschnitte in der Lötgutebene an Probe B

In gleicher Weise sind in Abbildung 5.21 die Schnitte in der Lötgutebene für die Probe B dargestellt. Auch hier sind im Bereich des Lotes zahlreiche Poren in der Schnittebene bei 65 µm zu erkennen, die in ihrer Größe von wenigen µm bis hin zu Hohlräumen mit einer Größe von 1 mm ragen. In dieser Schnittdarstellung lässt sich im Bereich des applizierten Lötstops, die bereits in Abbildung 5.19 zu sehende, dünne Schicht nahe dem Hartmetall wiederfinden. Diese Schicht besitzt, wie in der Schnittebene von 130 µm zu sehen ist, keinen Kontakt zur Oberfläche des Stahls. Der Versatz zwischen den beiden Substratwerkstoffen ist auch in dieser Auswertung zu erkennen, da der hellgrau dargestellte Stahl, die Ebene des Lötguts mit fortschreitender Schnitttiefe ersetzt.

### 5.4.3 Ergebnisdiskussion

Die röntgenographischen Durchstrahlungsbilder erlaubten nur eine vage Aussage über die Beschaffenheit der Lötnaht. Dies lag vor allem in dem fertigungsbedingten Versatz zwischen dem Hartmetall und dem Stahl, so dass das Hartmetall die Lötnaht stellenweise überdeckte. Aufgrund der hohen Dichte des Hartmetalls konnte daher in der Durchstrahlung kein zufriedenstellender Kontrast im Lötgut erreicht werden, um Poren und Hohlräume in der Fügeverbindung zu identifizieren. Erst durch die Erstellung eines Computertomogramms durch die 3-dimensionale Rekonstruktion des Probekörpers aus den einzelnen Durchstrahlungsbildern gelang es, das Lötgut

mit Hilfe dieser zerstörungsfreien Methode sichtbar zu machen. In den seitlichen Schnittansichten sind die Computertomogramme vergleichbar mit der lichtmikroskopischen Aufnahmen von Querschliffen, können allerdings nicht die gleiche Auflösung erreichen. Allerdings können sowohl Poren und größere Hohlräume wie auch die Benetzung des Lotes auf dem Hartmetall und dem Stahl festgestellt werden. Weiterhin erlauben die Tomogramme, die Schnitte parallel zur Lötgutebene zu platzieren. In dieser Ansicht sind die Aufnahmen mit denen der Ultraschallprüfung vergleichbar. Die Voxelgröße von  $6,5\ \mu\text{m}$  ermöglicht im Vergleich zu dem Fokussdurchmesser von  $300\ \mu\text{m}$  der hier angewandten Ultraschallprüfung eine um 46-fach verbesserte Auflösung. Anhand der Tomogramme ist es möglich, den Versatz zwischen dem Hartmetall und dem Stahl zu vermessen, wobei die Genauigkeit im Bereich der Voxelgröße liegt. Das resultierende Ergebnis ist für die Proben A und B in Abbildung 5.26 visualisiert. Die geringste Breite des Lötgutes beträgt bei beiden Proben  $52\ \mu\text{m}$  und befindet sich jeweils in der Ecke, die vollständig mit Lot ausgefüllt wurde. Der größte Spalt befindet sich hingegen bei beiden Proben in der Ecke, in der mit Lötstop die Benetzung verhindert wurde. Bei Probe A beträgt der größte Spalt laut der Computertomographieaufnahmen somit  $273,0\ \mu\text{m}$  und bei Probe B  $357,5\ \mu\text{m}$ .

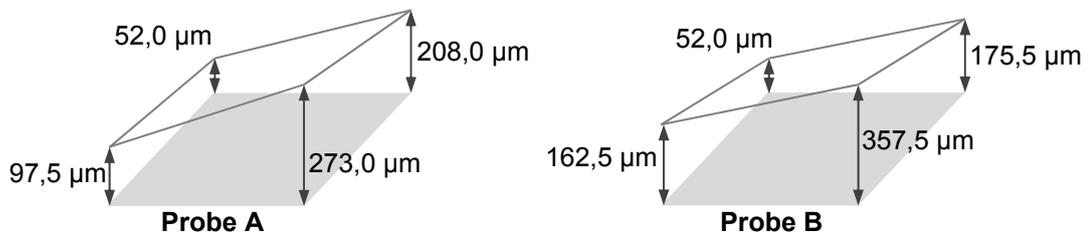


Abbildung 5.22: Aus den Tomographieaufnahmen ermittelte Lötgutbreite

In den Bereichen, die vom Lot benetzt wurden, haben sich hingegen maximale Spaltbreiten von  $97,5\ \mu\text{m}$  bis  $208,0\ \mu\text{m}$  bei Probe A und  $162,5\ \mu\text{m}$  bis  $175,5\ \mu\text{m}$  bei Probe B ausgebildet. Diese Messwerte sind vergleichbar mit den Ergebnissen der Lötspaltvermessung in Abschnitt 5.6.1. Die Computertomographie bietet hingegen die zerstörungsfreie 3-dimensionale Vermessung der Probe im Vergleich zur 2-dimensionalen Betrachtung am Querschliff. Bezüglich der elektrischen Widerstandsmessungen ergibt sich bei der Computertomographie ein vergleichbares Ergebnis wie

bei der zuvor getätigten Ultraschallprüfung in Abbildung 5.15. Allerdings besticht die CT-Aufnahme durch eine höhere Auflösung, siehe Abbildung 5.23.

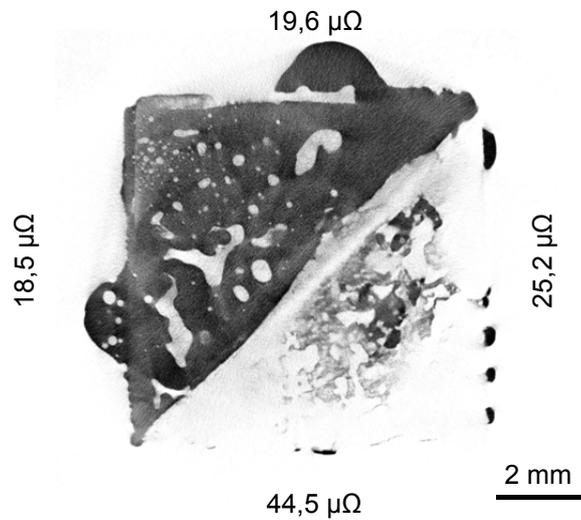


Abbildung 5.23: Gegenüberstellung der elektrischen Widerstände je Probenseite mit einem Schnitt durch das Tomogramm von Probe B

Die vom Lot benetzte Fläche hat einen deutlich geringeren elektrischen Widerstand von unter 20  $\mu\Omega$ , während im nicht benetzten Bereich der Widerstand zwischen 25,2  $\mu\Omega$  und 44,5  $\mu\Omega$  variiert. Für die im Lötgut befindlichen Hohlräume können somit die erhöhten Widerstandswerte in diesem Bereich zur Beurteilung herangezogen werden.

## 5.5 Mechanische Kennwerte und Fraktographie

In diesem Abschnitt werden die Untersuchung zu der Scherfestigkeit [165] wie auch die anschließende fraktographische Analyse präsentiert. Hierzu wurde der Schaft der Probe eingespannt und das Hartmetallplättchen mit Hilfe eines Stempels abgeschert. Hierbei wurde mit einer Kraftmessdose die maximale Kraft für die jeweilige Probe aufgenommen. Die Bruchflächen wurden für eine fraktographische Analyse anschließend unter einem Makroskop untersucht, um die gesamte Bruchfläche zu untersuchen.

### 5.5.1 Messwerte

In Abbildung 5.24 sind die Werte der Scherfestigkeitsuntersuchung für die Variation von der Haltezeit bei einer konstanten Prozesstemperatur von 800 °C dargestellt. Die Rauten geben hierbei die gemittelte Scherfestigkeit je Haltezeit an, während die Streuband die Breite zwischen minimalen und maximalen Messwert darstellen. Die Haltezeit wurde zwischen 1 s und 6 s variiert. Die Scherfestigkeit erreicht bei einer Haltezeit von 1 s einen durchschnittlichen Wert von 278 MPa und steigt kontinuierlich bis zu einem Maximum von 331 MPa bei einer Haltezeit von 3 s. Wird die Prozesstemperatur von 800 °C länger gehalten, sinkt die gemittelte Scherfestigkeit auf einen Wert von 287 MPa bei 4 s bzw. 303 MPa bei 6 s. Die Streuung der Werte lag je gewählter Haltezeit im Mittel bei 77 MPa, wobei die geringste Streubreite von 61 MPa bei einer Haltezeit von 4 s erreicht wurde.

So kann im hier betrachteten Lötssystem bei einer auf dem Hartmetallplättchen gemessenen Prozesstemperatur von 800 °C eine Haltezeit von 3 s als optimale Haltezeit angesehen werden, da eine Verlängerung zu keiner signifikanten Steigerung der Scherfestigkeit führt.

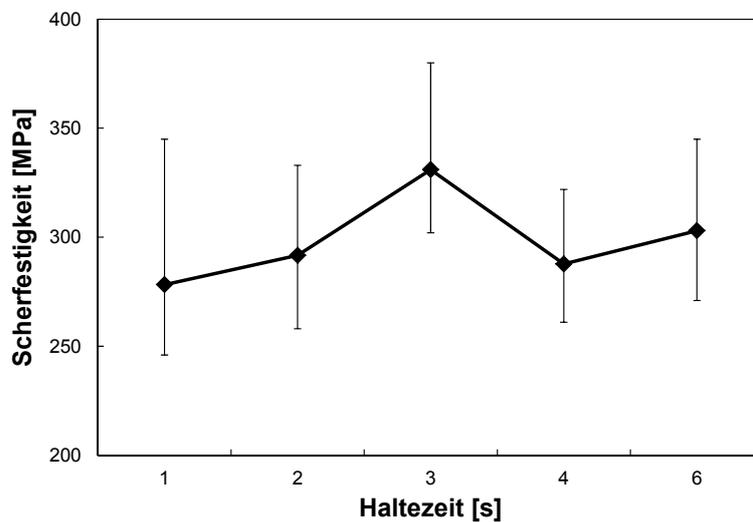


Abbildung 5.24: Scherfestigkeit in Abhängigkeit zu der Haltezeit bei einer konstanten Prozesstemperatur von 800 °C

In Abbildung 5.25 sind die Scherfestigkeiten unter Variation der Prozesstemperatur bei einer Haltezeit von 3 s aufgetragen. Auch hier geben in dem Diagramm die Rauten die gemittelte Scherfestigkeit über die jeweilige Variationsstufe an, während die

Balken den höchsten und niedrigsten Messwert aufzeigen. Beginnend bei einer Prozesstemperatur von 740 °C steigt die gemittelte Scherfestigkeit von knapp 150 MPa nahezu linear an und erreicht ihren Höchstwert von 282 MPa bei einer Prozesstemperatur von 850 °C, ehe die Scherfestigkeit bei einer Prozesstemperatur von 900 °C auf 266 MPa abfällt.

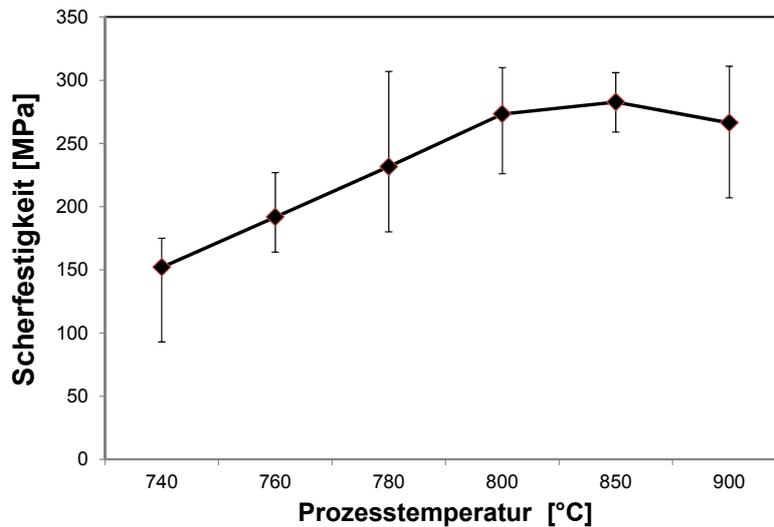


Abbildung 5.25: Scherfestigkeit in Abhängigkeit zur Prozesstemperatur bei einer Haltezeit von 3 s

In dieser Messreihe liegen die höchsten Messwerte für die Scherfestigkeit bei knapp über 300 MPa. Die Streuung der Mittelwerte liegt im Durchschnitt bei 85 MPa, wobei bei einer Prozesstemperatur von 850 °C die Streuung mit 47 MPa am geringsten ausfällt. Somit kann festgestellt werden, dass eine Prozesstemperatur zwischen 800 °C und 850 °C zu den besten Lötgergebnissen führt bei einer Haltezeit von 3 s.

Abschließend kann für diesen Abschnitt der Untersuchung festgestellt werden, dass die Prozesstemperatur einen deutlich höheren Einfluss auf die Scherfestigkeit besitzt als die Variation der Haltezeit. Das verwendete Lot Ag 449 besitzt laut Datenblatt (siehe Abschnitt 5.1.1) einen Schmelzbereich von 680 °C bis 705 °C und eine angegebene Arbeitstemperatur von 690 °C, in der eine Scherfestigkeit von 300 MPa erreicht werden soll. Von diesen Werten weichen die hier gemessenen Scherfestigkeiten auch bei einer gemessenen Prozesstemperatur von 740 °C ab und muss auf über 800 °C gesteigert werden, um die im Datenblatt angegebene Scherfestigkeit zu erreichen. Hierfür sind zwei Umstände verantwortlich. Zunächst erfolgte die

Temperaturmessung mittels Pyrometers an der Oberfläche des Hartmetalls, da eine exakte Temperaturmessung im Inneren der Lötnaht nur schwer zu realisieren ist. Dieser Umstand bedingt einen zu berücksichtigen Offset zwischen der gemessenen Temperatur und der in der Lötnaht vorliegenden Temperatur, weshalb die gemessene Temperatur auch als Prozesstemperatur bezeichnet wird. Weiterhin geschieht die induktive Erwärmung sehr schnell an der Oberfläche. Durch den Skin-Effekt wird die Energie jedoch nur nahe der Oberfläche in den Körper eingebracht und muss von hier in das Volumen vordringen. So kann bei Erreichen der Arbeitstemperatur im äußeren Bereich der Lötnaht noch keine homogene Erwärmung vorliegen, so dass das Lot nicht an allen Stellen aufgeschmolzen ist und somit nur eine kleine Benetzungsfläche vorliegt, die zu einer geringen Scherfestigkeit des Fügeverbund führt. Erst durch höhere Prozesstemperaturen und ausreichend lang gewählten Haltezeiten kann sichergestellt werden, dass auch im Inneren der Probe die Liquidustemperatur des Lotes erreicht wird. Interessant erscheint in diesem Zusammenhang auch die Beobachtung, dass mit weiter steigenden Prozesstemperaturen bzw. längeren Haltezeiten keine Verbesserung sondern eine Verschlechterung der Scherfestigkeit des Fügeverbundes in Folge von Überhitzungen des Lotes bewirken. Barrena, et al. konnten in ihren Studien ähnliche Verhalten bezüglich der Scherfestigkeit von Hartmetall-Lötungen an Stahl im Vakuum nachweisen. Längere Haltezeiten erzielten keine weitere Steigerung der Scherfestigkeit [171].

Zur Untersuchung dieses Zusammenhangs an den vorliegenden Messreihen wurden die abgescherten Proben im folgenden Abschnitt makroskopisch untersucht.

### **5.5.2 Makroskopische Untersuchung der Bruchfläche**

Die Betrachtung der losgelösten Scherfestigkeitswerte reicht nicht aus, um die Qualität bzw. die Zustände der Lötnahte zu bewerten. Das Ergebnis wird von zahlreichen Einflussfaktoren vom Lötgut sowie dem spröde brechenden Hartmetall bestimmt. Außerdem ist ein detaillierter Blick auf die Bruchfläche notwendig, um die Ausprägung der gemessenen Widerstandswerte besser mit den Resultaten der ermittelten Scherfestigkeit in Beziehung zu setzen. Daher wurden ergänzend makroskopische Analysen der Bruchflächen vorgenommen. Hierzu stand ein Makroskop mit der Bezeichnung M400 der Firma Leica/Wild zur Verfügung, mit dem die Bruchflächen in ihrer Gesamtheit genauer analysiert wurden. In Abbildung 5.26

sind hierzu eine Auswahl an typischen Bruchflächen über die Prozesstemperatur und der resultieren Scherfestigkeit aufgetragen. Die Haltezeit betrug bei allen hier dargestellten Proben 3 s und bei den abgebildeten Bruchflächen ist jeweils die Hartmetallseite zu sehen.

Bei einer Prozesstemperatur von 740 °C weist die gelötete Probe einen signifikanten kreisrunden Bereich in der Mitte auf (1), der vom Lot nur sehr spärlich benetzt wurde, so dass im zentralen Bereich sich kein vollständiges Lötgut vom Hartmetall bis zum Stahl ausbilden konnte. Hieran lässt sich der durch die induktive Erwärmung resultierende Skin-Effekt verdeutlichen. Die hohe Wechselstromfrequenz erzeugt Wirbelströme im Bauteil, die an den Rand bzw. die Oberfläche des Bauteils gedrückt werden. Hierdurch erwärmt sich lediglich die Oberfläche des Bauteils und eine Wärmeübertragung in den inneren Bereich der Lötnaht muss stattfinden.

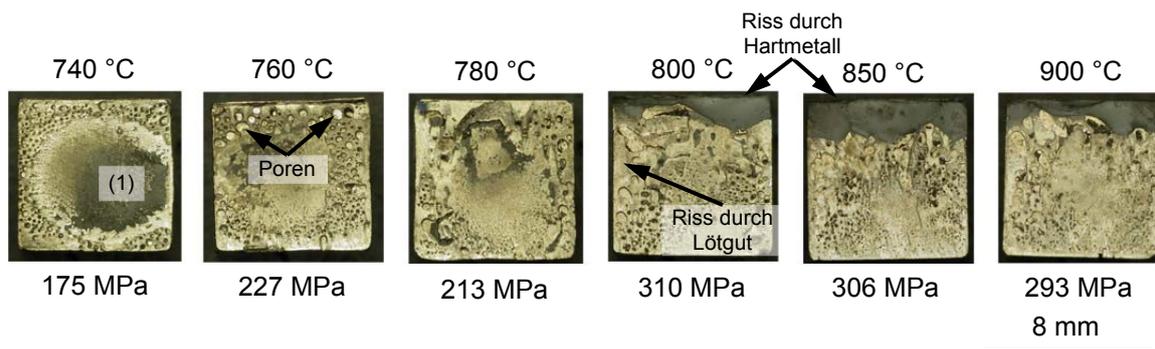


Abbildung 5.26 Makroskopische Analyse der Bruchproben bei einer konstanten Haltezeit von 3 s und Variation der Prozesstemperatur von 740 °C bis 900 °C mit erreichter Scherfestigkeit

Durch die geringe Energie, die in Folge der hier gewählten Prozessparameter in das Bauteil übertragen wird, kann die Wärmebehandlung jedoch nicht vollständig den Lotwerkstoff aufschmelzen. An den Rändern und den Ecken ist das offenliegende Lot in der makroskopischen Aufnahme hingegen in einem gelbgoldenen Farbton zu erkennen, wobei das Lot am rechten Rand das Hartmetall ebenfalls kaum benetzte. Zahlreiche kleine Poren durchsetzen das Lötgut im gesamten vorliegenden Bereich. Die Poren lassen sich auf das zum Einsatz gekommene Flussmittel zurückführen, dass im Verlauf des Lötprozesses zunächst vor dem Lot aufschmolz, die Oberfläche reinigte und vor einer weiteren Oxidation schützte, vom flüssigen Lotwerkstoff aufgenommen wurde, nicht vollständig ausgasen konnte und beim Erstarren des Lötgutes in diesem zwangsgelöst blieb. So lässt sich aus dem vorliegenden Befund die

mit 175 MPa resultierende niedrige Scherfestigkeit erklären, da die nur sehr geringe Benetzungsfläche wie auch die hohe vorhandene Porosität eine deutliche Schwächung des Verbundes verursachten. Durch das Erhöhen der Prozesstemperatur auf 760 °C und 780 °C war ein stärkeres Aufschmelzen des Lotwerkstoffes möglich, so dass sich die unbenetzte Fläche im zentralen Bereich des Lötgutes deutlich verringerte. Die Hartmetallfläche konnte allerdings noch nicht vollständig benetzt werden. Die Porosität sank in diesem Temperaturbereich kaum, wobei sich die im Bruchbild zu erkennenden Poren in ihrem Durchmesser vergrößerten. Folglich konnte durch diese Erhöhung der Prozesseinstellungen die Scherfestigkeit an diesen Lötungen bereits auf über 200 MPa erhöht werden. Die Vergrößerung der Poren lässt sich damit erklären, dass durch die erhöhte zur Verfügung stehende Energie bzw. höhere Prozesstemperatur das flüssige Lot eine niedrigere Viskosität besaß und länger flüssig war, so dass die Gasblasen des Flussmittels sich stärker vereinigen konnten. Ab einer Prozesstemperatur von 800 °C benetzt der Lotwerkstoff die Fügefläche vollständig. Weiterhin bestimmen zahlreiche Poren unterschiedlicher Größe das Erscheinungsbild der Bruchfläche. Mit einer ermittelten Scherfestigkeit von über 290 MPa fällt weiterhin auf, dass bei diesen Proben der Riss stets durch das Hartmetall verläuft. Das Lötgut besitzt somit ab diesen Prozesseinstellungen bereits eine ausreichende Festigkeit, dass die Wahrscheinlichkeit für ein Versagen des im Vergleich zum Lötgut und Stahl spröderen Hartmetalls signifikant angestiegen ist.

In Abbildung 5.27 sind die Bruchflächen der Lötungen dargestellt, bei denen Prozesstemperatur konstant auf 800 °C gehalten und die Haltezeit zwischen 1 und 6 s variiert wurde. Auch hier wird wieder die Bruchfläche des Hartmetalls betrachtet, wobei der Rissverlauf durch das Lot verlief.

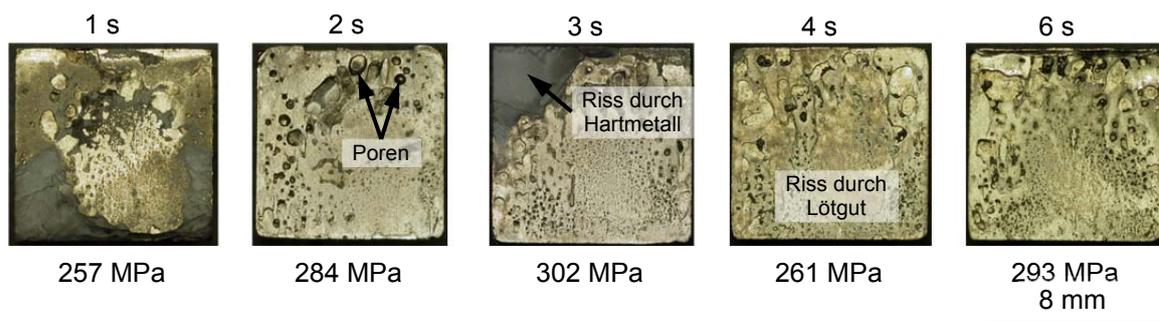


Abbildung 5.27 Makroskopische Analyse der Bruchproben bei einer konstanter Löttemperatur von 800 °C und Variation der Haltezeit von 1 s bis 6 s

Grundsätzlich weisen alle dargestellten Proben mit über 250 MPa eine höhere Scherfestigkeit auf als die in Abbildung 5.26, die mit Prozesstemperaturen unterhalb von 800 °C gelötet wurden. Bei einer Haltezeit von 1 s lassen sich im Inneren der Bruchfläche deutlich noch Bereiche erkennen, die nicht mit dem Lot benetzt wurden und wo das Bruchbild zeigte, dass hier das Lot zwar das Hartmetall benetzte, aber keine Verbindung zum Stahl bilden konnte. Eine stoffschlüssige Verbindung war lediglich über die äußeren Ränder vorhanden. Allerdings sind hier auch größere offenliegende Poren zu erkennen, die darauf hindeuten, dass in dem Randbereich das Flussmittel genügend Zeit zum Wirken sowie das flüssige Lot zum Benetzen hatte. Weiterhin weist die Bruchfläche im unteren Bereich einen Riss durch das Hartmetall auf, so dass hier die Festigkeit des Lötgutes höher als die des Hartmetalls war. Wenn die Haltezeit weiter erhöht wird, kann der Fügeprozess genügend thermische Energie bereitstellen, um im inneren Bereich der Naht das Lot aufzuschmelzen und eine stoffschlüssige Verbindung mit dem Stahl herzustellen. Die makroskopische Analyse lieferte den Befund, dass ab einer Haltezeit von 3 s der Lotwerkstoff die Fläche vollständig benetzt. Weiterhin ist auffällig, dass mit steigender Haltezeit die Poren deutlich an Größe zunehmen, so dass bei einer Betrachtung aller Bruchflächen bei einer Haltezeit von 6 s die größten Poren zu erkennen sind. Durch die höheren Haltezeiten ist das Lot länger flüssig, so dass die durch das Flussmittel verursachten Gasblasen sich vereinen. Die resultierenden größeren Poren führen somit zu einer Verringerung der Scherfestigkeit.

### **5.5.3 Ergebnisdiskussion**

Die Ergebnisse der Scherfestigkeitsuntersuchung weisen eine Abhängigkeit zwischen den Prozessparametern und der Qualität der Fügeverbindung auf. In diesem Abschnitt werden nun die Ergebnisse zwischen der Scherfestigkeitsuntersuchung und der elektrischen Widerstandsmessung verglichen, um die Aussagekraft der elektrischen Widerstandsmessung zu beurteilen.

In Abbildung 5.28 sind die gemittelten Werte sowohl der Scherfestigkeit als auch der elektrischen Widerstände für die Variation der Haltezeit aufgetragen. Grundsätzlich hat diese Untersuchungsreihe Scherfestigkeiten von mehr als 270 MPa geliefert, die nahe der im Datenblatt angegebenen Scherfestigkeitsbereich von 250-300 MPa liegen [162]. In diesem Zusammenhang sind auch die gemittelten elektrischen Widerstände

in ihrer Gesamtheit kleiner als  $12 \mu\Omega$  mit Ausnahme der Proben bei einer Haltezeit von 1 s, bei der sich im Mittel deutlich höhere Widerstände von  $13,6 \mu\Omega$  und auch die geringste Scherfestigkeit ergeben haben.

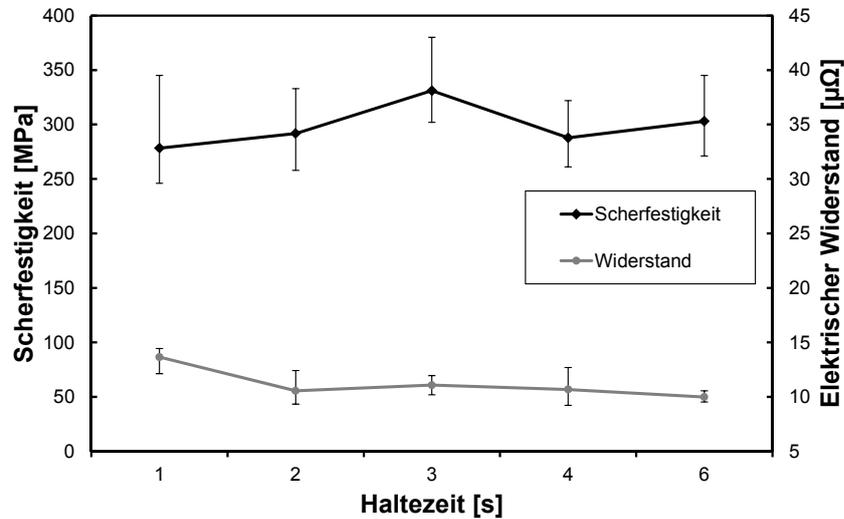


Abbildung 5.28 Gegenüberstellung der Scherfestigkeit und dem elektrischen Widerstand bei Variation der Haltezeit

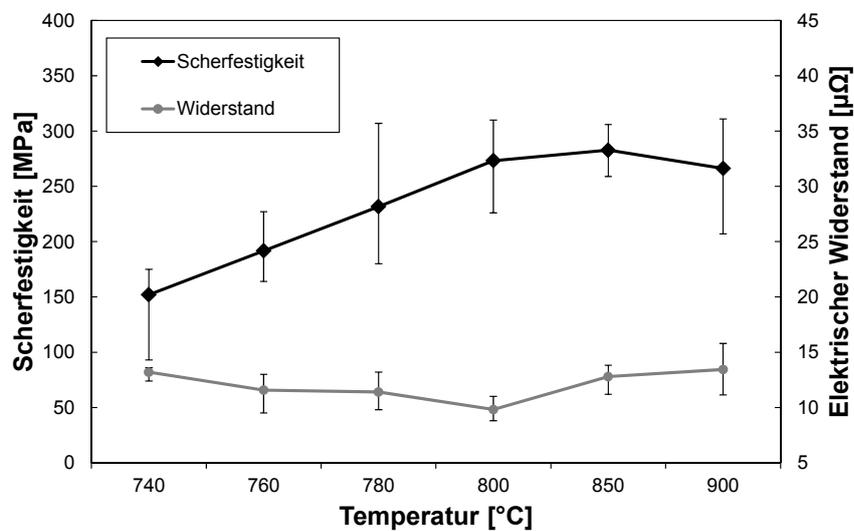


Abbildung 5.29 Vergleich der Scherfestigkeit mit dem elektrischen Widerstand bei Variation der Prozesstemperatur

In Abbildung 5.29 sind die gemittelten Messwerte für die Scherfestigkeit und dem elektrischen Widerstand bei Variation der Prozesstemperatur aufgetragen. Bei einer Prozesstemperatur von 740 °C bis 800 °C liegt ein klarer linearer Zusammenhang zwischen diesen beiden Messgrößen vor, so dass mit steigender Prozesstemperatur der elektrische Widerstand sinkt und die Scherfestigkeit ansteigt. Dieser Verlauf

stagniert bei den Prozesstemperaturen von 850 °C bzw. 900 °C. Hier verbleiben die gemittelten Scherfestigkeiten auf dem gleichen Niveau von knapp unter 300 MPa, jedoch steigen die gemittelten Widerstände signifikant auf Werte um die 13  $\mu\Omega$ . Dieser Effekt lässt die Hypothese zu, dass bei höheren Temperaturen im Lötgut Reaktionen stattfinden, die zwar keinen drastischen Einfluss auf die Scherfestigkeit haben, jedoch auf den elektrischen Widerstand.

Um die Ergebnisse dieser Untersuchung zu stützen, wurde im Rahmen des IGF-Forschungsprojektes 18469 N/1 u.a. die Messreihe wiederholt, wobei sich dieses signifikante Verhalten bezüglich der Scherfestigkeit und elektrischen Widerstände bestätigt hat. Daher lassen sich drei Hypothesen aufstellen, die dieses Verhalten erklären können:

1. Hypothese: Die Widerstandsmessung erfolgt sehr nah an der Oberfläche und dringt nicht sehr tief in das Volumen ein, so dass Defekte nah an der Oberfläche einen sehr hohen Einfluss auf die Widerstandsmessung haben.

Um die Ausprägung der Spannungspotenziale innerhalb der Probe bei der Widerstandsmessung zu analysieren und damit Rückschlüsse auf die Eindringtiefe der Messmethode zu ziehen, existieren keine physikalischen Untersuchungsmöglichkeiten, die dies in einem vertretbaren Aufwand zulassen. Daher werden zur Klärung dieses Sachverhaltes im Folgenden zunächst die Bruchbilder mit den gemessenen Widerstandswerten verglichen und zusätzlich in Abschnitt 5.7 die hier angewandte Widerstandsmessung anhand von FEM-Simulationen diskutiert.

2. Hypothese: Durch die hohe Prozesstemperatur sinkt die Viskosität des flüssigen Lotes. Die konstante Anpresskraft des Stempels, der das Hartmetallplättchen während des Lötvorganges positioniert, drückt das Lot aus dem Spalt heraus. Der kleinere Lötspalt lässt den spezifischen Widerstand der Grundwerkstoffe in den Vordergrund treten.

Durch die Verkleinerung des Lötspaltes kommt es bei einem konstanten Abstand der Kontaktierung der Spannungsmessung zu einem deutlichen Einfluss des Grundwerkstoffes bei der Messung, wie sie in Abschnitt 4.2 festgestellt wurden. Um zu berücksichtigen, in wie weit sich die Lötspalte verändern, wurden diese anhand von Querschliffen vermessen. Die Ergebnisse der Lötspaltvermessung werden hierzu in Abschnitt 5.6.1 diskutiert.

3. Hypothese: Durch den beim induktiven Löten vorherrschenden Skin-Effekt wird das Lot gerade im Randbereich überhitzt, wodurch die Löslichkeit der Legierungselemente in den Kristallsystemen erhöht und hierdurch der elektrische Widerstand steigt.

Den Einfluss des Skin-Effektes auf das Lötergebnis konnte bereits in den Bruchbildern von Abbildung 5.26 entnommen werden. Im Datenblatt des Lotes wird die Arbeitstemperatur mit 690 °C angegeben. Die Steigerung der Prozesstemperatur auf höhere Werte, um eine bessere Benetzung innerhalb der kurzen Lötzeiten zu gewährleisten, bedingt somit eine höhere thermische Belastung im Randbereich des Lotes. Die hierdurch verursachte höhere Diffusion kann zu Phasenbildungen führen, die die elektrischen Widerstandswerte erhöhen. Um dies zu überprüfen, wurde die in Abschnitt 5.6 stehende metallographische Untersuchung durchgeführt.

Zur Diskussion der 1. Hypothese werden zunächst die Bruchflächen der Proben mit den elektrischen Widerstandswerten im Zusammenhang mit den aufgenommenen Scherfestigkeiten anhand einzelner Probekörper verglichen. Es wird deutlich, dass der örtlichen Verteilung und Größe der im Fügeverbund durch das verursachende Flussmittel vorherrschenden Porosität und auch die erreichte Benetzungsfläche eine maßgebliche Rolle für die Festigkeit zu Grunde liegt. So belegt die Untersuchung, dass bei einer nahe am Ansatzpunkt des Scherwerkzeuges liegende Porosität zu einer deutlich geringeren Festigkeit des Fügeverbundes führt, obwohl der restliche Fügeverbund keine kritischen Fehlstellen aufwies. Zwar besitzen volumenhafte Fehlstellen wie Poren und Lunker mit kugelförmiger Ausprägung eine geringere Kerbwirkung als Risse [172], allerdings weisen sie immer noch eine höhere Kerbwirkung als ein porenfreier Fügeverbund und damit eine erhöhte Spannungsbelastung auf. Wünschenswert wären Fügeverbunde ohne jegliche Poren im Fügeverbund, dies lässt sich aber durch die Beschaffenheit des zur Anwendung kommenden Fügeprozesses durch eine induktive Erwärmung an Luft zum jetzigen Zeitpunkt nicht realisieren. Daher sind geeignete Maßnahmen zu treffen, um die Porosität einerseits zu minimieren, andererseits in Bereiche zu steuern, in denen sie im Belastungsfall weniger kritisch zu bewerten sind, um Fügeverbunde mit einer hohen Betriebsfestigkeit zu realisieren. Die elektrische Widerstandsmessung erweist sich daher als

nützlich, da mit Hilfe der Messung sich insbesondere die örtliche Ausprägung der Qualität des Fügeverbundes bewerten lässt.

Hierzu sind in Abbildung 5.30 exemplarisch verschiedene Bruchflächen mit den gemessenen Widerstandswerten an den einzelnen Seiten der Fügeverbunde gegenübergestellt. Folglich besteht ein Zusammenhang zwischen dem elektrischen Widerstand und der Beschaffenheit des lokalen Fügeverbundes. So konnten die geringsten Widerstände von unter  $10\ \mu\Omega$  an den Zonen gemessen werden, wo der Lotwerkstoff sehr gut benetzte und wenige bzw. nur kleine Poren zu sehen sind, vgl. Probe C in Abbildung 5.30. Den niedrigsten Wert mit  $6,2\ \mu\Omega$  an Probe B konnte gar in einem Bereich gemessen werden, der lokal keinerlei Porosität aufwies.

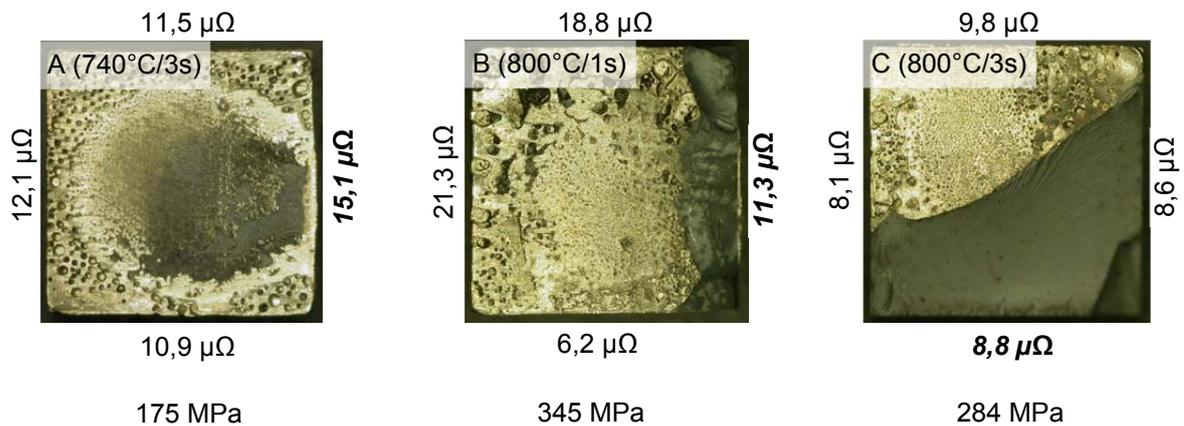


Abbildung 5.30 Vergleich der Bruchflächen mit den elektrischen Widerständen der einzelnen Seiten und der ermittelten Scherfestigkeit, Ansatzpunkt des Scherwerkzeuges ist durch den kursiven Widerstandswert gekennzeichnet

Weiterhin verläuft bei Probe C, die den geringsten Widerstand der hier verglichenen Lötungen aufweist, die Bruchfläche nahezu zur Hälfte durch das Hartmetall und nicht durch das Lötgut. Bei Widerstandswerten oberhalb von  $10\ \mu\Omega$  sind hingegen deutlich größere Poren oder auch mangelnde Benetzung der Oberfläche zu erkennen.

Bei der Scherfestigkeitsprüfung setzte der Stempel zum Abscheren der Hartmetallplättchen bei Probe A und B auf der rechten Seite an, während Probe C von unten geschert wurde. Die zugehörigen lokalen Widerstandswerte sind in Abbildung 5.30 kursiv und fett dargestellt. Probe A hat an der gescherten Seite einen hohen Widerstand von  $15,1\ \mu\Omega$  und eine vergleichsweise niedrige Scherfestigkeit von 175 MPa. Probe C weist an der gescherten Seite einen Widerstand von  $8,8\ \mu\Omega$  auf und eine

deutlich höhere Scherfestigkeit von 284 MPa auf. In der Untersuchungsreihe ist Probe B in Abbildung 5.28 der Ausreißer mit der höchsten Scherfestigkeit von 345 MPa bei einer Prozesstemperatur von 800°C und der kürzesten Haltezeit von 1 s. Der Stempel setzte bei dieser Probe an einer Seite mit einem relativ geringeren Widerstand an, so dass trotz der eher zu kurzen Haltezeit von 1 s eine sehr gute Scherfestigkeit erreicht wurde. Dies legt die Vermutung nahe, dass, wenn der Stempel auf der gegenüberliegenden Seite mit einem Widerstand von 21,3  $\mu\Omega$  eine deutlich niedrigere Festigkeit erreicht worden wäre, die näher an dem für diese Parametereinstellung ermittelten Mittelwert von 278 MPa liegt. Zur Unterstützung dieser Hypothese sind in Abbildung 5.31 die Bruchflächen zweier Proben dargestellt, die beide mit den gleichen Prozessparametern gelötet wurden und annähernd gleiche Widerstände besitzen, wenn alle Messwerte je Probe gemittelt werden. Probe D hat einen Höchstwert von 17,4  $\mu\Omega$  auf der oberen Seite und Probe E von 10,8  $\mu\Omega$  auf der linken Seite erreicht. Probe E wurde an dieser Stelle geschert und erreicht eine Festigkeit von 261 MPa während Probe D, die an der unteren Seite mit einem elektrischen Widerstand von 9,2  $\mu\Omega$  geschert wurde, erreicht eine um 61 MPa höhere Festigkeit von 322 MPa. Auch bei dieser Betrachtung weist Probe D an der gescherten Seite eine nur sehr geringe Porosität auf, während sich die sichtbaren Poren auf andere Bereiche konzentrieren und im Vergleich zu Probe A oder B (vgl. Abbildung 5.30) deutlich geringer ausfallen. Probe E hingegen wurde an der Seite mit dem höchsten elektrischen Widerstand geschert. Zwar startet der Riss im Hartmetall und erreicht dann das Lötgut, allerdings sind auch hier Poren zuerkennen.

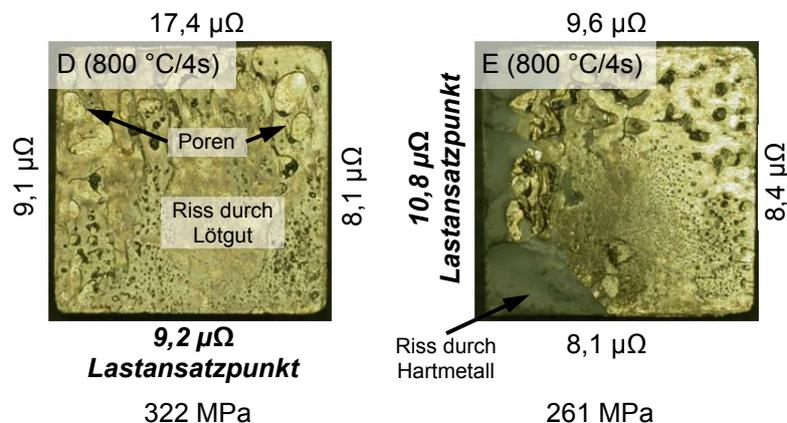


Abbildung 5.31 Vergleich der Bruchflächen mit den elektrischen Widerständen der einzelnen Seiten und der ermittelten Scherfestigkeit anhand zweier mit den gleichen Parametern gelöteten Proben

Die Ergebnisse der fraktographischen Analyse der gescherten Bruchflächen belegen, dass die im Lötgut vorhandenen Poren mit ihrer Größe und Lage die Scherfestigkeit des Fügeverbundes beeinträchtigen können. Große Poren nahe der Lasteinwirkung erzeugen einen erhöhten Spannungszustand, in dessen Folge der Verbund bei einer niedrigeren Last versagt. Mit Hilfe der elektrischen Widerstandsmessung lassen sich diese kritischen Fehlstellen identifizieren, wodurch die 4-Leiter-Technik grundsätzlich als zerstörungsfreie Methode zur Prüfung von gelöteten Fügeverbunden von Hartmetall Stahl qualifiziert wird.

## **5.6 Metallographische Untersuchungen**

Die elektrischen Widerstandswerte haben für die betrachteten Probekörper signifikante Tendenzen bezüglich der variierten Prozessparameter ergeben, die in gutem Einklang mit den ermittelten Scherfestigkeiten stehen und auch anhand der Bruchbilder der Probekörper erklärt werden konnten. In diesem Abschnitt folgt die metallographische Untersuchung der Probekörper, indem jeweils an einer Probe der verschiedenen Prozessparameter ein Querschliff durch das Lötgut präpariert und untersucht wurde. Für die metallographische Untersuchung des Lötgutes stand ein Rasterelektronenmikroskop (REM) vom Typ JSM 7001F der Firma Jeol als auch ein Auflichtmikroskop vom Typ BX51M der Firma Olympus zur Verfügung.

### **5.6.1 Vermessung des Lötspalts**

Auf industriellen Lötautomaten werden beispielsweise bei der Produktion von hartmetallbestückten Kreissägeblättern die Hartmetallzähne lediglich mit einem Niederhalter auf das Stammblatt mit einer konstanten Kraft gedrückt und somit in Position gehalten. Hierbei kann es zu einer ungleichmäßigen Druckbeaufschlagung kommen, wodurch das Hartmetall während des Lötens kippt und sich ein ungleichmäßiger Lötspalt einstellt. In Abbildung 5.32 sind exemplarisch für die Prozesstemperaturen 740 °C und 900 °C die lichtmikroskopischen Übersichtsaufnahmen der Lötspalte dargestellt. Aufgrund der unterschiedlichen Verschleißbeständigkeit der Werkstoffe des gelöteten Verbundes werden diese beim Schleifen und Polieren während der Querschliffpräparation unterschiedlich stark abgetragen, wodurch sich leichte Unterschiede in den Höhenniveaus des Querschliffs ergeben.



Abbildung 5.32 Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahme zweier Lötspalte bei einer Prozesstemperatur von 740 °C bzw. 900 °C und einer Haltezeit von 3 s

Diese führen dazu, dass in der lichtmikroskopischen Aufnahme in Folge der geringen Schärfentiefe gerade die Grenzflächen schattiert sind, weshalb bei der Analyse dieser Bereiche mit höheren Vergrößerungen oder ein Rasterelektronenmikroskop genutzt werden muss (siehe Abschnitt 5.6.2). Allerdings geben die Lichtmikroskopischen Aufnahmen einen guten Überblick über den Gesamtzustand der Verbindung innerhalb des sichtbaren Querschnittes. So ist das Lötgut der Probe, die bei einer Prozesstemperatur von 740°C gelötet wurde, durchsetzt mit zahlreichen Poren. Die Poren verteilen sich über die gesamte Breite der Lötnaht und sind nicht auf den inneren Bereich oder Rand konzentriert. Weiterhin hat sich bei dieser Probe eine homogene Spaltbreite eingestellt. Dies lässt sich darauf zurückführen, dass die Lotfolie nicht vollständig aufgeschmolzen ist (vgl. Abbildung 5.26) und während des Lötvorgangs als Abstandshalter diente. Bei einer Prozesstemperatur von 900 °C hat sich hingegen ein Lötgut eingestellt, das nur noch vereinzelte kleine Poren im Querschliff erkennen lässt. Bei dieser Ansicht hat das Lötgut eine stark keilförmige Ausprägung, die unterhalb der Breite von 200 µm der verwendeten Lotfolie liegt. Dabei kann beobachtet werden, dass das Lot bei diesen Prozesseinstellungen vollständig aufgeschmolzen ist und daraufhin infolge der inhomogenen Druckbeaufschlagung durch den Niederhalter das aufliegende Hartmetall gekippt ist.

Um einen Überblick bezüglich der Variation der Spaltbreiten zu erhalten, wurde der Lötspalt aller Querschliffe der verschiedenen Prozesszustände vermessen, siehe Abbildung 5.33. In den Diagrammen sind der Maximalwert als Dreieck, das Minimum als Viereck und der Mittelwert als Raute dargestellt und geben somit die Ausprägung des Lötspaltes für die verschiedenen Lötzustände an.

Bei der Streuung der Messwerte muss berücksichtigt werden, dass die Messungen an Querschliffen vorgenommen worden sind und somit nur einen Ausschnitt der

gesamten Probe zeigen, die Werte allerdings einen guten Überblick über die grundsätzliche Ausbildung des Lötspaltes liefern. Bei niedrigen Prozesstemperaturen unterhalb von 750 °C hat sich ein vergleichsweise großer Lötspalt eingestellt, während die Streubreite bei knapp 50 µm liegt. Ab einer Prozesstemperatur von 800 °C stellte sich ein Lötspalt von etwa 50 µm mit unterschiedlich stark ausgeprägter Streuung ein.

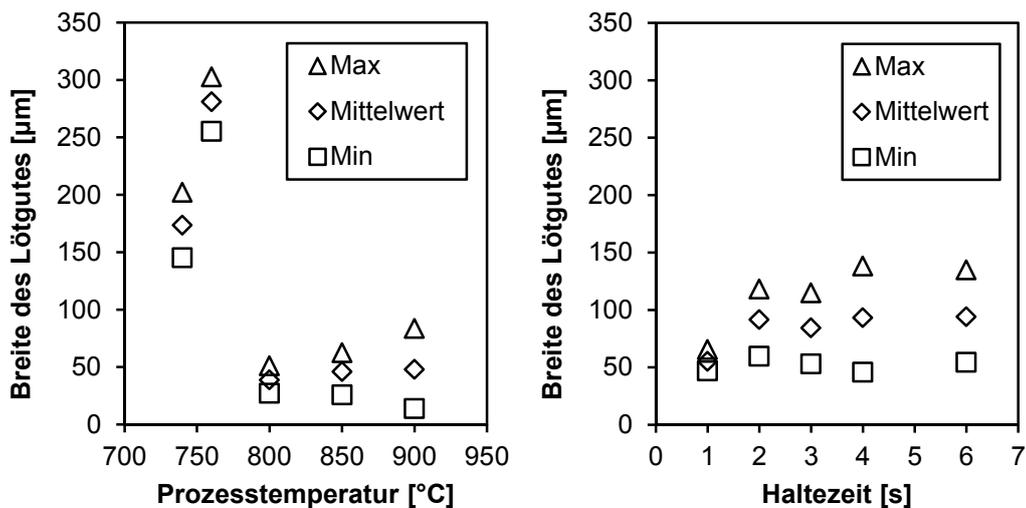


Abbildung 5.33 An Querschliffen ausgemessene Spaltbreiten des Lötgutes

Dieses Verhalten kann darauf zurückgeführt werden, dass bei einer Prozesstemperatur unterhalb von 800 °C das Lot noch nicht vollständig aufgeschmolzen war und der Lötspalt sich hier über die Breite der verwendeten Lotfolie definiert und bei höheren Prozesstemperaturen in Folge der aufgebrachten Anpresskraft das Lot teilweise aus der Lötnaht herausgepresst wurde und somit sich kleinere Lötspalte um 50 µm einstellten. Bei der Variation der Haltezeit ist zunächst zu erkennen, dass bei sämtlichen Proben ein Lötspalt kleiner als 150 µm vorhanden ist und somit bei einer eingestellten Prozesstemperatur von 800 °C das Lot vollständig aufgeschmolzen sein muss. Die Messwerte belegen weiterhin, dass die Lötnahte keine homogene Lötspaltbreite aufweisen, sondern im Rahmen der Fertigungstoleranzen den hier gemessenen Schwankungen unterliegen.

Ein Vergleich der elektrischen Widerstände mit den gemessenen Spaltbreiten ergibt keinen Zusammenhang. Dies wird insbesondere bei einem Vergleich der Messwerte für die Variation der Haltezeit deutlich. Während die Widerstände mit längeren

Haltezeiten in dem hier betrachteten Parameterraum kontinuierlich fallen, bleibt die gemessene Spaltbreite annähernd konstant. Der Einfluss der Spaltbreite auf den elektrischen Widerstand kann folglich vernachlässigt werden.

### 5.6.2 Analyse des Lötgutes

Dieser Abschnitt stellt die rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchung am Lötgut vor. Im Vergleich zu den lichtmikroskopischen Aufnahmen hat das REM eine deutlich höhere Auflösung und anhand der Auswertung der Rückstreuielektronen kann ein höherer Materialkontrast erreicht werden, der eine Analyse des Lötguts zulässt. Des Weiteren werden anhand einer energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) die Verteilung der in der Lötnaht vorhandenen Elemente bestimmt.

Die REM-Aufnahmen sind in ihrem Aufbau alle identisch, so dass oben das Hartmetall, unten der Stahl und dazwischen das Lötgut platziert sind. Die Aufnahmen wurden im Compo-Modus erzeugt, so dass ein möglichst hoher Materialkontrast erreicht wird. Aus diesem Grund ist das Hartmetall, welches hauptsächlich aus Wolfram mit einer hohen Ordnungszahl von 74 besteht, im Bild meist weiß abgebildet bzw. übersteuert ist, um einen hohen Kontrast im Lötgut selbst zu gewährleisten. Auch die silberhaltigen Phasen mit einer Ordnungszahl von 47 (vgl. Ordnungszahl von Eisen = 26) können im Lötgut daher meist auch als weiße Bereiche identifiziert werden. Es werden hier zunächst nur die Erscheinungsformen im Lötgut anhand der REM-Aufnahmen diskutiert, bevor im darauffolgenden Abschnitt anhand der EDX-Messungen die Phasenzusammensetzung erörtert wird. Für eine bessere Gegenüberstellung im Fließtext sind die REM-Aufnahmen alphabetisch von „a“ bis „j“ gekennzeichnet.

In Abbildung 5.34 sind zwei exemplarische Vergrößerungen des Querschliffes von Proben, die bei einer geringen Prozesstemperatur von 740°C bzw. 760°C gelötet wurden, dargestellt. Hier sind deutliche Rückstände vom Flussmittel im Lötgut zu sehen. Das Teilbild (a), der bei 740°C gelöteten Probe, sind an der Grenzfläche zwischen Lot und Stahl noch deutliche Reste, teils in kreisrunder Form, zu erkennen. Hier hat die Wärmebehandlung nicht genügend Energie in die Lötnaht induziert, so dass das Flussmittel noch nicht begonnen hat, mit der Stahloberfläche zu reagieren.

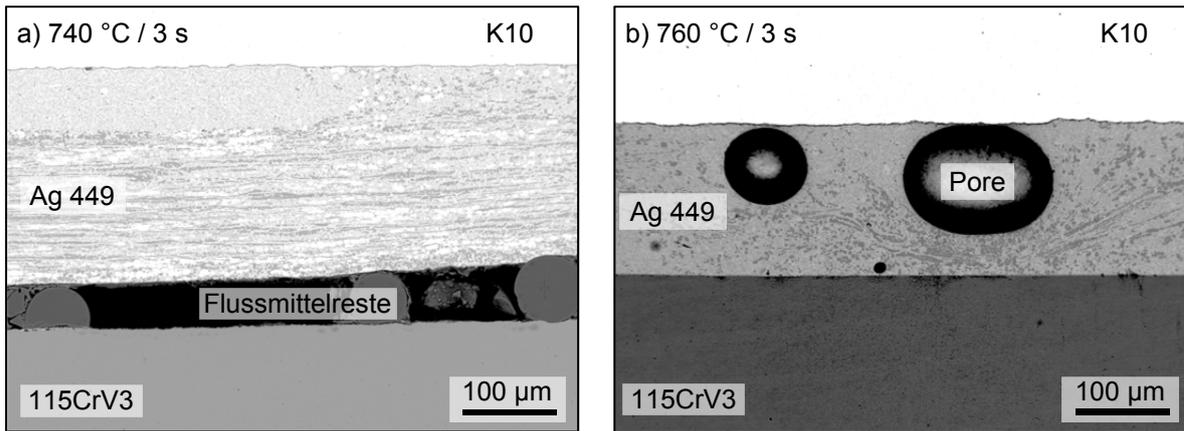


Abbildung 5.34 Im Lötgut befindliche Rückstände vom Flussmittel und Poren

Die REM-Aufnahme (b), in der die mit 760°C gelötete Probe zu sehen ist, weist in dem betrachteten Bereich zwar keinen signifikanten Fehler an der Grenzfläche zwischen Stahl und Lötgut auf, jedoch sind hier kreisrunde Hohlräume im Lötgut zu sehen. Diese Poren lassen sich auf das reagierte Flussmittel zurückführen, welches im flüssigen Lot vorhanden war, jedoch nicht ausgasen konnte, bevor das Lot erstarrt ist und zu der zu erkennenden Erscheinung führte. So ist allerdings der Lötfehler in (a) kritischer zu bewerten, als die Porosität in (b), da hier ein großer Bereich des Grundwerkstoffes nicht mit dem Lot benetzt wurde und somit die Belastbarkeit der Fügezone deutlich reduziert wird.

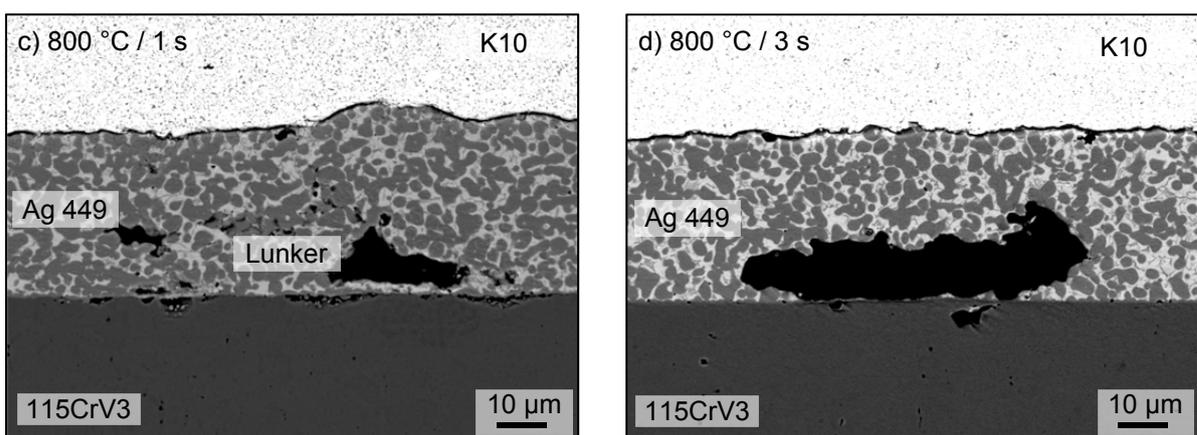


Abbildung 5.35 Im Lötgut befindliche Lunker

Die Hohlräume der in Abbildung 5.35 dargestellten Aufnahmen weisen eine andere Struktur auf als die Porosität in Abbildung 5.34 (b). Hier sind die Hohlräume nicht

kreisrund, sondern besitzen eine verwinkelte Form, so dass es sich bei dieser Erscheinungsform um Lunker im Lotgefüge handelt. Diese Lunker lassen sich beispielsweise auf Verunreinigungen der Oberfläche (d) oder auch, wenn die Hohlräume wie in (c) fein verästelt sind, auf Schwindungsprozesse während des Erstarrens zurückführen. Diese Fehlerart lässt sich nicht direkt auf die Prozesstemperatur und Haltezeit zurückführen, so sind die hier präsentierten Aufnahmen von Probekörpern, die bei einer Prozesstemperatur von 800 °C und einer Haltezeit von 1 s (c) bzw. 3 s (d) hergestellt wurden. Die Lunker sind aufgrund ihrer teils spitz zulaufenden Formen weitaus kritischer zu bewerten als die kreisrunden Poren (b), da sie einen erhöhten Kerbfaktor in den Spitzen der Hohlräume hervorrufen. Sie können somit je nach Lage und Verteilung im Lötgut eine erhöhte Kerbspannung entwickeln und somit eine Rissinitiierung begünstigen. Die Anzahl und Größe der Lunker hat hierbei allerdings eine entscheidende Bedeutung, so dass die hier vorgefundenen Lunker keine signifikante Auswirkung auf die Festigkeit haben sollten, da das Lot zunächst äußerst duktil ist und eine Rissausbreitung im Vergleich zum spröden Hartmetall schnell zum Erliegen käme. Auch zeigten die Bruchbilder in Abschnitt 5.5.2, das häufig zunächst das Hartmetall in Folge der Scherbelastung versagte und von hier der Rissverlauf meist stetig an die Grenzfläche zum Lot lief und hier bis zum kompletten Versagen der Fügeverbindung entlang lief.

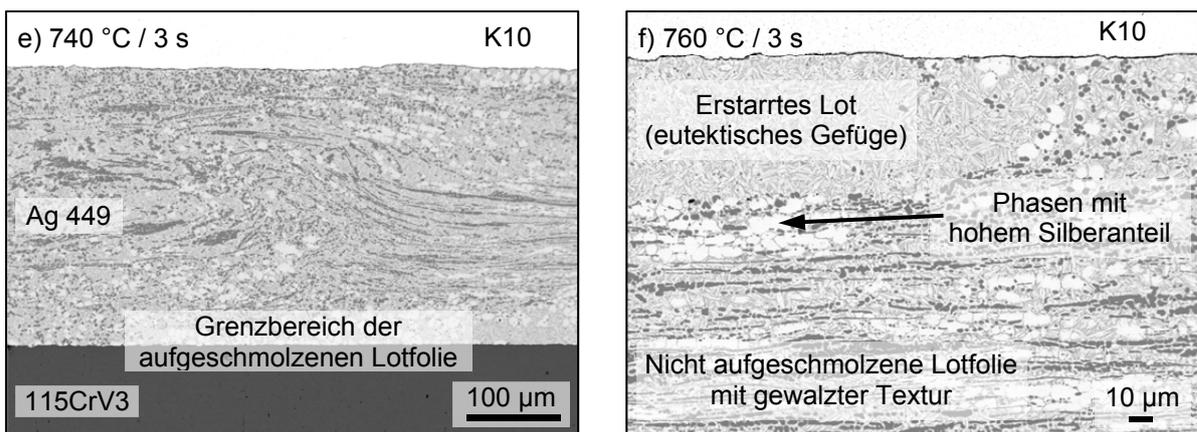


Abbildung 5.36 Darstellung der nicht vollständig aufgeschmolzenen Lotfolie im Lötgut

In Abbildung 5.36 sind die Reste der nicht geschmolzenen Lotfolie zu erkennen, wie sie hier ebenfalls exemplarisch bei den Prozesstemperaturen von 740°C (e) und 760 °C dargestellt wurden, wobei in (f) eine Vergrößerung der Aufnahme (a)

abgebildet ist, um das Gefüge des Lötgutes besser zu visualisieren. Die Lotfolie lässt sich durch die zeilenförmige Struktur im Lötgut sehr gut identifizieren. Sie besteht aus zwei unterschiedlichen Phasen, die besonders in (f) als durch den weißen bzw. grauen Kontrast zu erkennen sind. Bei der weißen Phase handelt es laut EDX-Analyse um einen Mischkristall mit hohem Silberanteil, während die graue Phase vorrangig Nickel und Mangan enthält. Die zeilenförmige Textur lässt sich hierbei auf das Walzen bei der Herstellung des Lotwerkstoffes zurückführen. In Aufnahme (e) ist genau der Zeitpunkt des Aufschmelzens der Lotfolie während des Lötvorganges festgehalten. Dies lässt sich durch die Verwirbelung der zeilenförmigen Struktur interpretieren. Im Lötgut von (f) befindet sich oberhalb der Lotfolie an der Grenzfläche zum Hartmetall ein homogener Bereich des erstarrten Lotes. Dieser Bereich hat einen etwas dunkleren Grauwert als die weißen Bereiche innerhalb der nicht aufgeschmolzenen Lotfolie. Auch haben diese weißen Phasen des Lotes eine eher runde Erscheinungsform, während das erstarrte Lot an der Grenzfläche zum Hartmetall eine durchgängige Kristallstruktur (f) aufweist. So haben sich beim Aufschmelzen die verschiedenen Phasen der Lotfolie ineinander vermischt und sind beim Abkühlen an der Grenzfläche des Hartmetalls eutektisch erstarrt.

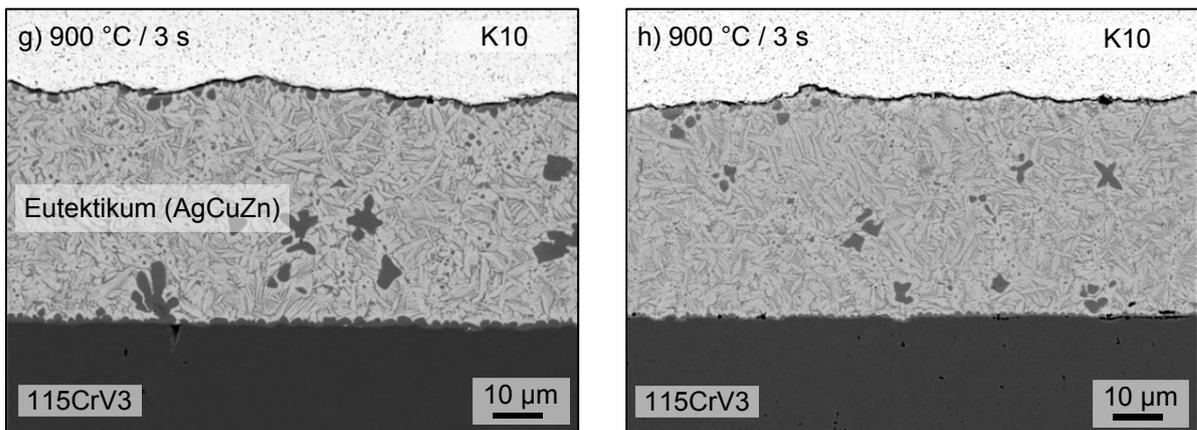


Abbildung 5.37 Eutektisches Gefüge des Silberbasislotes

Das eutektische Gefüge des Silberbasislotes mit seiner Struktur, wie in Abbildung 5.37 (g) und (h) zu sehen, ist das charakteristische und gewünschte Erscheinungsbild im Lötgut. Die helleren Bereiche im Eutektikum sind auf die silberhaltigen Phasen zurückzuführen, da Silber mit 47 die höchste Ordnungszahl der im Lötgut befindlichen Elemente aufweist und damit einen helleren Grauwert im

Compo-Modus besitzt, lediglich das Wolfram im Hartmetall hat einen noch höheren Rückstreufaktor bezüglich der Elektronen und wird nahezu weiß wiedergegeben. Das eutektische Gefüge kann in sämtlichen Löt Nähten gefunden werden, in denen die Lotfolie aufgeschmolzen ist.

In dem eutektischen Gefüge des Silberbasislotes kann wie zuvor auch in der nicht aufgeschmolzenen Lotfolie vereinzelt eine dunklere und eher rundliche Phase identifiziert werden. Dem Gefügebild zu urteilen, liegt die Solidustemperatur dieser dunkleren Phasen höher als die des Eutektikums, deren Auftreten auf die Mischungslücke der vorliegenden Legierung zurückzuführen ist, vergleiche hierzu Ag 449 in Abbildung 2.9. Wie die REM-Aufnahmen in (g) und (h) zeigen, lagert sich diese dunklere Phase an den Grenzflächen des Hartmetalls bzw. des Stahls ab, während sich Teile dieser Phase im flüssigen Lot bilden. So verarmt die Schmelze bei der Abkühlung an diesen Elementen bis zum Erreichen der eutektischen Zusammensetzung, woraufhin die verbliebene Schmelze eutektisch erstarrt. Grundsätzlich weist diese dunklere Phase einen erhöhten Anteil an Nickel und Mangan auf.

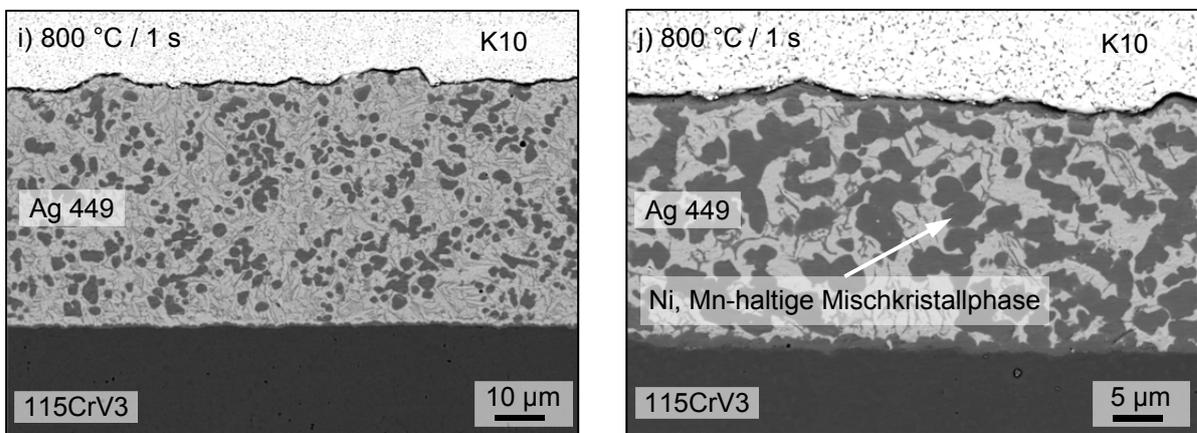


Abbildung 5.38 Unterschiedlich stark auftretende Nickel- und Manganhaltige Mischkristallphase im eutektischen Gefüge des Silberbasislotes

Das Mengenverhältnis zwischen dem Eutektikum und dieser Nickel und Manganhaltigen Mischkristallphase ist nicht gleich, sondern kann je nach Position im Lötgut sehr stark variieren. In Abbildung 5.38 sind zwei verschiedene Aufnahmen der Querschleife mit unterschiedlichen Verhältnissen dieser Phasen dargestellt. Zur Bestimmung der Gefügeanteile wurden die Grauwerte des Lötgutes binarisiert und die Pixel der jeweiligen Phase in Relation zu der Gesamtpixelanzahl gesetzt. In der Aufnahme (i)

haben die dunkleren Phasen einen Anteil von knapp 20 % im Gefüge, während in (j) bereits ein Anteil von knapp 49,1 % vorliegt. In der Aufnahme (c) wird sogar ein Maximum von 59,5 % erreicht.

Die Untersuchung hat einen detaillierten Einblick in die verschiedenen Gefüge und dessen Zusammensetzung des Lötgutes gegeben, die sich in dieser Herstellungsreihe ergaben. Neben einem eutektischen Gefüge konnte eine Nickel- und Manganhaltige Mischkristallphase identifiziert werden, die im Lötgut nicht homogen verteilt ist. Zur Messung der Elementverteilung im Lötgut, um somit Rückschlüsse auf die Phasenzusammensetzung zu erlangen, folgen nun die Ergebnisse der EDX-Untersuchung zur Beschreibung der Reaktionen an den Grenzflächen. Die Diskussion der hier erzielten Erkenntnisse im Kontext der elektrischen Widerstandsmessung erfolgt im Anschluss im Abschnitt 5.6.3.

### **Untersuchung der Elementverteilung mittels EDX**

Zur Untersuchung der metallurgischen Vorgänge sowie die Grenzflächenreaktionen des Lötgutes wurden an den Querschliffen im REM EDX-Analysen unternommen. In Abbildung 5.39 befindet sich die Analyse der Grenzfläche zwischen dem Hartmetall und Lötgut für eine Lötung bei einer Prozesstemperatur von 800 °C und einer Haltezeit von 6 s. Auf der linken Seite ist eine Detailaufnahme zu sehen, während auf der rechten Seite die Elementverteilung des Linienscans abgebildet ist. Der Linienscan startet im Hartmetall (0 µm) und führt über eine 30 µm lange Strecke in das Lötgut. Der Übergang an der Grenzfläche vom Hartmetall zum Lötgut ist in den Linienscans der verschiedenen Elemente durch den senkrechten Strich markiert. In den abgebildeten Linienscans fehlen Kobalt und Kohlenstoff, da die Messung dieser Elemente keine auswertbaren Signale liefert und somit deren Anteil im Vergleich zu den restlichen Elementen zu gering und nicht eindeutig nachweisbar ist. Beziehungsweise keine Diffusion des Kobalts in das Lötgut festgestellt werden konnte. Die dunkleren Phasen haben sich an der Grenzfläche zum Hartmetall abgelagert und besitzen hier eine durchschnittliche Größe von 2,5 µm. Innerhalb der EDX-Analyse lässt sich ein verständlicher Abfall der Wolfram-Konzentration an der Grenzfläche erkennen. Eine Diffusion der Wolframatomme ins Lötgut kann daher nicht festgestellt werden, gilt aber auch aufgrund des großen Atomradius von Wolfram als unwahr-

scheinlich und auch bei der Bildung von  $\eta$ -Carbid geschieht dies gerade an der Grenzfläche des Hartmetalls und nicht im Lötgut [87].

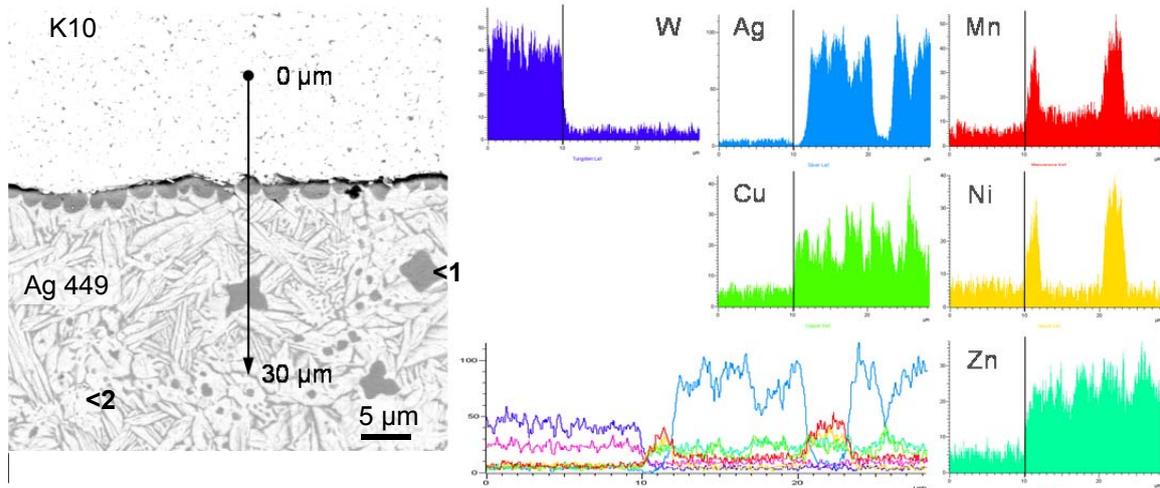


Abbildung 5.39 EDX-Linienscan über die Grenzfläche zwischen Hartmetall (oben) und Lötgut (unten)

In Tabelle 5.8 ist das Ergebnis der EDX-Spektralanalyse der zwei Phasen und der resultierenden Elementverteilung dargestellt.

Tabelle 5.8: EDX-Spektralanalyse der im Lötgut auftretenden Phasen in Gew.-%

Position	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Ag
1	18,4	0,6	24,0	22,9	31,9	2,2
2	4,1	0,5	1,3	10,6	23,0	60,5

Die am Hartmetall anhaftenden und auch im Lötgut befindlichen gräulichen Phasen lassen sich als Mischkristallverbindung zwischen Zink, Nickel, Kupfer und Mangan identifizieren (Position 1). So stellen die hellen Bereiche in den REM-Aufnahmen die Mischkristallverbindung zwischen Silber, Zink und Kupfer dar, die hauptsächlich eutektisch erstarrt (vgl. Abschnitt 2.2.2), wobei hier der Hauptanteil der Phase aus Silber besteht (Position 2). Das Zink selbst ist im gesamten Lötgut gelöst, während das Kupfer in der Verbindung mit Nickel und Mangan einen höheren Anteil besitzt als in den silberreichen Phasen.

In Abbildung 5.40 befindet sich die Analyse der Grenzfläche zwischen dem Lötgut (oben) und dem 115CrV3 (unten) für die gleiche Lötung bei einer Prozesstemperatur von 800 °C und einer Haltezeit von 6 s. Der Linienscan der EDX-Analyse ergab eine

ähnliche Zusammensetzung des Mischkristalls aus Kupfer, Nickel, Mangan und Zink, die ebenfalls an der Grenzfläche anhaftet. An der Grenzfläche fällt der Eisenanteil steil ab, jedoch können noch geringe Spuren an Eisen im Lötgut detektiert werden. Allerdings lässt sich hier trotz der für den induktiven Lötprozess langen Haltezeit von 6 s keine Brückenbildung des Mischkristalles feststellen, der eine Kohlenstoffdiffusion vom Hartmetall zum Stahl zuließe (vgl. Abschnitt 2.2.2; Kupferbasislote). So konnte auch am Hartmetall aller untersuchten Querschliffe weder mittels REM noch mit Farbniederschlagätzungen nach Murakami eine  $\eta$ -Carbid Bildung nachgewiesen werden.

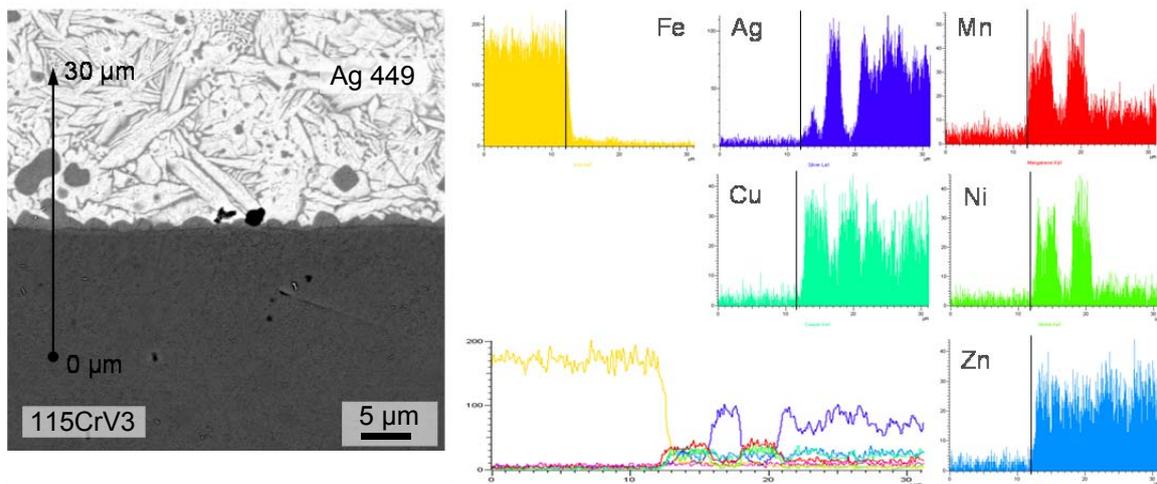


Abbildung 5.40 EDX-Linienscan an der Grenzfläche zwischen Lötgut (oben) und 115CrV3 (unten)

### 5.6.3 Ergebnisdiskussion

Die REM-Untersuchung bestätigt zunächst die Erkenntnisse, die mittels der fraktographischen Analyse der Bruchfläche gewonnen wurden und steht im Einklang mit den anderen vorgenommenen Untersuchungen.

Bei zu niedrigen Prozesseinstellungen (Temperatur < 800 °C bzw. Haltezeit < 3 s) konnte die Lotfolie nicht komplett aufschmelzen, so dass eine ausgeprägte zeilenförmig texturierte Struktur der Folie in der REM-Aufnahme zu erkennen war. Ebenso konnten im Lötgut Flussmittelrückstände als auch Poren identifiziert werden. Aus diesem Grunde lassen sich die hohen elektrischen Widerstände durch folgende Zustände erklären:

In Folge des hohen Verformungsgrades der gewalzten Lotfolie sollte im Gefüge der nicht aufgeschmolzenen Lotfolie eine hohe Versetzungsdichte vorhanden sein. Diese Versetzungen behindern den Fluss der Elektronen als Störpotential durch das atomare Gitter, so dass prinzipiell eine Erhöhung des elektrischen Widerstandes im Vergleich zum aufgeschmolzenen Lote vorhanden sein könnte. Dieser Effekt wird zusätzlich von der nicht vollständig benetzten Oberfläche und der damit einhergehenden geringeren elektrisch leitfähigen Querschnittsfläche überlagert. Auch die im Lötgut zu findenden Hohlräume in Folge des nicht ausgasenden Flussmittels als auch andere Rückstände erklären somit die in dieser Untersuchung gemessenen hohen elektrischen Widerstände.

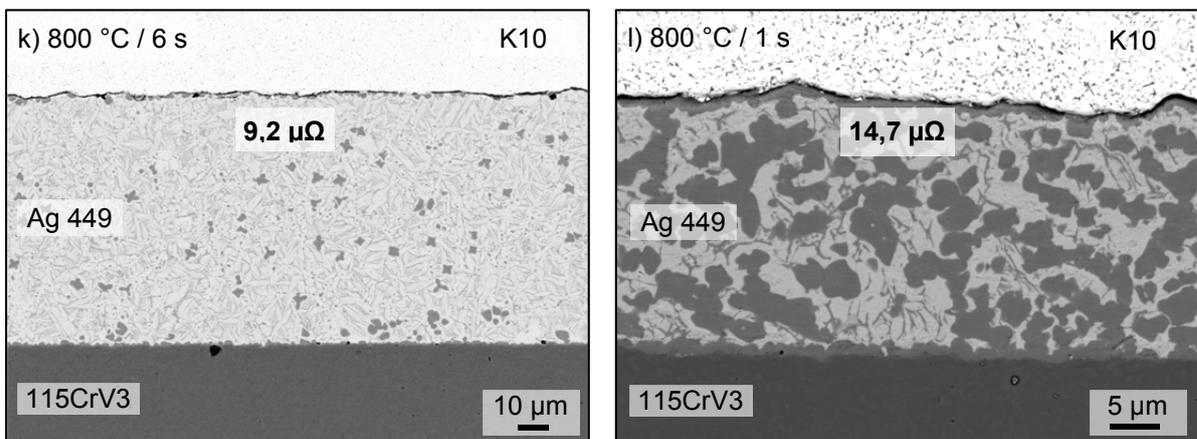


Abbildung 5.41 Vergleich der Zusammensetzung des Lötguts mit dem an der jeweiligen Seite gemessenen Widerstand

Im Gegensatz hierzu konnten die niedrigsten elektrischen Widerstände gerade in den Bereichen registriert werden, die im Lötgut ein klares eutektisches Gefüge ohne jedwede Fehlstellen aufwiesen. In der Aufnahme (k) von Abbildung 5.41 konnte hier exemplarisch der elektrische Widerstandswert der betreffenden Seite dem Querschliff gegenübergestellt werden. Das Lötgut hat an dieser Stelle eine Breite von 75 µm und weist ein nahezu vollständiges eutektisches Ag-Cu-Zn Gefüge auf, während die Cu-Mn-Ni Mischkristalle nur einen geringen Anteil am Gefüge haben und der elektrische Widerstandswert hier 9,2 µΩ. Im Vergleich hierzu überwiegt in Aufnahme (l) der Cu-Mn-Ni Mischkristall im Lötgut deutlich. Obwohl das Lötgut an dieser Stelle eine Breite von lediglich 25 µm aufweist und auch keine Lötfehler aufweist, wurde ein elektrischer Widerstand von 14,7 µΩ gemessen. Auf die Änderung der Breite des

Lötguts kann dieser Effekt nicht zurückgeführt werden, da wie in Abbildung 4.3 gezeigt wurde, hat eine Abstandsvergrößerung von 1 mm eine Widerstandsänderung von ca.  $3 \mu\Omega$  und ist somit deutlich geringer. Wie in Abschnitt 2.4.2 erläutert, hat das Kristallgitter bzw. das Gefüge einen maßgeblichen Einfluss auf den elektrischen Widerstand. Ein reines Metall besitzt die höchste elektrische Leitfähigkeit und bereits kleinste Störungen in Form von Versetzungen, Begleit- oder Legierungselementen hemmen die Leitfähigkeit. Hier lässt sich eine Erklärung für die Erhöhung des elektrischen Widerstandes an den Proben finden, die im Bruchbild eine äußerst geringe Porosität aufwiesen, dennoch einen teils höheren elektrischen Widerstand besitzen. Grundsätzlich steigt mit zunehmender Temperatur die Löslichkeit der Legierungselemente im Mischkristall, so dass bei höheren Temperaturen eine stärkere Durchmischung stattfindet, die wiederum durch den Anstieg des elektrischen Widerstandes belegt werden kann.

Anhand der metallographischen Untersuchung konnte das Gefüge im Lötgut und insbesondere die verschiedenen Fehlerarten und ihre Bildungsmechanismen geklärt werden. Weiterhin ließen sich Erklärungsmodelle für das Verhalten des elektrischen Widerstandes finden und insbesondere auch bei hohen Prozessparametern die Erhöhung der elektrischen Messwerte aufklären. Gerade diese Steigerung der Widerstandswerte stellt einen besonders bemerkenswerten Aspekt dieser Messmethodik dar. Aus diesem Grund wird weiterhin in Kapitel 6 das Verfahren der elektrischen 4-Leiter-Messung zur in-situ Beobachtung des Lötprozesses eingesetzt, um festzustellen, ob dieses Verhalten auch während des Lötens registriert werden kann. Hierdurch wäre die Detektion einer festigkeitsmindernden Phasenbildung noch im Prozess möglich, so dass gegebenenfalls Gegenmaßnahmen eingeleitet werden können.

## **5.7 FEM-Analyse**

Grundsätzlich fließt der Strom den kürzesten Weg zwischen zwei Kontakten. Da sich die negativ geladenen Elektronen allerdings gegenseitig abstoßen, verteilen sich die Elektronen im stromdurchflossenen Volumen des elektrischen Leiters, so dass sich Spannungspotenziale aufbauen. Um die Ausbreitung der Spannungspotenziale im Fügeverbund besser beurteilen zu können und in wie weit hierdurch eine Detektion verschiedener Fehlerorte möglich ist, wurde zum Abschluss der analytischen

Betrachtung die verwendete Probengeometrie mit Hilfe einer Finite Element Modellierung (FEM) analysiert [173]. Da der elektrische Strom in Festkörpern nicht zu sehen ist, soll die FEM die Spannungspotentialfelder in den Prüfkörpern visualisieren. Die Ergebnisse unterstützen somit die Beurteilung der 4-Leiter-Messung zur zerstörungsfreien Prüfung von Hartlötverbindungen und helfen bei der Platzierung der Messkontakte für eine möglichst präzise Messung.

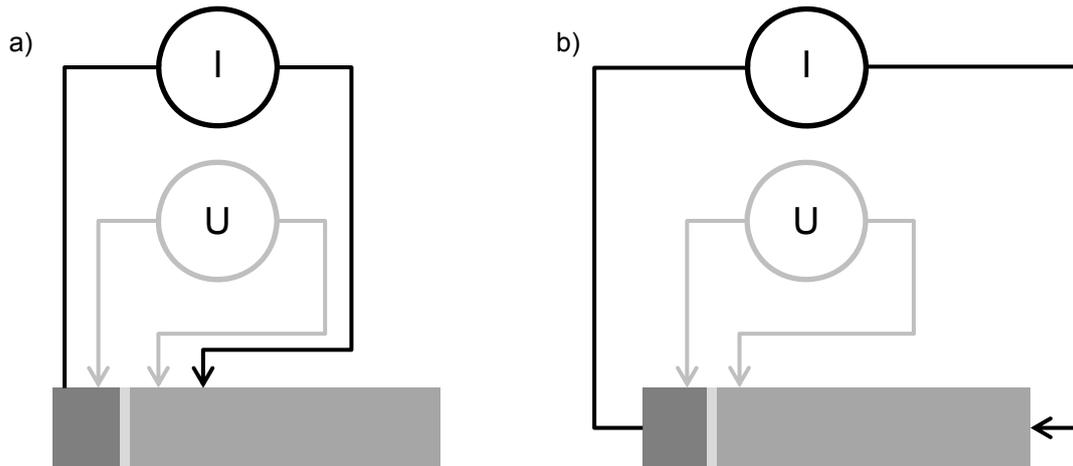


Abbildung 5.42 Kontaktpositionen für die Stromversorgung I bei der Spannungsmessung U: a) in einer Linie mit der Spannungsmessung; b) an den Stirnflächen der Probekörper

In diesem Zusammenhang wurden zwei verschiedene Messprinzipien vorgesehen, wie sie in Abbildung 5.42 dargestellt sind. In a) sind die Kontaktierungen für die Stromversorgung I als auch die Spannungsmessung in einer Linie auf der Oberfläche des Probekörpers mittig neben die Lötnaht platziert. Diese Platzierung soll ein möglichst hohes Spannungspotenzial im oberflächennahen Bereich der Lötnaht erzeugen, so dass hier die höchste Auflösung zu erwarten ist. In b) soll durch die Anordnung der Stromversorgung ein möglichst homogenes Spannungspotenzial durch den gesamten Querschnitt erreicht werden, wie es auch in Abschnitt 5.2 angewendet wurde. Hierdurch soll überprüft werden, ob die Detektion von Fehlstellen auch im Inneren der Probe oder auf der gegenüberliegenden Seite möglich sind. Als Variationen wurden in der Simulation neben der Stromversorgung der Messabstand der Spannungsmessung als auch verschiedene Fehlerlagen und -größen betrachtet.

### 5.7.1 FEM-Modellierung

Die Software ANSYS 13.0 wurde für die FEM-Simulation zur Visualisierung der elektrischen Spannungsverteilung im Volumen der analytischen Probekörper verwendet. In Abbildung 5.43 ist das generierte Vernetzungsmodell der Probe visualisiert. Um die Rechenleistung zu minimieren, wurde eine variable Netzgröße verwendet, wobei an kritischen Punkten wie der Kontaktierung und im Bereich der Lötnaht ein möglichst engmaschiges Netz gewählt wurde. Die Elementgröße variiert dabei zwischen 0,5 mm und 0,1 mm im Volumen des Probekörpers. Im Lot wurde mit 0,025 mm eine kleinere Netzgröße verwendet, um hier möglichst realitätsgetreu die Stromverteilung an den Fehlstellen zu berechnen.

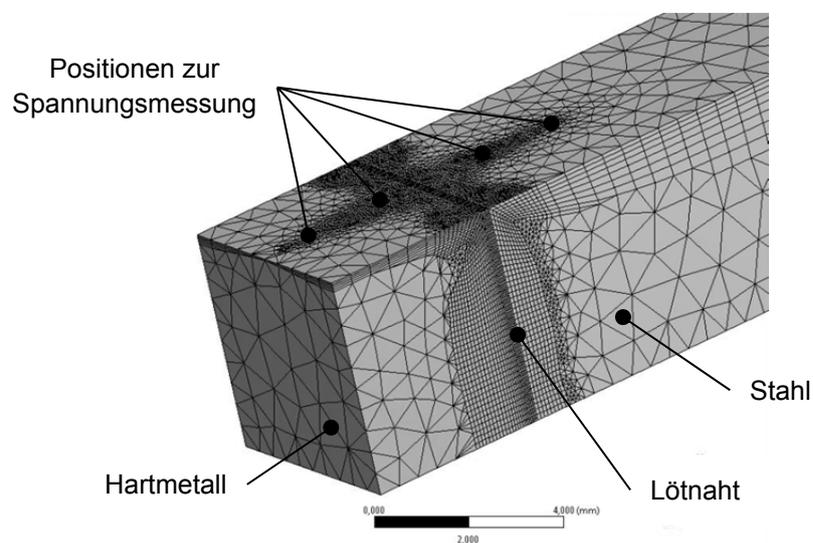


Abbildung 5.43 3D-Vernetzungsmodell der Probekörper [173]

Tabelle 5.9: In der FEM-Simulation verwendete elektrische Widerstände der Werkstoffe

Werkstoff	Elektrischer Widerstand [ $\Omega\text{m}$ ]	Quelle
WC-Co (K10)	$2,0 \times 10^{-7}$	[174]
Lotwerkstoff (Ag 449)	$2,5 \times 10^{-7}$	[162]
115CrV3 (1.2210)	$3,3 \times 10^{-7}$	[175]

Die Tabelle 5.9 gibt die in der FEM-Simulation verwendeten elektrischen Widerstände an für die einzelnen Werkstoffe an. Die Widerstände haben alle eine vergleichbare Größe. Tatsächlich besitzt das WC-Co mit  $2,0 \cdot 10^{-7} \Omega\text{m}$  den geringsten Widerstand der hier betrachteten Werkstoffe [174]. Wie bereits in Abschnitt 2.1.1 geschrieben, besitzt das WC im Gegensatz zu anderen Carbiden einen metallischen Charakter, der zu einer hohen thermischen und elektrischen Leitfähigkeit führt. Grundsätzlich besitzt Silber oder Kupfer die höchste elektrische Leitfähigkeit, wenn sie einen sehr

hohen Reinheitsgrad besitzen. Durch das Hinzulegen anderer Elemente wird die elektrische Leitfähigkeit durch die Störung des idealen Kristallaufbaus gehemmt, so dass der Widerstand des Lotwerkstoffes laut Datenblatt bei knapp  $2,5 \cdot 10^{-7} \Omega\text{m}$  liegt [162]. Den höchsten elektrischen Widerstand besitzt in dieser Betrachtung der Stahlwerkstoff 115CRV3 mit  $3,3 \cdot 10^{-7} \Omega\text{m}$ .

In dieser Studie wird ein Lötnahtbereich ohne Fehler mit Strukturen verglichen, bei denen Teile des Lotes aus der Form herausgeschnitten wurden und somit die Anbindungsfläche reduzieren, siehe Abbildung 5.44. Für eine einfache Zuordnung der verschiedenen Zustände des Lotes wurde ein binäres System zur Beschreibung der Proben verwendet. Die Bezeichnung jeder Lotprobe besteht aus 3 Stellen und jede Stelle steht für ein Drittel des Lotes. Wenn der Lotwerkstoff in der bezeichnenden Position fehlt, so erhält die Region eine 0, sonst eine 1. So hat zum Beispiel das vollständige Lot die Bezeichnung (111) und bei dem Lot mit der Bezeichnung (011) fehlt das erste Drittel.

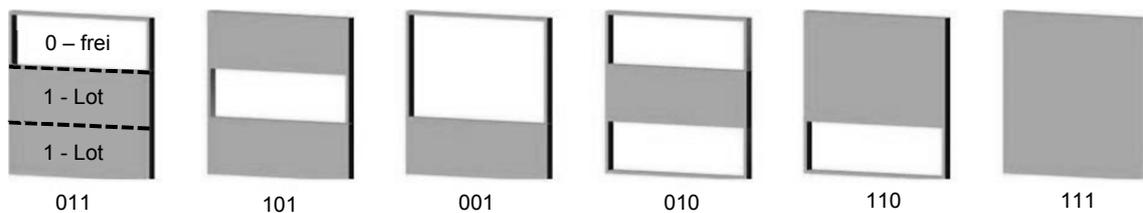


Abbildung 5.44 Form der verschiedenen Fehler im Lot [173]

Als Abstand zwischen der Kontaktierungen zur Spannungsmessung wurden 1,2 mm, 3,2 mm und 5,2 mm gewählt. Auf diese Weise soll der Einfluss der Grundwerkstoffe auf das Messsignal untersucht werden und ob bei größeren Messabständen auch noch eine Differenzierung zwischen den verschiedenen Fehlstellen möglich ist.

### 5.7.2 Ergebnisse

Die berechnete Spannungsverteilung für die verschiedenen Fehlerarten im Lotwerkstoff sind in Abbildung 5.45 für den Fall dargestellt, dass die Stromeinleitung an der Oberfläche und in Reihe mit der Spannungsmessung erfolgt. Die Bilder zeigen einen Querschnitt durch in der Ebene der Spannungsmessung. Das Spannungspotenzial wird farblich auf den Querschnitt aufgetragen und reicht von -20,1 mV bis 61,5 mV. Innerhalb dieses Wertebereichs wird der Farbgradient zur Darstellung der Span-

nungsverteilung im Lötnahtbereich hin optimiert, so dass die Verteilung des Spannungspotentials sichtbar wird.

Im Falle der intakten Lötnaht (111) ist die Verteilung des Spannungspotenzials zwischen den Stromeinleitungsstellen als homogen und breitet sich durch die Lötnaht aus. Zum Auffinden von Fehlern muss die Spannungsverteilung jedoch deutliche Unterschiede im Bereich der Spannungsmesspunkte zu der Ausprägung (111) aufweisen. In diesem Zusammenhang führen Fehler zu Störungen in der Spannungsverteilung mit einer unterschiedlichen Charakteristik. Ein sich in der Lötnaht befindlicher Spalt wie (011) und (001) hat einen starken Einfluss auf die Verteilung des Spannungspotenzials, während einer Fehler wie (101) ein nahezu identisches Spannungspotenzial auf der Oberfläche erzeugt wie (111). Gleiches gilt auch für die Probe (110), die auf der Oberfläche ebenfalls kaum eine Änderung in der Verteilung offenbart. So sind innenliegende Fehler oder auf der gegenüberliegenden Seite nur schwer mit dieser Messanordnung zu detektieren.

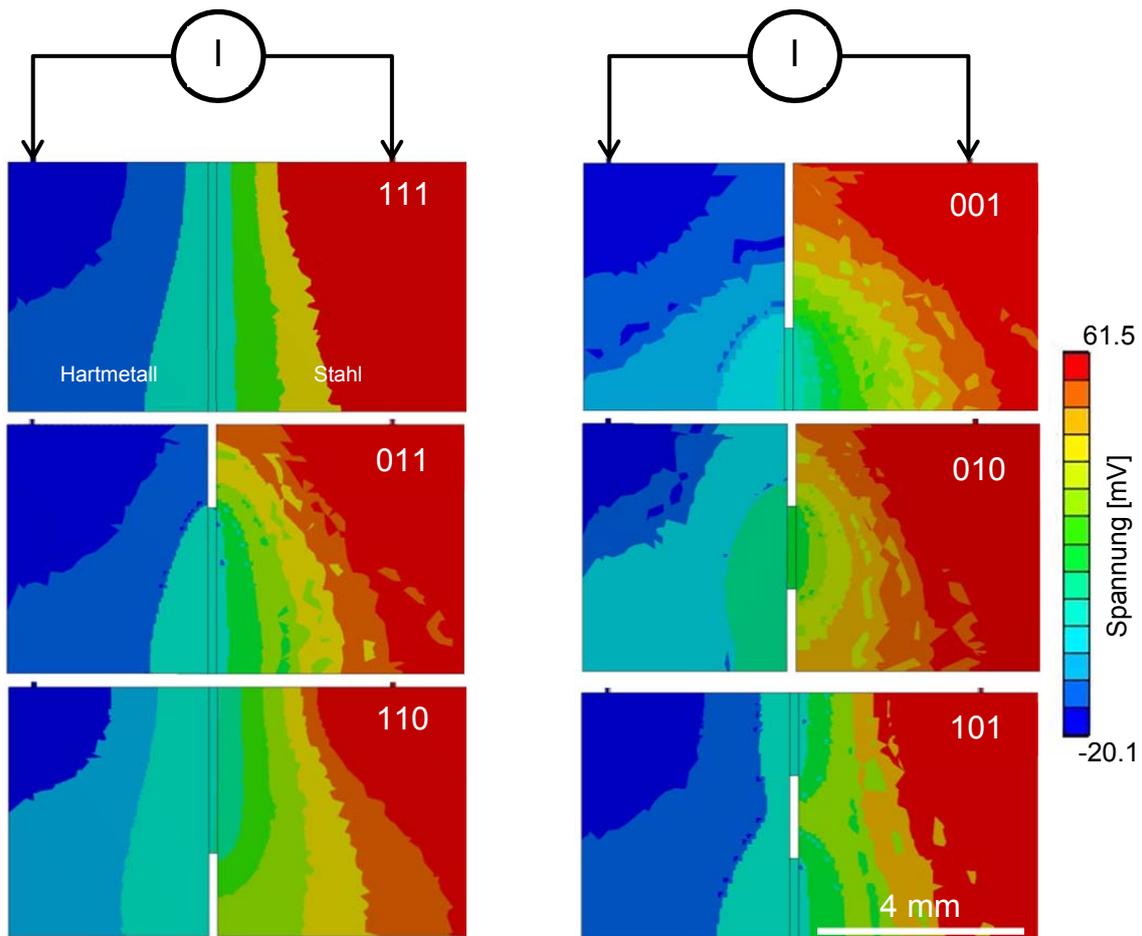


Abbildung 5.45 Elektrische Spannungsverteilung im Volumen der Probekörper mit verschiedenen Fehlerlagen und die Stromeinleitung erfolgt von der Oberfläche aus [173]

Die Ausprägung der Lötnaht wie in (010) zeigt ebenfalls eine deutliche Störung der Verteilung des Spannungspotenzials, deren Unterschied im Vergleich zu (011) jedoch gering ist. Die berechnete Verteilung des Spannungspotenzials für eine Stromquelle, die an den beiden Stirnflächen angebracht wurde, ist in Abbildung 5.46 dargestellt. Auch hier sind die Querschnitte mittig auf Höhe der Spannungsmessung platziert. Im Vergleich zu Abbildung 5.45 sind die Verteilungen der Spannungspotenziale deutlich homogener durch das Volumen der gesamten Probekörper verteilt. Der Wertebereich reicht von -9,1 mV bis 8,5 mV niedriger als in der vorherigen Anordnung aufgrund der deutlich längeren Distanz, die der elektrische Strom durch den Leiter von der einen zur anderen Seite zu fließen hat.

Der Probekörper mit einer dichten Lötnaht (111) liefert eine sehr homogene Verteilung des Spannungspotenzials. Auch hier führen Defekte in der Lötnaht zu Störungen in der Verteilung des Spannungspotenzials. Der Defekt (011), welcher nahe der oberen Oberfläche mit den Kontakten zur Spannungsmessung liegt, zeigt einen deutlichen Unterschied zu Probe (111), weshalb auch hier die obenliegenden Fehlstellen gut zu detektieren sind. Ein Fehler in der Mitte (101) oder auf der gegenüberliegenden Seite (110) erzeugt vergleichsweise geringere Störungen im Spannungspotenzial auf der oberen Seite.

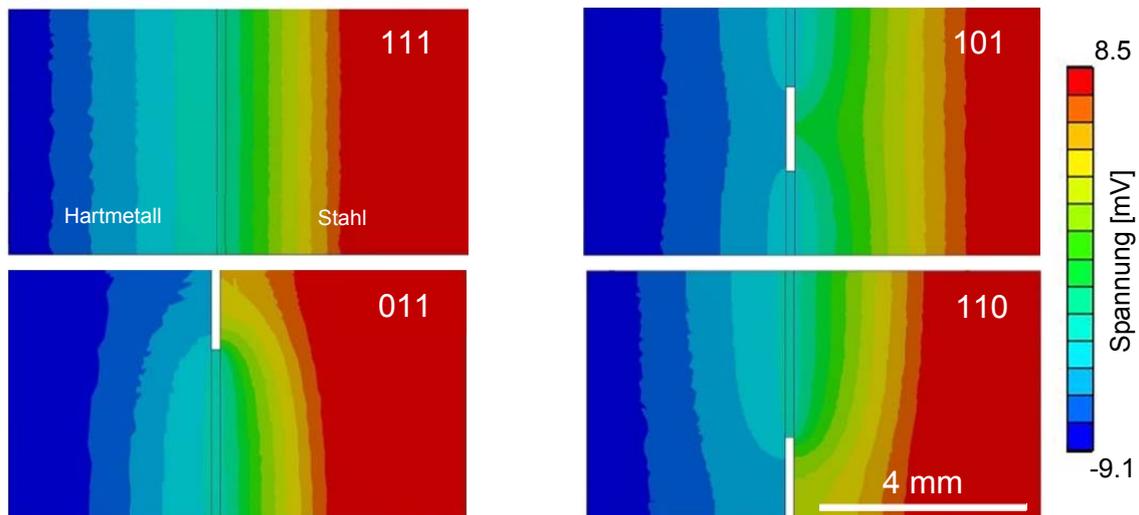


Abbildung 5.46 Elektrische Spannungsverteilung im Volumen der Probekörper mit verschiedenen Fehlerlagen und die Stromeinleitung erfolgt von den seitlichen Stirnflächen [173]

Zur Berechnung der elektrischen Widerstände mit Hilfe der simulierten Verteilungen der Spannungspotenziale an den verschiedenen Messpunkten ist es notwendig, die

einzelnen Spannungspotenziale  $U_1$  und  $U_2$  an den spezifischen Messpunkten abzulesen und deren Differenz für den Spannungsabfall  $\Delta U$  zu bestimmen. Dieser Spannungsabfall  $\Delta U$  ist vergleichbar mit dem Wert, der in einer realen Messung abgelesen wird.

Tabelle 5.10: Berechnete Spannungsdifferenz  $\Delta U$  bei Applizierung der Stromquelle in Reihe mit der Spannungsmessung mit 3 verschiedenen Abständen

Probekörper		111	011	101	001	010	110
Abstand 1 (1,2 mm)	$U_1$ [mV]	0.450	0.761	1.007	0.146	1.790	0.284
	$U_2$ [mV]	0.330	0.353	0.871	-0.705	1.322	0.152
	$\Delta U$ [mV]	0.120	0.408	0.136	0.851	0.468	0.132
Abstand 2 (3,2 mm)	$U_1$ [mV]	0.632	0.868	1.202	0.230	1.905	0.480
	$U_2$ [mV]	0.264	0.311	0.800	-0.740	1.277	0.081
	$\Delta U$ [mV]	0.368	0.557	0.402	0.970	0.628	0.399
Abstand 3 (5,2 mm)	$U_1$ [mV]	0.957	1.160	1.532	0.497	2.206	0.816
	$U_2$ [mV]	0.139	0.193	0.673	-0.851	1.156	-0.047
	$\Delta U$ [mV]	0.818	0.968	0.859	1.348	1.050	0.863

Die Messwerte der Spannungspotenziale  $U_1$  und  $U_2$  sowie der aus den Simulationsergebnissen berechnete Spannungsabfall  $\Delta U$  je Messabstand und Position sind in Tabelle 5.10 für die in Reihe mit der Spannungsmessung applizierte Stromquelle und in Tabelle 5.11 für die an den Stirnflächen applizierte Stromquelle aufgetragen. Durch das Vergrößern des Abstandes der Kontakte zur Spannungsmessung steigt der Spannungsabfall  $\Delta U$  vergleichbar an. Die Werte bleiben aber mit einem Wertebereich von 0,12 mV bis 1,35 mV relativ gering bei der Stromquelle in Reihe mit der Spannungsmessung.

Tabelle 5.11: Berechnete Spannungsdifferenz  $\Delta U$  bei Applizierung der Stromquelle an den Stirnflächen und Variation der Spannungsmessung mit 3 verschiedenen Abständen

Probekörper		111	011	101	001	010	110
Abstand 1 (1,2 mm)	$U_1$ [mV]	1.500	-0.149	-2.059	1.178	2.727	-8.883
	$U_2$ [mV]	1.410	-0.465	-2.164	0.464	2.340	-8.987
	$\Delta U$ [mV]	0.089	0.317	0.105	0.715	0.387	0.105
Abstand 2 (3,2 mm)	$U_1$ [mV]	1.620	-0.088	-1.925	1.219	2.797	-8.744
	$U_2$ [mV]	1.370	-0.485	-2.209	0.451	2.317	-9.034
	$\Delta U$ [mV]	0.249	0.397	0.284	0.768	0.480	0.289
Abstand 3 (5,2 mm)	$U_1$ [mV]	1.740	0.006	-1.800	1.291	2.901	-8.611
	$U_2$ [mV]	1.330	-0.516	-2.250	0.428	2.283	-9.078
	$\Delta U$ [mV]	0.409	0.522	0.450	0.863	0.619	0.467

Wird die Stromversorgung an den Stirnflächen angebracht, sinkt der messbare Spannungsabfall  $\Delta U$  auf einen Wertebereich zwischen 0,10 mV und 0,86 mV. Diese Werte zeigen die Notwendigkeit einer sehr präzisen Spannungsmessung, um den elektrischen Widerstand mit Hilfe der 4-Leiter-Messtechnik selbst bei einer Stromstärke von 5 A zu messen und somit Rückschlüsse auf kleine Defekte im Lötnahtbereich durchführen zu können.

Die somit aus der FEM-Simulation resultierenden Widerstände sind zur besseren Vergleichbarkeit in den Diagrammen von Abbildung 5.47 und Abbildung 5.48 dargestellt. Grundsätzlich sind die Ergebnisse bzw. das Verhalten mit den real gemessenen Widerständen vergleichbar. Abweichungen ergeben sich über vereinfachenden Annahmen, die bei der Simulation gemacht wurden, wie beispielsweise die Annahme homogener Körper für die verwendeten Werkstoffe.

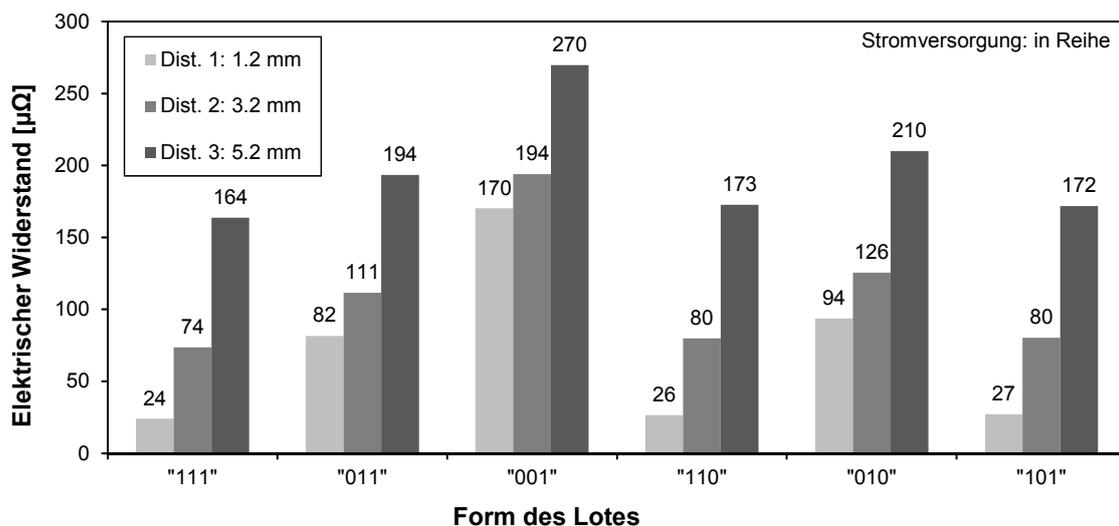


Abbildung 5.47 Der elektrische Widerstand an der Lötnaht in Abhängigkeit der Distanz zwischen den Kontakten zur Spannungsmessung und mit der Stromquelle in Reihe mit der Messung

In Abbildung 5.47 sind die elektrischen Widerstände für die Spannungswerte aus Tabelle 5.10 aufgetragen. Wie bereits erwähnt, steigt mit Vergrößerung des Abstandes zwischen den Messpunkten der Spannungspotenziale von einem Abstand von 1,2 mm auf 5,2 mm auch der elektrische Widerstand aller betrachteten Probekörper an. In diesem Zusammenhang hat die fehlerfreie Probe (111) in allen Zuständen den geringsten Widerstand, während die Fehler in (011) und (001) zu einem deutlich höheren Widerstand führen. Bei eingehender Betrachtung des Abstandes von 1,2 mm fällt auf, dass der Widerstand von Probe (111) auf (011) um 242 % ansteigt, bei

einem Abstand von 5,2 mm der absolute Widerstand allerdings nur noch um 18 % bezogen auf den Ausgangswiderstand steigt. Dieses Verhalten des Messverfahrens zeigt, dass die höchste Genauigkeit für Fehlstellen nahe der Oberfläche erreicht wird, wenn die Abgriffe der Spannungsmessung möglichst nahe an der Lötnaht platziert werden aber die Fehler auch bei größeren Abständen von 3 mm oder 5 mm immer noch deutlich mit Hilfe der 4-Leiter-Methode zu erkennen sind.

Um festzustellen, ob innenliegende Fehlstellen zu detektieren sind, müssen die Widerstandswerte zwischen Probe (111) und (101) miteinander verglichen werden. Der vorliegende prozentuale Anstieg erreicht bei einer Distanz von 1,2 mm einen Wert von 13 % und sinkt auf 4,8 % bei einer Distanz von 5,2 mm, so erscheint die Detektion in dem Messaufbau mit der Stromquelle in Reihe zu der Spannungsmessung prinzipiell möglich. Bei Betrachtung der absoluten Widerstandsänderung beträgt die Differenz bei 1,2 mm lediglich  $3 \mu\Omega$  und bei einer Distanz von 5,2 mm  $8 \mu\Omega$ . Prinzipiell könnte somit der innenliegende Fehler mit einem präzisen Messverfahren detektiert werden, allerdings liegt die absolute Widerstandsänderung je nach Anwendungsfall bereits in der Genauigkeit des Messverfahrens bzw. können hier auch andere Einflussfaktoren wie Inhomogenitäten im Werkstoff wie Ausscheidungen die Detektion von Poren im Fügeverbund erschweren. Wird der Abstand zwischen den Punkten zur Spannungsmessung sukzessive erhöht, steigt nicht nur der absolute Widerstand, sondern auch die Differenz zwischen zur Identifikation der innenliegenden Fehlstelle. Liegen die Kontakte weiter auseinander, dringt die Verteilung des Spannungspotenzials tiefer in das Volumen ein, so dass hierdurch eine Detektion der innenliegenden Fehlstellen möglich wird. Ähnliches ist auch bei Fehlern auf der gegenüberliegenden Seite (110) zur Spannungsmessung zu erkennen. Diese Fehler haben fast den gleichen Einfluss auf die Messung wie der innenliegende Defekt.

In Abbildung 5.48 besitzen die elektrischen Widerstandswerte das gleiche Verhalten wie in Abbildung 5.47, allerdings sind hier die absoluten Widerstände deutlich kleiner aufgrund des niedrigeren Spannungspotenzials durch das größere vom Strom durchflossene Volumen der Probekörper. Zu den bereits in Abbildung 5.47 gemachten Beobachtungen fallen ein paar Unterschiede auf, die im Folgenden behandelt werden. Der prozentuale Anstieg des Widerstandes von Probe (111) auf (011) bei einer Distanz von 1,2 mm beträgt 250 %, der hier 8 % höher ausfällt als bei einer

Messung mit der Stromversorgung in Reihe zur Spannungsmessung. Des Weiteren hat die hier betrachtete Variante der Positionen zur Stromeinspeisung an den Stirnflächen einen Einfluss auf den auf der Gegenseite befindlichen Fehler (110) als ein innenliegender Fehler (101). Dies bedeutet, dass mit einer homogenen Verteilung der Spannungspotenziale durch die Einspeisung an den Stirnflächen prinzipiell auch Fehler auf der gegenüberliegenden Seite der Spannungsmessung detektiert werden können.

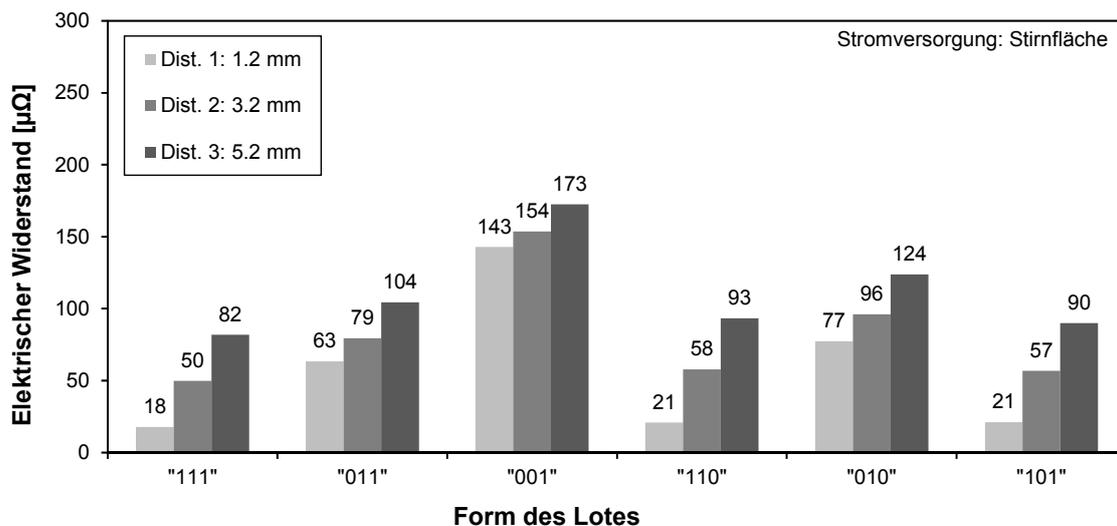


Abbildung 5.48 Der elektrische Widerstand an der Lötnaht in Abhängigkeit der Distanz zwischen den Kontakten zur Spannungsmessung und mit der Stromeinspeisung an den Stirnflächen

Allerdings fällt auch hier die absolute Widerstandsänderung mit lediglich  $3 \mu\Omega$  sehr gering aus, dass eine reproduzierbare Detektion dieser Fehlerart bei verschiedenen Probekörpern eine Herausforderung darstellt. Eine Verstärkung dieses Effektes und somit eine Verbesserung der Detektionsmöglichkeit könnte durch eine Erhöhung des Prüfstroms entstehen, wobei allerdings auch die Erwärmung berücksichtigt werden müsste.

### 5.7.3 Diskussion

Die FEM-Simulation des Messaufbaus zur Prüfung von Fügeverbunden mit Hilfe der 4-Leiter-Methode ergab folgende Erkenntnisse:

Die Analyse der elektrischen Widerstände an einer Lötnaht erfordert eine sehr präzise Beschreibung der durchgeführten Methodik. Der Messaufbau hat einen sehr hohen Einfluss auf das Messergebnis. Entscheidend sind hierbei sowohl die Positio-

nierung der Stromversorgung als auch der Spannungsmessung. Diese Positionen sollten über verschiedene Proben nicht verändert werden, da sich sonst der absolute Messwert in Folge der sich ausbildenden Verteilung der Spannungspotenziale bereits deutlich unterscheiden kann. Allerdings beweisen beide Platzierungen der Stromkontaktierungen ihre Vorteile. So erzeugt ein Platzieren der Stromversorgung in Reihe der Spannungsmessung einen höheren Spannungsabfall am Messort bzw. der Lötnaht selbst. Dies kann dabei helfen, Fehler an Lötflächen zu detektieren, die grundsätzlich nur einen geringen Spannungsabfall produzieren. Dies gilt ebenso, wenn die Detektion von kleinen oberflächennahen Fehlern an bestimmten Positionen notwendig ist, da diese an der Hohlkehle zu kritischen mechanischen Spannungszuständen führen.

Wird die Stromversorgung so angebracht, dass sich im Bauteil eine möglichst homogene Verteilung der Spannungspotenziale über das gesamte Volumen einstellt, so ergeben sich auch einige Vorteile für die Prüfung. In diesem Fall resultiert eine höhere prozentuale Änderung der Widerstandswerte im Vergleich zur ersten Stromapplikation und die besteht Möglichkeit, auch Fehlstellen auf der gegenüberliegenden Seite der Spannungsmessung zu identifizieren. Allerdings muss hierzu eine sehr exakte Messung erfolgen, da hier die Spannungsabfall bzw. die Widerstandsänderung deutlich geringer ist als bei oben liegenden Fehlern. Hierbei könnten allerdings höhere Prüfströme helfen höhere Spannungspotenziale zu erzeugen, die das Messen der Änderungen vereinfacht. Hierbei müsste allerdings wieder das ungewollte Aufheizen der Probe beobachtet werden.

Grundsätzlich kann die FEM-Simulation zur Auslegung und Entwicklung der Widerstandsmessung für reale Bauteile genutzt werden, um somit die optimalen Positionen zur Stromkontaktierungen und Spannungsmessung zu identifizieren.

## **5.8 Gegenüberstellung und Bewertung**

Die vorangegangenen Abschnitte beschrieben die Untersuchung von gelöteten Fügeverbindungen aus Stahl/Hartmetall mit verschiedenen Methoden. Neben etablierten zerstörenden Prüfmethoden wie die Messung der Scherfestigkeit oder auch die metallographische Analyse des Lötgutes anhand von Querschliffen wurden auch zerstörungsfreie Prüfverfahren wie die Ultraschallprüfung, Röntgendurchstrahlung und insbesondere als neuartige Methode die elektrische Widerstandsmessung in

Form der 4-Leiter-Technik eingesetzt. Ziel dieser Untersuchungsreihe ist insbesondere die Klärung, ob die elektrische Widerstandsmessung als alternative zerstörungsfreie Prüfmethode innerhalb einer Fertigungslinie genutzt werden kann. Hierzu werden in diesem Abschnitt nun die erzielten Ergebnisse diskutiert und die Vor- und Nachteile der verschiedenen Prüfmethoden verglichen, um diese zu bewerten und die Anwendungsmöglichkeiten aufzuführen. Dazu werden zunächst die Kriterien vorgestellt, anhand derer die Bewertung stattfand.

Das erste Kriterium „*Fehlerdetektion*“ umfasst welche Arten von Fehlern mit Hilfe des Prüfverfahrens identifiziert werden können. Hierzu zählen neben den volumetrischen Fehlern wie Poren, Lunker und Rissen auch festigkeitssenkende Phasen. Im zweiten Kriterium „*Auflösung*“ wird bewertet, ob es Einschränkungen bezüglich der Größe und der Position des Fehlers im Lötgut gibt. Können die Fehler beispielsweise nur oberflächennah oder auch im Inneren des Lötguts identifiziert werden. Das Kriterium „*Prüfdauer*“ bewertet die Prüfverfahren in Bezug auf die notwendige Zeit zur Durchführung der Messung über die Aufbereitung bis hin zur Interpretation des Messergebnisses, um eine Aussage über die erreichte Lötnahtqualität treffen zu können. Im Kriterium „*Anwendung*“ wird die Komplexität der Prüfmethode bewertet, um ein aussagefähiges Ergebnis zu erhalten. Hierzu zählen Eigenschaften, ob eine speziell geschultes Personal zur Prüfung der Bauteile notwendig ist und ob die resultierenden Ergebnisse für sich allein geeignet sind, um eine Aussage über die Qualität zu tätigen. Das letzte Kriterium „*Kosten*“ beurteilt abschließend noch die Kosten, die für die Prüfmethoden in der Anschaffung und der Anwendung anfallen. Die Bewertung der einzelnen Kriterien erfolgt in drei Stufen von „+“ für gut, „o“ für zufriedenstellend bis „-“ als schlecht. Das Ergebnis der Beurteilung ist in Tabelle 5.12 zusammengefasst und wird im Folgenden erläutert.

Die *Ultraschallprüfung* stellt im Kontext dieser Betrachtung eines der vielseitigsten Instrumente zur Beurteilung der Lötnahtqualität dar. Durch die Anwendung dieser Prüfmethode können insbesondere volumetrische Fehler im Lötgut gefunden werden, deren Ausbreitungsebene senkrecht zur Schalleinleitung liegt. Neben Poren, Lunkern und ist es auch möglich, spröde Phasen zu detektieren, wenn sich die akustischen Eigenschaften zum Lötgut und Grundwerkstoff unterscheiden [113]. Die hier durchgeführte Untersuchung hat zudem gezeigt, dass der Lötspalt einen prüffrequenzabhängigen Einfluss auf das Reflexionsverhalten hat und bei der

Ultraschallprüfung insbesondere berücksichtigt werden muss. Durch die Anwendung von hochfrequenten und punktfokussierten Prüfköpfen können auch kleinste Fehlstellen identifiziert werden, deren Größe bis in den  $\mu\text{m}$ -Bereich ragen [176]. Die Prüfdauer kann als moderat betrachtet werden. Sowohl die Hand- als auch die automatisierte Prüfung bedarf einer gewissen Zeit und kann weder innerhalb von ein paar Sekunden durchgeführt werden, noch ist ein solch außerordentlicher Zeitaufwand wie bei einer metallographischen Untersuchung notwendig. Im Kriterium Anwendung erhält die Ultraschallprüfung eine negative Bewertung, da einerseits für die Messung geschulte Techniker und auch die Auslegung der Prüfung zu einer ingenieurwissenschaftlichen Leistung gehört und besonderes Grundlagenwissen benötigt. Die Kosten variieren zwischen der Anschaffung eines einzelnen Handgerätes samt Prüfkopf bis hin zu einer Tauchtechnik-Anlage bzw. Ultraschallmikroskops.

Tabelle 5.12: Gegenüberstellung und Bewertung der angewandten Verfahren

	<b>Fehler- detektion</b>	<b>Auflösung</b>	<b>Prüfdauer</b>	<b>Anwendung</b>	<b>Kosten</b>
<b>Ultraschall</b>	+	+	o	-	0
<b>Röntgen (DS / CT)</b>	o / +	o / +	o / -	o / -	o / -
<b>Scherprüfung</b>	o	-	+	+	+
<b>Fraktographie</b>	+	+	o	o	o
<b>Metallographie</b>	+	+	-	-	o
<b>Elektrischer Widerstand</b>	o	o	+	+	+

Die *Röntgenprüfung* ist ähnlich wie die Ultraschallprüfung eine volumetrisches Prüfmethode, so dass insbesondere 3-dimensionale Fehler im Lötgut detektiert werden können. Zur Fehlerdetektion ist ebenfalls ein hoher Kontrast der Imperfektionen notwendig. Dieser resultiert aus den Absorptionskoeffizienten für die eingesetzte Röntgenstrahlung. Hierbei schwächen Elemente mit einer niedrigen Ordnungszahl wie Kohlenstoff die Strahlung grundsätzlich weniger als Elemente mit einer hohen Ordnungszahl wie Wolfram. Daher können Fehlstellen wie Lunker und Poren besonders gut mit Hilfe der Durchstrahlung identifiziert werden. Mit Hilfe

einer Computertomographie lassen sich die Fehlstellen sogar 3-dimensional darstellen. Die Auflösung kann je nach verwendeter Anlage bis zu wenigen Mikrometern betragen. Um eine hohe Auflösung zu erreichen, damit für die Festigkeit der Fügeverbindung auch relevante Fehlstellen erkannt werden, dürfen die Bauteile je nach den verwendeten Werkstoffen eine bestimmte Größe nicht überschreiten, da sonst zu wenig Kontrast im Röntgenbild erscheint. Bei den hier betrachteten Probekörpern, stellt insbesondere das Hartmetall die kritische Komponente für die Durchstrahlungsprüfung dar. Die im Messaufbau kleinste zu realisierende Durchstrahlungslänge betrug 8 mm und absorbierte nahezu sämtliche Strahlung, so dass kein ausreichender Materialkontrast im Hartmetall vorlag. Die Lötnaht konnte dennoch analysiert werden, in dem die Strahlung senkrecht auf die Lötnaht gerichtet wurde und somit die Strahlung vom Detektor bis zur Quelle nicht das Hartmetall passieren muss. Die Prüfdauer verhält sich vergleichbar zur Ultraschallprüfung, wobei die Erstellung eines Computertomogramms durch die Aufnahme mehrerer Durchstrahlungsbilder deutlich zeitintensiver ist. Durch den notwendigen Strahlenschutz, wie auch das Einrichten und Bedienen der Anlage, besitzt die Röntgenprüfung einen höheren Aufwand und auch die Anschaffungskosten sind im Vergleich zu den anderen Verfahren deutlich höher, worin die negative Bewertung begründet liegt.

Die *Scherprüfung* steht in dieser Betrachtung stellvertretend für alle festigkeitsbestimmenden Prüfmethoden und hat somit einen zerstörenden Charakter, wodurch eine weitere Nutzung der Lötnaht ausgeschlossen ist. Dennoch lässt sich mit Hilfe der Scherprüfung auf einfache und schnelle Weise ein Anhaltswert in Form der Scherfestigkeit der Lötverbindung bestimmen und somit eine Aussage über die erreichte Qualität machen. Vom losgelösten, alleinigen Festigkeitswert kann jedoch zunächst noch keine Fehlerbeschreibung erfolgen, so dass weiterführende Untersuchungen notwendig sind. Aus diesem Grund wird die Fehlerdetektion hier mit zufriedenstellend und das Auflösungsvermögen als schlecht bewertet, da der Überbeanspruchung in Folge der Scherbelastung nicht den üblichen Belastungsfall einer Fügeverbindung darstellt. Realistischer, jedoch auch deutlich zeitaufwändiger, wären Dauerbeanspruchungen unterhalb der maximalen Festigkeit [177]. Dennoch ist diese Prüfmethode gerade in der Prozessentwicklung ein probates Mittel, um das Lötverfahren einzustellen. Allerdings unterliegen die Festigkeitswerte einer gewissen Schwankung, so dass ein einzelner Festigkeitswert selten alleine, sondern je Parametereinstellung im

Kontext der zugrundeliegenden Streubreite betrachtet werden muss. Die Prüfung selbst dauert nur wenige Sekunden zur Abscherung und Kraftmessung an den einzelnen Lötproben und stellt somit einen weiteren klaren Vorteil dieses Verfahrens dar. Hinsichtlich der Anwendung erhält die Scherprüfung ein positives Urteil, da die Durchführung durch das Einspannen der Probe, Kraftaufbringung des Stempels und der Messung der Kraft im Vergleich zu den anderen Verfahren sehr einfach ist. Und auch die Kosten sind bei diesem Verfahren verhältnismäßig gering, da lediglich ein Scherwerkzeug samt Druckaufbringung und Kraftmessung benötigt wird.

Nach der Scherprüfung können durch eine *fraktographische* Untersuchung der Bruchfläche weitere Informationen über den Schädigungsverlauf erlangt werden. Auch nach einem Schadensfall an der Lötverbindung wird die Fraktographie zur Klärung des Versagens herangezogen. Durch die makro- bzw. mikroskopische Untersuchung des Bruchbildes lassen sich häufig die Versagensgründe identifizieren und hieraus Verbesserungsvorschläge für den Lötprozess ableiten. Deshalb werden die Möglichkeiten zur Fehlerdetektion und auch die Auflösung dieses Verfahrens als gut bewertet. Das Identifizieren von Fehlern geschieht in einem zufriedenstellenden Zeitrahmen, da von einer Präparation in vielen Fällen abgesehen werden kann. Bezüglich der Anwendung der Fraktographie muss festgehalten werden, dass tieferegehende prozess- als auch werkstoffkundliche Kenntnisse notwendig sind. Zwar können Merkblätter oder Regelwerke zur Hilfe genommen werden, jedoch ist der Anforderungsgrad zur korrekten Durchführung der Fraktographie höher als beispielsweise bei der alleinigen Scherprüfung. Deshalb erhält das Verfahren für das Kriterium „Anwendung“ ein zufriedenstellend. Bezüglich des Kostenaufwandes schneidet die Fraktographie ebenfalls gut ab, da die Bruchflächen nur einer Sichtprüfung unterzogen werden, wozu optische Hilfsmittel wie Makro- bzw. Mikroskope notwendig sind. Sollte an den Bruchflächen auch weitergehende Untersuchungen bezüglich der chemischen Zusammensetzung oder höhere Vergrößerungen bzw. Tiefenschärfe notwendig sein, muss ein Rasterelektronenmikroskop genutzt werden, wodurch der Kostenfaktor deutlich ansteigt.

Die *Metallographie* gehört bei der Analyse des Lötguts zu den etablierten und präzisesten Untersuchungsmethoden. Die licht- bzw. rasterelektronenmikroskopische Inspektion am präparierten und gegebenenfalls geätzten Querschliff ermöglicht einen detailreichen Einblick, so dass neben Poren und Rissen, auch das Gefüge des

Lötguts bestimmt werden kann. Die Auflösung reicht hierbei bis unterhalb eines Mikrometers. Von Nachteil für die Auflösung bzw. Fehlerdetektionsmöglichkeiten ist allerdings, dass der Querschliff meist „blind“ in die Lötnaht gelegt wird und die Draufsicht nur einen zweidimensionalen Ausschnitt der gesamten Lötnaht zeigt, während volumetrische Prüfmethode wie die Röntgen- oder Ultraschallprüfung die gesamte Fläche der Lötnaht betrachten können. So birgt die metallographische Untersuchung die Gefahr, dass entscheidende Bereiche des Lötguts eventuell nicht berücksichtigt werden bzw. unentdeckt bleiben. Auch die Prüfdauer ist im Vergleich zu den anderen hier betrachteten Verfahren durch die Notwendigkeit der vorherigen Präparation des Querschliffs bestehend aus Trennen, gegebenenfalls Einbetten, Polieren deutlich höher. Bezüglich der Anwendbarkeit muss auch festgestellt werden, dass eine ungelernete Person weder bei der Präparation noch bei der Analyse zu zufriedenstellenden Ergebnissen kommen wird, so dass hier eine besondere Qualifikation notwendig ist. Im Vergleich zu den anderen Prüfverfahren halten sich die Investitionskosten im moderaten Bereich, sofern nur lichtmikroskopische Hilfsmittel für die Analyse betrachtet wird, das aber für viele Gebrauchsfälle ausreichend ist.

Als letzte Prüfmethode in dieser Gegenüberstellung steht die *elektrische Widerstandsmessung* natürlich im Fokus dieser Betrachtung. Die vorangegangene Untersuchung hat nachgewiesen, dass die Widerstandsmessung zum Nachweis von Fehlern im Lötgut geeignet ist. Insbesondere Fehler nahe den applizierten Messkontakten können gut detektiert werden, wodurch sich die Fehlstellen präzise lokalisieren lassen. Die hier erzielten Ergebnisse lassen darauf schließen, dass auch Änderungen des Lötguts detektiert werden können, sofern sie in einer ausreichenden Menge vorhanden sind. Es ist dabei weiterhin zu berücksichtigen, dass noch weitere Einflussfaktoren wie auch der Lötspalt und die verwendeten Werkstoffe existieren. So haben insbesondere Fehler wie Poren und nicht benetzte Bereiche den größten Einfluss auf den elektrischen Widerstand und lassen sich mit dem Verfahren am besten detektieren. Da sich der Nachweis bei der hier applizierten Variante lediglich auf oberflächennahe Fehler beschränkt, wird lediglich eine zufriedenstellende Bewertung für das Auflösungsvermögen vergeben. Ganz im Gegenteil zur Prüfdauer, sofern eine entsprechende Halterung verwendet wird. Das Verfahren lässt sich prinzipiell in bestehende Fertigungsautomaten integrieren lässt, sofern die Prüfung

einer Lötnaht innerhalb von wenigen Sekunden geschieht. Mit genügend Erfahrungswerten können hierbei Grenzbereiche für den elektrischen Widerstand definiert werden, ab den die Lötnaht nicht mehr dem geforderten Qualitätsniveau entspricht. So ließe sich die Widerstandsmessung in Form einer einfachen Ampelfunktion auch für ungelernte Personen nutzen. Es wäre sogar denkbar das Verfahren in den automatisierten Fertigungsprozess einzubinden und im Falle von steigenden, den zuvor definierten Grenzwert überschreitenden Widerstandswerten bzw. beim Sinken des Qualitätsniveaus mit Hilfe eines Alarms den Bediener die Notwendigkeit der Korrektur der Prozessparameter zu symbolisieren. Im Vergleich zu den anderen Prüfverfahren liegen die Anschaffungskosten für die elektrische Widerstandsmessung im unteren Niveau. Neben einer stabilen Stromquelle ist lediglich eine präzise Spannungsmessung notwendig. Die Kontaktierung erfolgte in diesem Kapitel anhand von Punktschweißungen der Drähte direkt an die Probekörper. Für eine zerstörungsfreie Prüfung sollte die Oberflächenbeschaffenheit nicht beeinträchtigt werden, so dass eine alternative Kontaktierungsmöglichkeit gefunden werden muss. Die Möglichkeiten zur zerstörungsfreien Bauteilprüfung werden daher in Kapitel 6 am Beispiel von Hartmetallbohrern evaluiert.

## 6 Prüfung von Hammerbohrern

In diesem Kapitel werden die vorangegangenen Erkenntnisse genutzt, um die elektrische Widerstandsmessung an gelöteten Hammerbohrern mit Hartmetallschneide zu demonstrieren. Hierzu wurde zunächst ebenfalls eine Untersuchung mittels punktgeschweißter Kontaktierungen durchgeführt und diese Bohrer im Anschluss weiter mit Hilfe der Ultraschallprüfung in Tauchtechnik und einer metallographischen Untersuchung analysiert [178]. Danach erfolgte die Konstruktion einer geeigneten Vorrichtung mit einer alternativen Kontaktierung in Form von gefederten Messspitzen, um die Punktschweißung durch eine für die Oberfläche schonendere Kontaktierung zu substituieren [179].

### 6.1 Hammerbohrer

Hammerbohrer werden eingesetzt, um mineralische Werkstoffe wie Beton oder Natursteinen zu bearbeiten. Da die Verschleißbeständigkeit einer metallischen Schneide gegenüber den harten Mineralien sehr gering ist und auch Hartstoffschichten wie TiN den Einsatzbedingungen nicht standhalten, werden die Schneiden aus Hartmetall gefertigt. Ein handelsüblicher Hammerbohrer mit einer solchen Hartmetallschneide ist in Abbildung 6.1 zu sehen. Charakteristisch für den Hammerbohrer ist die längliche Nut am rechten Einsteckende, so dass der Bohrer mit dem Bohrfutter nicht fest verbunden ist, sondern in der Drehbewegung einen axialen Hammerschlag ausführen kann. Die Stoßbewegung wird über den Schaft und das Hartmetallsegment auf das Bohrmaterial übertragen, wodurch dem spröden Beton zugesetzt wird. Durch

die zusätzliche Rotationsbewegung brechen die Partikel schließlich heraus und werden über das Schneckengewinde des Schaftes abtransportiert.

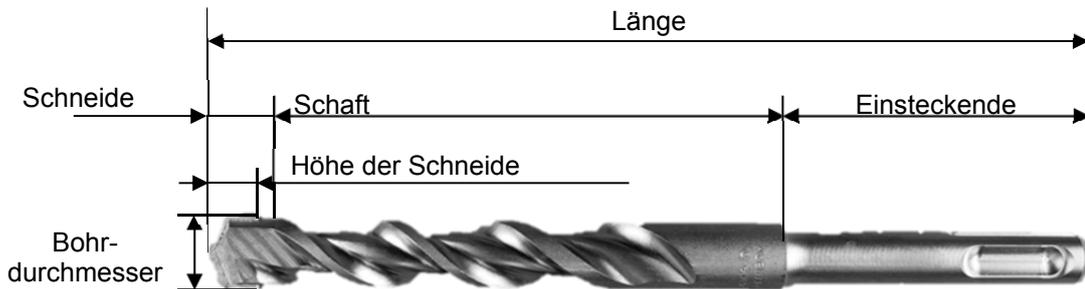


Abbildung 6.1 Geometrie eines Hammerbohrers

Das Hartmetallsegment wird für gewöhnlich mittels Lötens auf den Schaft aufgebracht. Da diese Fügeverbindung die hohen kinetischen Energien der Stoßbewegung nicht nur über-, sondern auch ertragen muss, ist eine hohe dynamische Festigkeit der Verbindung gefordert. Aus diesem Grund werden als Lotwerkstoff meist reine Kupferlote eingesetzt. Die Applikation des Lotes erfolgt als Paste, die beim Erschmelzen durch die Kapillarkräfte in den Lötspalt hineingezogen wird. Aufgrund der hohen Schmelztemperatur von über 1000 °C werden die Bohrer häufig in Öfen unter Schutzgasatmosphäre gelötet.

Tabelle 6.1: Zusammensetzung des Vergütungsstahls 34CrNiMo6, Angaben in Gew.-% [180]

Stahl	C	Cr	Mn	Mo	Si	Ni	Fe
34CrNiMo6	0,34	1,50	0,50	0,25	0,25	1,55	95,61

Tabelle 6.2: Zusammensetzung der verwendeten Hartmetallsorten [181]

Hartmetall	Hartstoff	Korngröße [µm]	Binder	Anteil [Gew.-%]	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Härte [HV30]
K20	WC	0,6 - 0,8	Co	8,0	14,6	1710

Die in dieser Untersuchung verwendeten Bohrer wurden von der DreBo Werkzeugfabrik GmbH zur Verfügung gestellt. Das Hartmetallsegment besteht aus WC mit 8 Gew.-% Kobalt und hat einen Durchmesser von 14 mm und eine Höhe von 10 mm. Der Schaft wiederum ist aus dem Vergütungsstahl 34CrNiMo6 gefertigt und knapp 95 mm lang. Die chemische Zusammensetzung des Vergütungsstahls ist in Tabelle 6.1

und die des Hartmetalls in Tabelle 6.2 wiedergegeben. Die Länge der Einsteckenden beträgt 57 mm. Für die Untersuchung der elektrischen Widerstandsmessung bezüglich der Prüffähigkeit an diesem Werkzeug wurden versuchsweise zwei verschiedene Zustände produziert, siehe Abbildung 6.2.

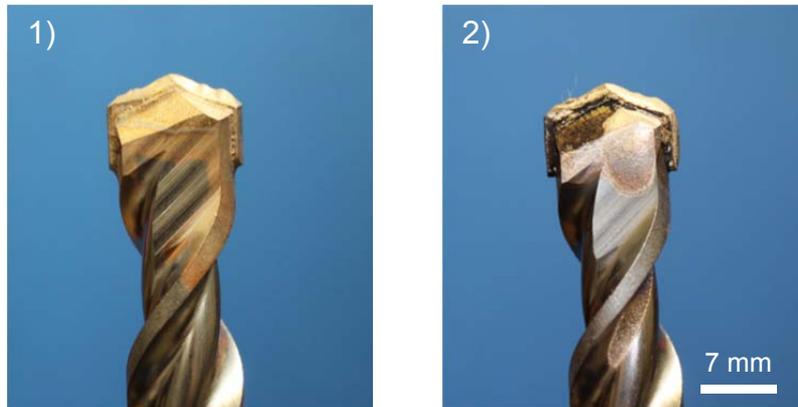


Abbildung 6.2 Gelötete Hammerbohrer mit unterschiedlichen Lötnahtqualitäten  
1) keine Fehler; 2) mit Lötstop, das die Benetzung des flüssigen Lotes verhindert

Die erste Gruppe an Hammerbohrern wurde direkt aus der Fertigungslinie entnommen und sollte keine Fehlstellen beinhalten. Bei den Bohrern der 2. Gruppe wurde mit Hilfe von Lötstop die Benetzung des flüssigen Lotes in der Lötnaht verhindert, so dass bei diesen Bohrern großflächige Fehlstellen zu erwarten sind. Dies lässt sich bereits bei einer Sichtprüfung deutlich erkennen, da bei der ersten Gruppe das Kupferlot auch die Oberfläche der Bohrer im Gegensatz zu den Bohrern der zweiten Gruppe gleichmäßig benetzt hat. Insgesamt standen von jeder Kategorie sechs Bohrer für die Untersuchung zur statistischen Absicherung zur Verfügung. Jeweils zwei Bohrer sind für die Kontaktierung durch Widerstandsschweißen verwendet worden, während die übrigen acht Bohrer für die Untersuchung der berührenden Kontaktierung mittels gefederter Messspitzen in Abschnitt 6.5 eingesetzt wurden.

### 6.2 Elektrische Widerstandsmessung

In der vorangegangenen Untersuchung in Kapitel 5 hat sich herausgestellt, dass die elektrische Widerstandsmessung eine hohe Messempfindlichkeit bezüglich der Lötnahtqualität nahe des Messortes hat. Um daher einen möglichst hohen Informationsgehalt aus der Lötnaht der Hammerbohrer zu gewinnen, existieren drei

nebeneinander liegende Messpositionen auf dem Bohrkopf, siehe linkes Teilbild von Abbildung 6.3.

Wie in dem rechten Teilbild von Abbildung 6.3 zu sehen ist, sind die Kontakte der Stromversorgung als auch der Spannungsmessung auf den gegenüberliegenden Seiten des Bohrkopfes angesetzt. Auf diese Weise erfolgt die Messung des elektrischen Widerstandes indem der Strom zweimal durch die Lötnaht fließt. Für die Untersuchung wurde ebenfalls das HBM 34420A Nanovolt/Micro Ohm Meter verwendet und die Messleitungen durch Widerstandspunktschweißen kontaktiert. Für diese Untersuchung wurden aus jeder Gruppe jeweils zwei Bohrer selektiert, um für die später durchgeführte Untersuchung mit einer alternativen Kontaktierung, die die Oberflächengüte nicht beeinträchtigt, zur Verfügung zu haben.

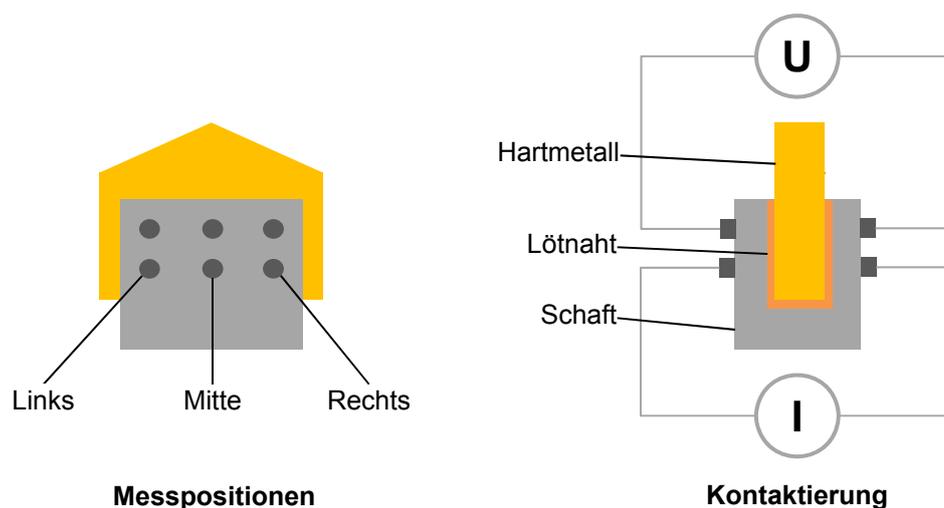


Abbildung 6.3 Skizzierung der Widerstandsmessung an 3 Positionen an dem Hartmetallsegment und Kontaktierung der Stromversorgung  $I$  und der Spannungsmessung  $U$  [178]

Die Messwerte der elektrischen Widerstandsmessung an den Hammerbohrern ist in Tabelle 6.3 zusammengefasst. Die Widerstände der Bohrer der ersten Gruppe liegen in einem Bereich von  $12,4 \mu\Omega$  bis  $43,8 \mu\Omega$ . Zudem sind die Widerstände an der mittleren Messposition mit  $12,4 \mu\Omega$  bzw.  $13,2 \mu\Omega$  niedriger als an den Randbereichen. Der Maximalwert von  $43,8 \mu\Omega$  ist im Vergleich zu den restlichen Werten deutlich höher, da die anderen Widerstände allesamt unter  $20 \mu\Omega$  liegen.

Durch die Kenntnisse aus Kapitel 5 kann davon ausgegangen werden, dass in diesem Bereich eine Fehlstelle in der Fügezone vorliegt. Das Auftragen des Lötstopps vor dem

Löten führt zu einer deutlichen Widerstandserhöhung, wie die Messwerte der 2. Kategorie belegen. Hier sind die Widerstandswerte in einem Bereich von 77,3  $\mu\Omega$  bis 191,7  $\mu\Omega$  deutlich höher als in der ersten Kategorie.

Tabelle 6.3: Messergebnisse der elektrischen Widerstandsmessung an Hammerbohrern mit geschweißter Kontaktierung

Kategorie	Nr.	Elektrischer Widerstand [ $\mu\Omega$ ]		
		Links	Mitte	Rechts
1) keine Fehler	1.1	19,1	13,2	43,8
	1.2	18,4	12,4	14,4
2) Lötstop	2.1	191,7	163,6	174,4
	2.2	77,3	105,0	143,2

Die Ergebnisse sind abschließend in Abbildung 6.4 in dem Balkendiagramm zusammengefasst. Der Balken gibt dabei den Mittelwert über die drei Messpositionen an, während die Antennen die Variation der Messwerte am Bohrkopf angibt. Hier zeigt sich, dass der Bohrer mit der Bezeichnung 1.2 einen deutlich engeren Wertebereich über die Messpositionen aufzeigt als der Bohrer 1.1.

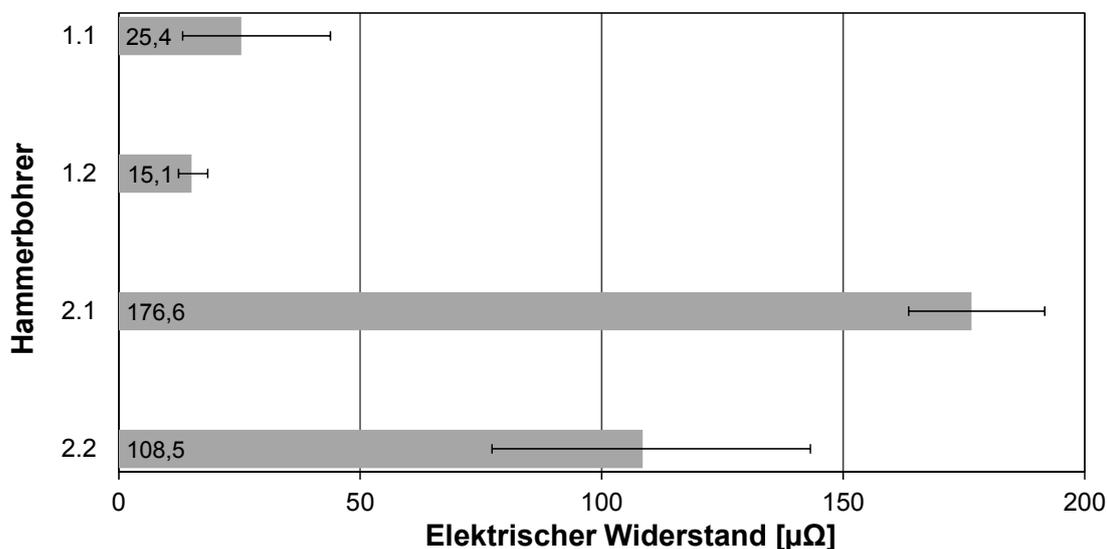


Abbildung 6.4 Balkendiagramm der Messergebnisse für die elektrische Widerstandsmessung an den Hammerbohrern 1.1 bis 2.2 mit den verschiedenen Lötzuständen

Die Prüfung der Hammerbohrer mittels der elektrischen Widerstandsmessung ist somit in der Lage, Fehler in der Lötnaht zu detektieren. Das Auftragen des Lötstopps hat zu einer deutlichen Erhöhung der Widerstände geführt, so dass sich auch kleinere Fehler mit Hilfe dieser Messmethode prinzipiell identifizieren lassen.

### 6.3 Ultraschallprüfung

Zur flächenhaften Untersuchung der Löt­nähte wurde die Ultraschallprüfung in Tauchtechnik ausgewählt, da aufgrund der Form und Lage des Hartmetallplättchens eine Computertomographie keine aussagekräftigen Bilder zulässt. Es wurde ebenfalls wie in Abschnitt 5.3 ein fokussierender Prüfkopf mit 20 MHz eingesetzt. Die Eigenschaften des Prüfkopfes stehen in Tabelle 5.6. Die Wasservorlaufstrecke wurde so eingestellt, dass der Fokuspunkt auf der Löt­naht liegt. Die Bohrer wurden nebeneinander im Tauchbecken platziert und zusammen geprüft.



Abbildung 6.5 Darstellung des Scanbereichs der Ultraschallprüfung in Tauchtechnik auf der Stirnfläche des gelöteten Bohrkopfes

Es ist nicht möglich mit der Ultraschallprüfung die gesamte Löt­naht an den Bohrköpfen zu prüfen, da die Oberfläche parallel zur Löt­naht liegen muss. Da der Schaft der Bohrköpfe zur Spitze hin jedoch abflacht, vgl. Abbildung 6.5, fehlt ein Teilbereich der Löt­naht zur Analyse. Allerdings ermöglicht das Ergebnis, die gemessenen elektrischen Widerstandswerte hierzu in Relation zu setzen.

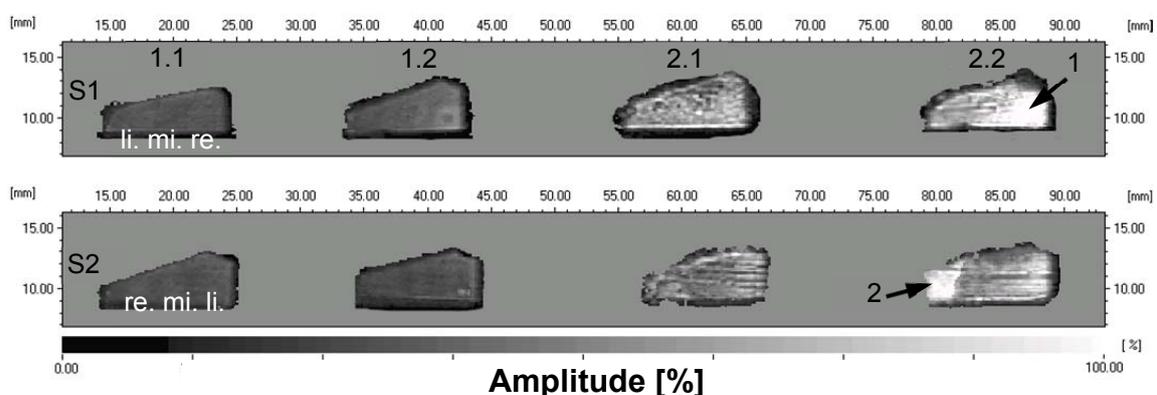


Abbildung 6.6 Ergebnis der Ultraschallprüfung in Tauchtechnik an beiden Seiten der Hammerbohrern anhand des Reflexionsverhaltens der Löt­naht an beiden Seiten (S1 und S2) [178]

In Abbildung 6.6 ist das Ergebnis der Ultraschallprüfung zu sehen. Die Bohrköpfe wurden auf beiden Seiten (S1 und S2) geprüft, um ein umfassendes Bild über den Zustand der Löt Nähte zu erhalten. Die drei Messpositionen bezüglich der Widerstandsmessung lassen sich im Ultraschallbild an der Seite 1 mit links, mittig und rechts zu ordnen. Auf der Seite 2 sind sie hingegen spiegelverkehrt aufgetragen.

Die Bohrer aus der ersten Kategorie (1.1 und 1.2) weisen auf beiden Seiten ein nur geringes Reflektionsverhalten für den Ultraschall in Höhe der Löt naht auf, so dass keine Amplitude höher als 50 % ist. Dies lässt den Schluss zu, dass an diesen Bohrern keine Hohlräume in der Löt naht enthalten sind. Das Ultraschallbild der Bohrer aus der zweiten Kategorie (2.1 und 2.2) offenbart jedoch durch die zahlreichen Reflektoren mit einer Amplitude von über 50 % bis hin zu 100 % eine deutlich schlechtere Fügeverbindung. Am Bohrer 2.2 ist auf Seite 1 im rechten Bereich (Pfeil 1) eine sehr starke Reflexion mit einer Amplitude von 100 % zu sehen. Auf der gegenüberliegenden Seite 2 (Pfeil 2) befindet sich im Ultraschallbild auf der linken Seite eine starke Reflexion. Bei der elektrischen Widerstandsmessung befand sich an diesem Ort die Messposition „rechts“ und wies ebenso einen im Vergleich zu den anderen Messpositionen einen deutlich höheren Widerstandswert von  $143 \mu\Omega$  auf. Die Ergebnisse der Ultraschallprüfung stehen somit im Einklang mit der elektrischen Widerstandsmessung.

### **6.4 Metallographische Untersuchung**

Aus beiden Kategorien wurden jeweils zwei Bohrer ausgewählt, um das Lötgefüge metallographisch zu untersuchen. In Abbildung 6.7 sind zum Vergleich die jeweiligen Lötspalte der Hammerbohrer der Kategorie 1 und 2 gegenübergestellt. Die Lage des Querschliffs wurde so gewählt, dass sie einen seitlichen Blick auf die Hartmetallschneide ermöglicht. So sind in beiden Bildern auf der linken Seite der Vergütungsstahl 34CrNiMo6 zu sehen und auf der rechten Seite das Hartmetallsegment der Sorte K20.

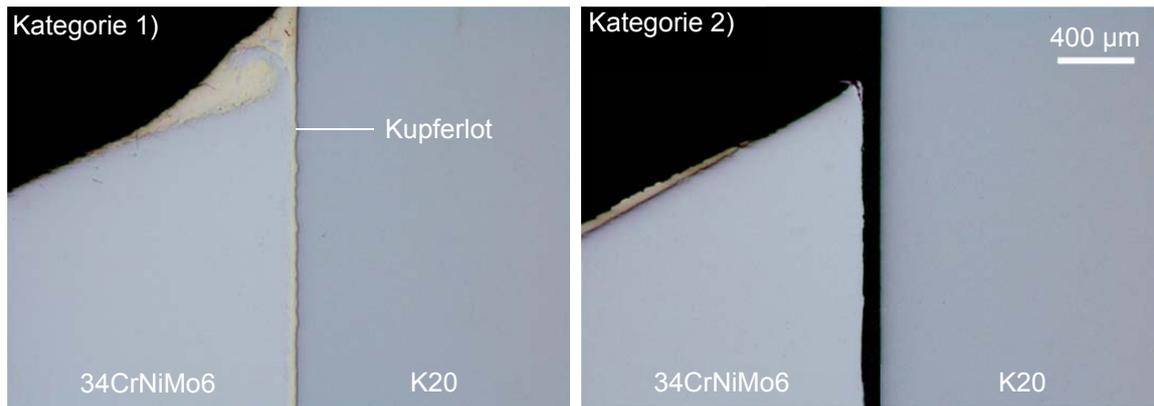


Abbildung 6.7 Vergleich der Füllung des Lötspaltes an den Hammerbohrern [178]

In der Mitte befindet sich der Lötspalt, der im Falle des Bohrers der Kategorie 1 komplett mit Lot ausgefüllt ist, und auch in dieser Übersichtsaufnahme keine Ungänzen in Form von Poren oder Lunkern zu erkennen sind. Am Ende des Schaftes, wo das Hartmetallsegment herausragt, hat das Kupferlot außerdem eine gleichmäßige Hohlkehle gebildet. Im Gegensatz hierzu ist im Lötspalt der Bohrer der zweiten Kategorie kaum Lot vorhanden, so dass eine deutlich geringere Anbindungsfläche vorhanden ist.

Zur eingehenden Untersuchung des Lotgefüges ist in Abbildung 6.8 die Lötnaht in einer rasterelektromikroskopischen Aufnahme dargestellt.

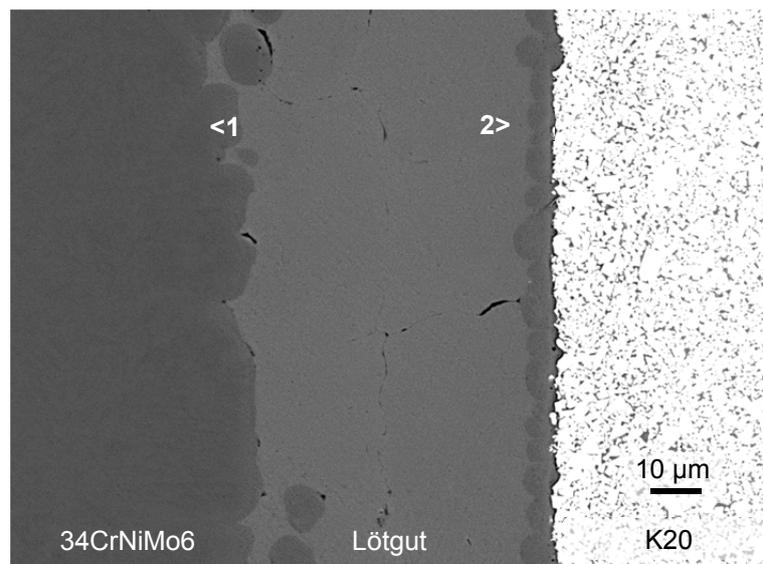


Abbildung 6.8 Gefüge des Lötguts eines Hammerbohrers der Kategorie 1 mit den eingezeichneten Positionen für die EDX-Spektralanalyse [179]

An der Position 1 wurde mittels einer EDX-Spektralanalyse die Zusammensetzung des Stahls quantitativ bestimmt. So kann an der Grenzfläche zum Stahl kein Kupfer identifiziert werden, so dass eine Infiltrierung des Kupfers in das Stahlgefüge ausgeschlossen werden kann. An der Grenzfläche zwischen dem Kupferlot und dem 34CrNiMo6 haben sich allerdings einzelne Körner des Stahls gelöst und sind teilweise als kreisförmige Phase im erstarrten Lot enthalten. An der Grenzfläche zum Hartmetall lässt sich hingegen eine etwa 5 µm schmale Zwischenschicht erkennen. An dieser zweiten Position wurde ebenfalls eine EDX-Analyse durchgeführt. So weist dieses Band eine Zusammensetzung aus Eisen, Mangan und Kupfer auf, siehe Tabelle 6.4. Damit hat durchaus eine Diffusion des Eisens hin zum Hartmetall während des Lötprozesses stattgefunden, wodurch die Voraussetzung zur Bildung einer  $\eta$ -Carbidphase vorliegt. Allerdings konnte anhand von Ätzungen nach Murakami kein Sprödphasenband am Hartmetall identifiziert werden.

Tabelle 6.4: EDX-Spektralanalyse des Lötguts in Gew.-% [179]

Position	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	W
1	2,1	0,6	95,3		2,0		
2		10,5	71,5			18,0	

Die Ergebnisse der metallographischen Untersuchung bestätigen somit die Erkenntnisse der vorangegangenen Untersuchungen. Die Hartmetallbohrer der ersten Kategorie weisen einen komplett ausgefüllten Lötspalt auf und im Gefüge konnten keine  $\eta$ -Carbide identifiziert werden, weshalb diese Bohrer einen geringen elektrischen Widerstand aufweisen. Der hohe Anstieg der elektrischen Widerstandsmessung lässt sich auf den nicht ausgefüllten Lötspalt der Bohrer der zweiten Kategorie zurückführen.

### 6.5 Messvorrichtung mit berührender Kontaktierung

Die Messung der elektrischen Widerstände mittels der geschweißten Kontaktierung und der anschließenden Analyse hat belegt, dass auch an einem realen Bauteil wie dem Hammerbohrer die Qualität der Lötnaht mit Hilfe der elektrischen Widerstandsmessung möglich ist. Da die Punktschweißung allerdings eine irreversible

Beeinträchtigung der Oberflächenqualität darstellt, kann diese Kontaktierungsart nicht für ein zerstörungsfreies Prüfverfahren angewandt werden.

In diesem Zusammenhang wurde eine alternative Kontaktierungsmöglichkeit in Form von gefederten Messspitzen gefunden, die nun anhand der Hammerbohrer verifiziert wird. Die hier verwendeten Messspitzen sind vom Typ PFK1012EB der Fa PTR-Messtechnik und dienen gewöhnlich zur Prüfung von elektrischen Leiterplatten [182]. Die Kontaktspitzen weisen einen Durchmesser von knapp 2 mm auf. Das Gehäuse ist aus Bronze, während der Kolben aus einer CuBe-Legierung besteht. Die Messspitzen sind vergoldet, so dass ein Durchgangswiderstand von weniger als 20 m $\Omega$  realisiert wird. Der maximale Prüfstrom beträgt 4 A. Die Arbeitshublänge beträgt 4,3 mm bei einer Federkraft von 2,8 N bei Erreichen des Arbeitshubes. Der Messaufbau zur Nutzung der Federkontakte an den Bohrern ist in Abbildung 6.9 dargestellt [179].

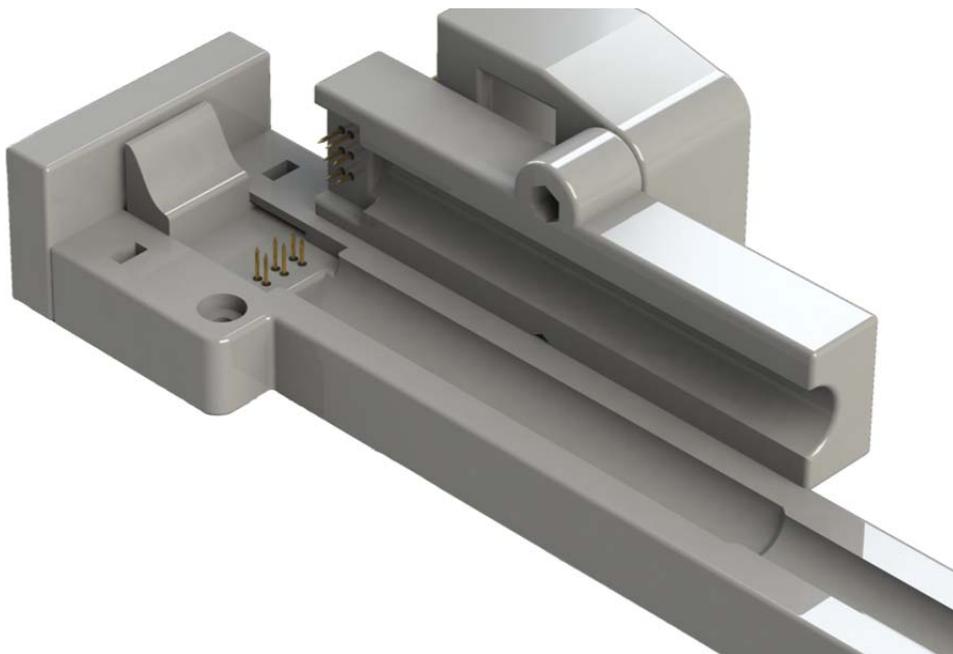


Abbildung 6.9 Vorrichtung zur berührenden Widerstandsmessung an Hartmetallbohrern

Der Hammerbohrer wird in die Nut eingelegt und mit Hilfe einer Feder festgespannt. Das an einem Scharnier befestigte Oberteil wird herunter geklappt, so dass es auf den Bohrer drückt. Die Federkontakte sind in der gleichen Anordnung wie in Abschnitt 6.2 angeordnet, um eine direkte Vergleichbarkeit sicherzustellen. Die

insgesamt 12 applizierten Federspitzen benötigen somit eine Kraft von mindestens 33,6 N, um den Stromkreislauf zu schließen.

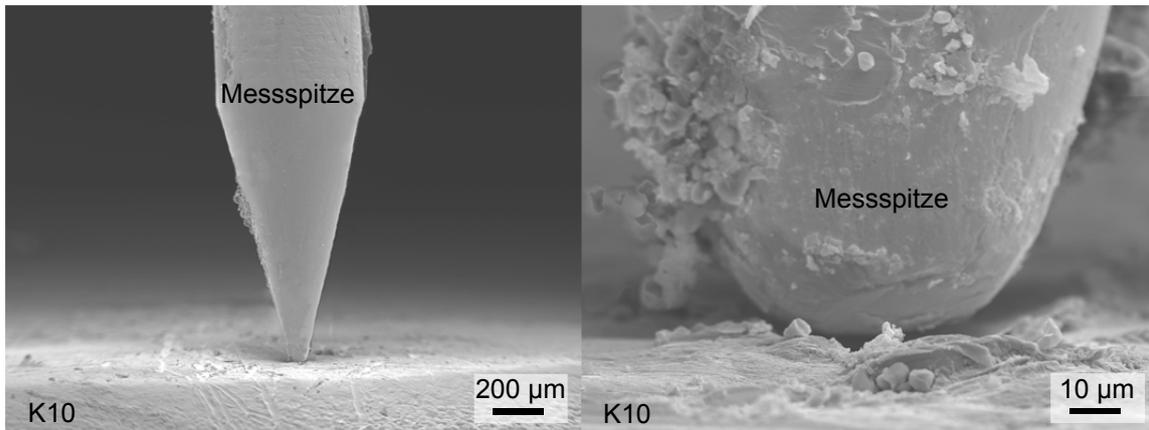


Abbildung 6.10 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Kontaktierung durch die Messspitze auf der Oberfläche des Hartmetalls K10

In Abbildung 6.10 ist eine rastermikroskopische Aufnahme der Messspitze zu sehen, wie sie das Hartmetall K10 kontaktiert. Der Kontaktbereich der Spitze hat einen Durchmesser von etwa 30 µm und ist ausreichend, um sowohl den Prüfstrom einzuleiten als auch den Spannungsabfall zu messen. Im Vergleich zu der Punktschweißung in Abbildung 5.6 ist deutlich zu erkennen, dass die Oberfläche des Bauteils durch die federnd gelagerte und abgerundete Spitze selbst auf mikroskopischer Ebene nicht beschädigt wird. Somit kann mit Hilfe dieser Kontaktierung das Prüfverfahren als wirklich zerstörungsfrei angesehen werden.

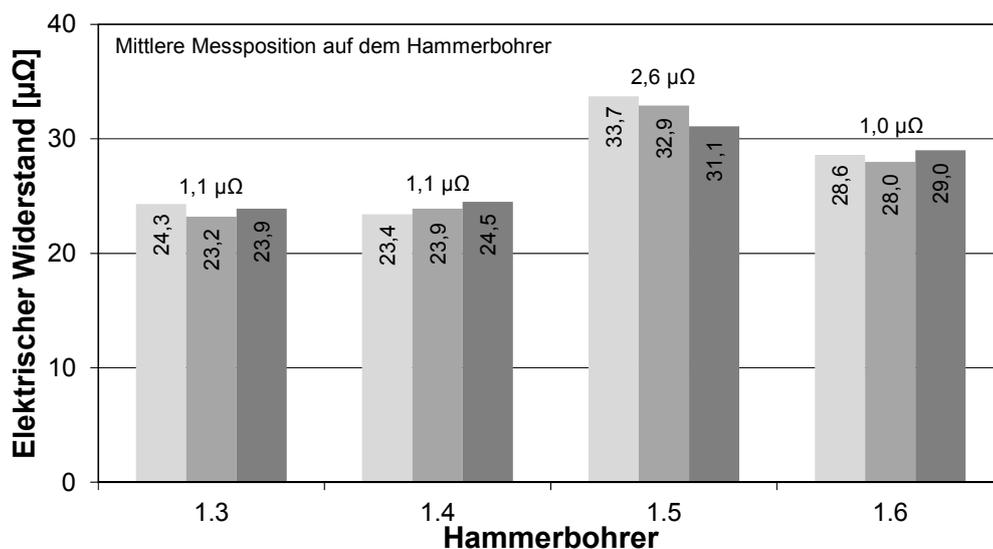


Abbildung 6.11 Überprüfung der Reproduzierbarkeit des elektrischen Widerstandsmessung mit der berührenden Kontaktierung anhand einer wiederholenden Messung an der mittleren Position

Um zunächst die Reproduzierbarkeit der Widerstandswerte zu überprüfen, wurden mehrere Messwerte des gleichen Bohrers aufgenommen [179]. Für jeden Messwert wurde der Bohrer aus der Halterung herausgenommen und wieder erneut hineingelegt. Diese Prozedur wurde dreimal je Bohrer wiederholt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6.11 exemplarisch für die mittlere Messposition der vier Bohrer der ersten Kategorie gegenübergestellt. Die Widerstände variieren insgesamt über die Kategorien zwischen  $23,2 \mu\Omega$  und  $33,7 \mu\Omega$  und liegen damit tendenziell etwas höher als die Widerstände der punktgeschweißten Kontaktierung, vgl. Tabelle 6.3. Die Wiederholgenauigkeit liegt bei fast allen Bohrern bei knapp  $1 \mu\Omega$ . Lediglich an Probe 1.5 steigt sie auf  $2,6 \mu\Omega$  an. Somit erlaubt die erfasste Wiederholgenauigkeit eine präzise Messung zur Beurteilung der Qualität der Fügeverbindung, da kritische Lötfehler einen Widerstandsanstieg um ein Vielfaches der Genauigkeit von  $2,6 \mu\Omega$  zur Folge haben.

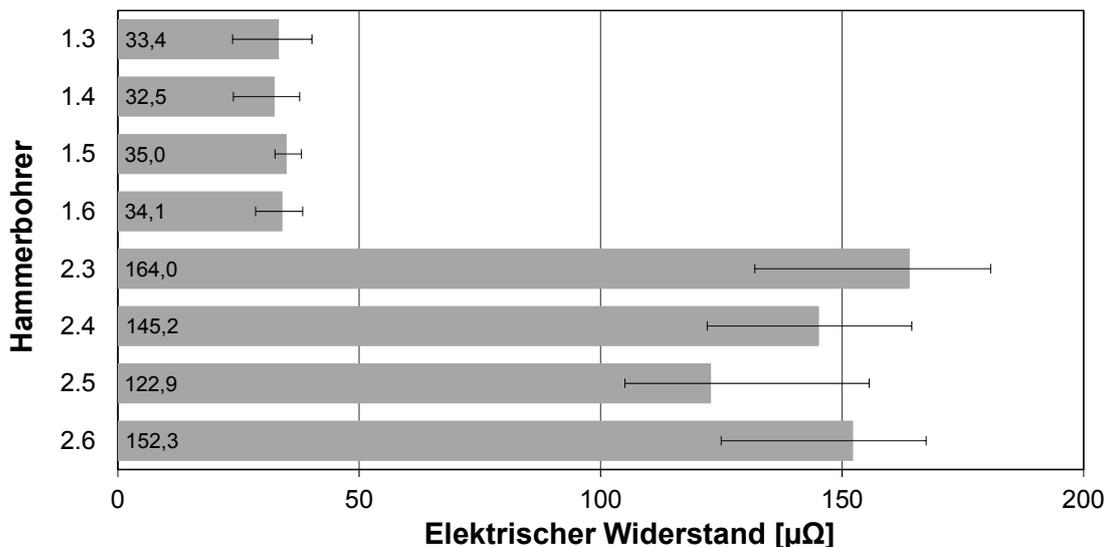


Abbildung 6.12 Ergebnis der elektrischen Widerstandsmessung an den Hartmetallbohrern mit berührender Kontaktierung

In Abbildung 6.12 ist das Prüfergebnis für jeweils vier Hammerbohrer der 2 unterschiedlichen Chargen im Balkendiagramm für die berührende Kontaktierung gegenübergestellt [179]. Die Balken geben den gemittelten Wert je Bohrer an, während die Antennen den kleinsten und größten Messwert je Bohrer angeben. Grundsätzlich lässt sich beobachten, dass der mittlere Wert immer den geringsten Widerstand an einem Bohrer besitzt. Die Hammerbohrer der ersten Kategorie weisen

alle einen gemittelten Widerstand von etwa  $34 \mu\Omega$  auf. Der kleinste Mittelwert an Probe 1.4 beträgt  $32,5 \mu\Omega$ , während Probe 1.5 einen Widerstand von  $35 \mu\Omega$  hat. Auch in diesem Fall weisen die Hammerbohrer der 2. Kategorie einen deutlich höheren Widerstand auf und liegen alle über  $120 \mu\Omega$ . Der Bohrer 2.5 besitzt mit  $122,9 \mu\Omega$  den geringsten Widerstand in dieser Kategorie, während Bohrer 2.3 mit  $164 \mu\Omega$  den höchsten Widerstand aufweist. Hier hat ebenfalls die mittlere Messposition am Bohrer immer den kleinsten Widerstand, während die Messpositionen am Rand den höheren Widerstand ergeben.

### 6.6 Ergebnisdiskussion

Zur Demonstration der Funktionstüchtigkeit der elektrischen Widerstandsmessung zur Qualitätsprüfung an realen Bauteilen mit einer gelöteten Fügeverbindung wurden mit Hartmetall bestückte Hammerbohrer untersucht. Hierbei wurde zunächst auf die aus Kapitel 5 bekannte Kontaktierung mittels Punktschweißen zurückgegriffen. Die elektrischen Widerstandswerte wurden anhand von Ultraschallprüfung in Tauchtechnik als auch mit Hilfe einer metallographischen Untersuchung bestätigt. So weisen die Hammerbohrer mit einer guten Lötverbindung einen deutlich geringeren elektrischen Widerstand auf als die Hammerbohrer an denen mit Lötstop Benetzungsfehler provoziert wurden.

Basierend auf diesen Erkenntnissen konnte ein Messwerkzeug mit einer Kontaktierungsmöglichkeit entwickelt werden, die die Oberflächengüte der Hammerbohrer im Gegensatz zu der Punktschweißung nicht beeinträchtigt. Mit Hilfe der Vorrichtung ließ sich eine Überprüfung der Reproduzierbarkeit des Messverfahrens an den gleichen Bohrern durchführen. Im ungünstigsten Falle schwanken bei dieser Untersuchung die Messwerte an einem Bohrer um  $2,6 \mu\Omega$ . Dieser Wert ist klein genug, um zweifelsfrei zwischen guten und schlechten Lötungen unterscheiden zu können, da der elektrische Widerstand einer guten Lötnaht bei etwa  $32 \mu\Omega$  liegt und an einer schlechten bei etwa  $150 \mu\Omega$ . Selbst wenn kleinere Fehler in der Lötnaht auftreten sollten, die dennoch einen kritischen Einfluss auf die Festigkeit haben, sollten diese auch einen nachweisbaren Anstieg im elektrischen Widerstand aufweisen.

Trotz der komplex geformten Oberfläche konnten Teilbereiche der Lötnaht mit Hilfe der Ultraschallprüfung in Tauchtechnik auf Fehlstellen hin untersucht werden.

Weiterhin erschwerte die Lage des Hartmetallplättchens eine präzise Prüfung mittels der Röntgendurchstrahlung. Folglich ist die elektrische Widerstandsmessung in der Lage, kritische Fehlstellen wie nicht benetzte Bereiche innerhalb der Lötnaht an Hammerbohrern zu identifizieren, für die bislang nur eine aufwändige metallographische Untersuchung notwendig war. Die elektrische Widerstandsmessung konnte somit erfolgreich auf ihre Funktionstüchtigkeit an realen Bauteilen mit einer gelöteten Fügeverbindung demonstriert werden.

## 7 In situ Widerstandsmessung

Für nahezu alle lötechnischen Anwendungen ist ein präzises Wissen über die ablaufenden metallurgischen Vorgänge während der Wärmebehandlung notwendig. Denn insbesondere die während des Fügeprozesses ablaufenden Diffusionsvorgänge und die sich daraus resultierende Phasen beeinflussen maßgeblich die Festigkeit der Fügeverbindung. Hierbei ist auch von großer Bedeutung, wann sich welche Phasen bilden oder bestimmte Vorgänge, wie beispielsweise das Einsetzen der Diffusion oder der Wechsel des Aggregatzustandes, ablaufen. Die Bildung der Lötnaht kann allerdings normalerweise nicht direkt untersucht werden, da sie teils bei hohen Temperaturen und auf mikroskopischer Ebene stattfindet. Dieses Kapitel beschreibt die Untersuchungen zur Messung des elektrischen Widerstandes während des Lötens in einer Vakuumatmosphäre. Hierzu wird sowohl der entwickelte Messaufbau zur Durchführung solcher Messungen beschrieben als auch die Messergebnisse diskutiert.

### 7.1 Beschreibung des Messaufbaus

Die Messung von elektrischen Widerständen bei einer Temperatur von über 1.000 °C sowie die damit verbundenen elektromagnetischen Felder der Heizleiter einschließlich der Vakuumpumpen erfordert eine Anpassung des Messaufbaus. Hierzu ist der Schaltplan in Abbildung 7.1 dargestellt. Die elektromagnetischen Felder induzieren Störspannungen in die Messleitungen, die den Spannungsabfall an der Lötnaht überlagern und eine präzise Interpretation bei einem zu geringen Prüfstrom

beeinträchtigen. Aus diesem Grund wird eine externe Stromquelle  $I_c$  vom Typ PeakTech 1530 verwendet. In Folge der Erwärmung der Messleitungen steigt der innere Widerstand der Leitungen an, wodurch der Prüfstrom nicht konstant bleibt. Um dennoch zu jedem Zeitpunkt den exakten Prüfstrom zu kennen, ist außerhalb des Ofens ein Leistungswiderstand  $R_i$  in den Stromkreislauf integriert, an dem kontinuierlich der Spannungsabfall  $U_i$  gemessen wird. Da die Temperatur an diesem Widerstand über den Messzeitraum nahezu konstant ist, verändert sich dieser Widerstand nicht, so dass über das Ohm'sche Gesetz hier die exakte Stromstärke  $I_c$  des Stromkreislaufes zu der Messung für eine präzise Widerstandsmessung im Ofen berechnet werden kann. Die Messleitungen werden über vakuumdichte Adapter in die Ofenkammer geführt. Hier wird der Widerstand der Lötnaht  $R_L$  über das Spannungssignal  $U_L$  bestimmt. Zusätzlich findet an einer Referenzprobe  $R_R$  eine Kontrollmessung  $U_R$  statt. Die Referenzprobe wird durch Kontaktierung des Probenhalters hergestellt und dient zur Feststellung, ob die Widerstandsänderung an der Lötnaht in Folge des Lötprozesses oder durch den Ofeneinfluss stattfindet.

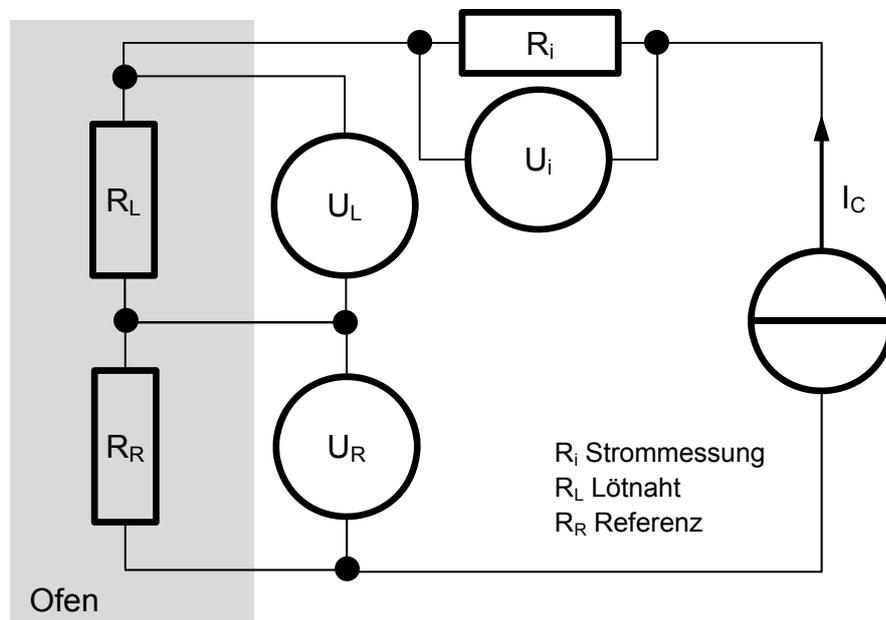


Abbildung 7.1 Schaltplan zur Untersuchung des elektrischen Widerstandes beim Löten in einem Vakuumofen

In Abbildung 7.2 ist die Probenhalterung zur Durchführung der Lötexperimente dargestellt. Die Werkstoffe werden zwischen dem Boden und Deckel auf einem Absatz platziert, damit genügend Platz für die Messleitungen vorhanden ist. Zur

Fixierung sind in der Halterung Bohrungen vorhanden, in die Zylinderstifte gesteckt werden. Als Anpresskraft genügt das Gewicht des Deckels. Deckel und Boden sind aus dem austenitischen Edelstahl X5CrNi18-10 hergestellt, so dass eine Gitterumwandlung während des Lötprozesses die Messung nicht zusätzlich überlagert. Damit der Prüfstrom durch die Probe und nicht teilweise entlang der Führungen fließt, bestehen die Zylinderstifte aus Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Weiterhin wurde für die Temperaturmessung ein Thermoelement direkt an der Probe platziert.

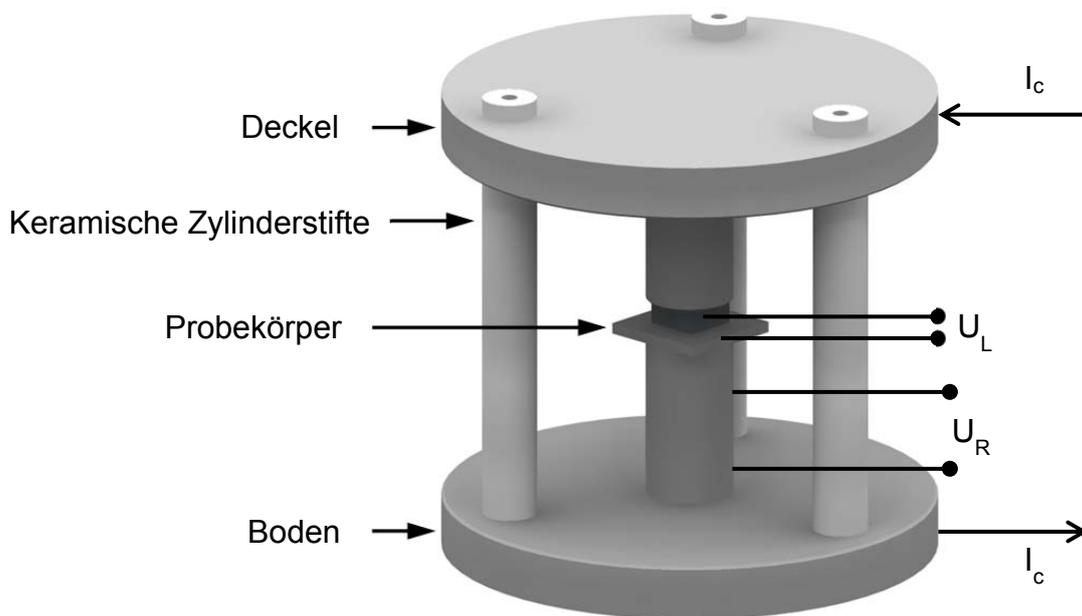


Abbildung 7.2 Probenhalterung zur in-situ Widerstandsmessung beim Löten

Für die Untersuchung wurde ein Vakuumofen vom Typ EU 80/1H der Fa. Schmetz verwendet. Da es sich bei dieser Betrachtung um eine grundlegende Analyse des Messaufbaus handelt, wurde Reineisen an das Hartmetall vom Typ K20 gelötet. Als Lotwerkstoff wurde eine 50  $\mu\text{m}$  dicke Kupferfolie zwischen die Werkstoffe eingelegt. Hierdurch sollte neben einer Legierungsbildung im Lötgut zwischen Eisen, Kupfer und Kobalt auch unter bestimmten Prozessbedingungen ein Sprödphasenband an der Hartmetall/Lot-Grenzfläche entstehen.

Im Vakuum ändert sich in Abhängigkeit des Systemdrucks die Verdampfungs-temperatur von Metallen, so dass bei ungünstigen Prozessparametern der flüssige Lotwerkstoff verdampft. Der Schmelzpunkt von Kupfer liegt bei 1085  $^{\circ}\text{C}$ , damit die

Verdampfungstemperatur diesen Wert erreicht, müsste ein Atmosphärendruck von  $10^{-6}$  mbar in der Ofenkammer erzeugt werden [183]. Somit wurde für den Lötprozess eine Temperatur von  $1150\text{ °C}$  bei einem Argon-Partialdruck von  $10^{-2}$  mbar ausgewählt, um ein Abdampfen des flüssigen Lotwerkstoffes zu verhindern. Zusätzlich wurde Argon als Schutzgasatmosphäre genutzt, um eine Oxidation der Grundwerkstoffe zu verhindern.

## 7.2 Untersuchung der Grundwerkstoffe

Zur Funktionsüberprüfung des entwickelten Messaufbaus wurden zunächst Testmessungen an den verwendeten Grundwerkstoffen unter Lötbedingungen durchgeführt [184]. Da bei der Messung an den Grundwerkstoffen keine Lötung erfolgte, wurden die vier Kontakte direkt an die Probe geschweißt. Die Werkstoffe wurden unter Argon Partialdruck von  $10^{-2}$  mbar bis auf  $1150\text{ °C}$  mit einer Heizrate von  $10\text{ K/min.}$  erhitzt und für 30 Minuten gehalten. Während der Wärmebehandlung wurden kontinuierlich die Messwerte mit einer Abtastfrequenz von  $5\text{ Hz}$  aufgezeichnet.

### 7.2.1 Reineisen

In Abbildung 7.3 a) ist der Verlauf des elektrischen Widerstandes des Reineisens während der Wärmebehandlung und in Abbildung 7.3 b) die Steigung des Widerstandes ( $dR/dt$ ) dargestellt. Von der Raumtemperatur aus beginnend steigt der elektrische Widerstand annähernd proportional bis zu einer Temperatur von etwa  $400\text{ °C}$  linear an und verändert daraufhin den Verlauf zu einem exponentiellen Wachstum, das selbst über die Haltezeit von 30 Minuten anhält. Den höchsten Widerstand erreicht die Messung erst knapp nach der Haltezeit, als im Ofen die Temperatur bereits wieder fällt. Weiterhin ist zu erkennen, dass der elektrische Widerstand nach der Wärmebehandlung ein höheres Niveau eingenommen hat. So betrug vor der Wärmebehandlung bei einer Bezugstemperatur von  $40\text{ °C}$  der elektrische Widerstand  $199,3\text{ }\mu\Omega$  und fiel bei der Abkühlung bei gleicher Temperatur auf einen Wert von  $329,3\text{ }\mu\Omega$ . In Diagramm (b) der Abbildung 7.3 für die Widerstandsänderung können während der Aufheizphase zwei Peaks identifiziert werden, die bei der Curie- und der Austenitisierungstemperatur auftreten.

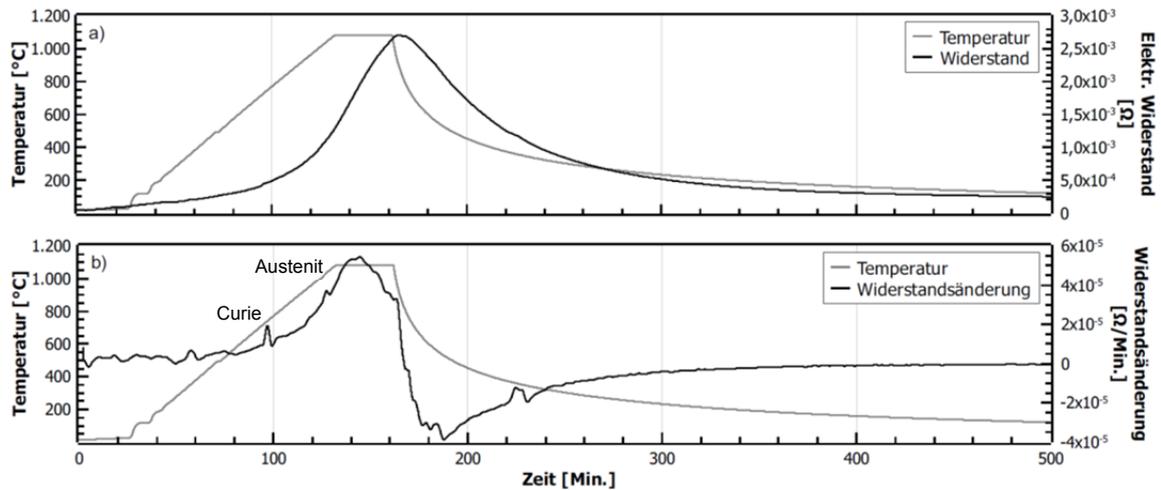


Abbildung 7.3 Elektrische Widerstandsmessung (a) während der Wärmebehandlung von Reineisen und die abgeleitete Differentialkurve (b)

Der elektrische Widerstand verläuft nicht synchron zu dem Temperaturverlauf. Die Änderung von einem proportionalen hin zu einer exponentiellen Zunahme und, dass der Widerstand auch in der Haltezeit und noch zu Beginn der Abkühlung weiter ansteigt, deuten auf einen Zusammenhang zwischen einer Änderung des Werkstoffgefüges durch die Wärmebehandlung und dem elektrischen Widerstand hin.

Aus diesem Grund wurde das Gefüge metallographisch präpariert und mit dem Gefüge des Ausgangszustandes in Abbildung 7.4 verglichen.

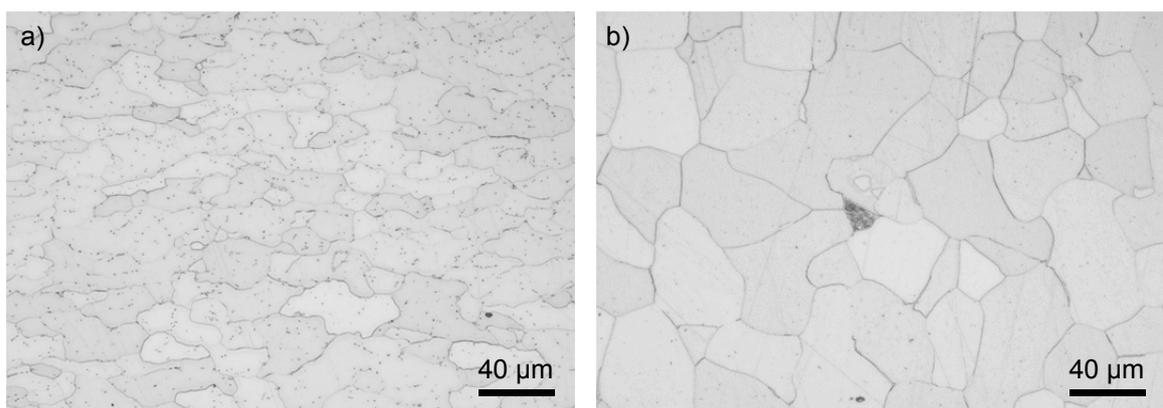


Abbildung 7.4 Lichtmikroskopie des Reineisens im Ausgangszustand (a) und nach der Wärmebehandlung (b); Nital-Ätzung zur Visualisierung der Korngrenzen

Im Ausgangszustand (a) lässt sich aufgrund der Form der einzelnen Körner eine Walzstruktur erkennen. So sind die Körner in ihrer geometrischen Ausprägung in

horizontaler Richtung deutlich länger als in vertikaler Richtung. Außerdem sind zahlreiche carbidische Ausscheidungen durch die Ätzung in den Körnern zu erkennen. Durch die Wärmebehandlung wird das Eisen austenitisiert und erfährt aufgrund der Dauer der Wärmebehandlung eine deutliche Kornvergrößerung, so dass nun die Korngröße zwischen  $30\ \mu\text{m}$  und  $80\ \mu\text{m}$  beträgt. Im wärmebehandelten Zustand können auch vereinzelte dunklere Perlitkörner im Gefüge identifiziert werden. Die Beschaffenheit des Gefüges lässt zunächst vermuten, dass eine Verringerung des elektrischen Widerstandes eintreten muss, da durch die Rekristallisation des ursprünglichen Gefüges sowohl die Versetzungsdichte abgenommen haben muss, als auch weniger Korngrenzen den Elektronenfluss behindern. Dies steht allerdings im Widerspruch zu dem deutlichen und auch reproduzierbaren Anstieg des elektrischen Widerstandes vor und nach der Wärmebehandlung. In Bezug auf den Widerstand ist festzustellen, dass insbesondere reine Stoffe die höchste elektrische Leitfähigkeit besitzen [80]. Kleinste Verunreinigungen behindern im Kristallgitter die Bewegung der freien Elektronen. Die Änderung des Gefüges und folglich der Anstieg des elektrischen Widerstandes lassen daher darauf schließen, dass ein anderer Effekt für die Widerstandserhöhung verantwortlich ist. Für die Messung wurden wie bereits in Kapitel 5 Nickeldrähte für die Kontaktierung der Proben verwendet.

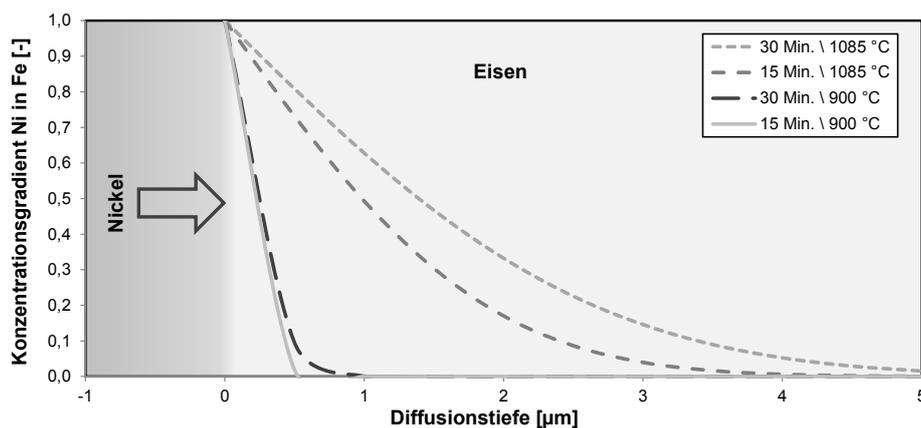


Abbildung 7.5 Berechnete Festkörperdiffusion von Nickel in Eisen an der Kontaktstelle zwischen dem Messdraht und dem Substrat

Aus diesem Grund wurde die Diffusion des Nickels in das Eisen an der Grenzfläche für verschiedene Diffusionszeiten und Temperaturen mit Hilfe der Fick'schen Gesetze kalkuliert, siehe Abbildung 7.5. Prinzipiell fand auch eine Diffusion des Eisens in die

Nickeldrähte statt, allerdings hat diese Diffusion keine messtechnische Bedeutung, da die Spannungsmessung nur das Potentialfeld im Grundwerkstoff misst und die Leitungs- bzw. Übergangswiderstände bei der 4-Leiter-Technik vernachlässigt werden können (siehe Abschnitt 2.4.3). Die Berechnung belegt, dass insbesondere ab einer Temperatur oberhalb von 1.000 °C, wie sie bei der Wärmebehandlung vorlag, eine wahrnehmbare Diffusion des Nickels in das Eisen stattfindet, so dass bereits nach 30 Minuten Haltezeit das Nickel bis zu 5 µm tief in das Gefüge des Eisens eingedrungen ist. Diese Infiltrierung fand an allen 4 Messkontakten statt, wobei für die Untersuchung des elektrischen Widerstandes die Kontakte der Spannungsmessung von entscheidender Bedeutung sind. So scheint dieser Diffusion bzw. Mischkristallbildung einen deutlich messbaren Effekt auf den Widerstand zu haben und im Endergebnis auch eine stärkere Wirkung zu haben als die Barrieren, die durch die Korngrenzen und Versetzungen im gesamten auf der Messstrecke liegenden Gefüge abgebaut werden. Durch die Diffusion des Nickels in das Eisen lässt sich auch bei Erreichen der Prozesstemperatur von 1085 °C weiterhin ansteigende Widerstand erklären, der offenbar erst bei einer Temperatur von knapp 850 °C beginnt zu sinken.

Diese Untersuchung belegt somit, dass es einerseits möglich ist, die Widerstandsänderung in einer Vakuumatmosphäre im Ofen bei Temperaturen oberhalb von 1000 °C mit Hilfe des entwickelten Aufbaus zu messen. Die Diffusion an den Messkontakten führte zu einer höheren Widerstandsänderung des Gefüges als die eingetretene Rekristallisation. Das Messverfahren sollte daher zur Beobachtung eines Lötprozesses geeignet sein.

### **7.2.2 Hartmetall K20**

In Abbildung 7.3 (a) ist die Widerstandsmessung während der Wärmebehandlung des Hartmetalls dargestellt. Mit der Temperatur nimmt der elektrische Widerstand des Hartmetalls zu. Während die Temperaturmessung in der Heizphase von 25 Minuten bis ca. 131 Minuten linear mit einer Heizrate von 10 K/Min ansteigt, verläuft die Kurve des elektrischen Widerstandes exponentiell. Bei einer Zeit von 131 Minuten erreicht der Ofen mit 1085 °C die maximale Prozesstemperatur und die Ofensteuerung hält die Temperatur für 30 Minuten. Im Gegensatz zur Temperatur steigt der elektrische Widerstand des Hartmetalls in gleicherweise wie bei der Messung an Reineisen (vgl. Abbildung 7.3) weiter an.

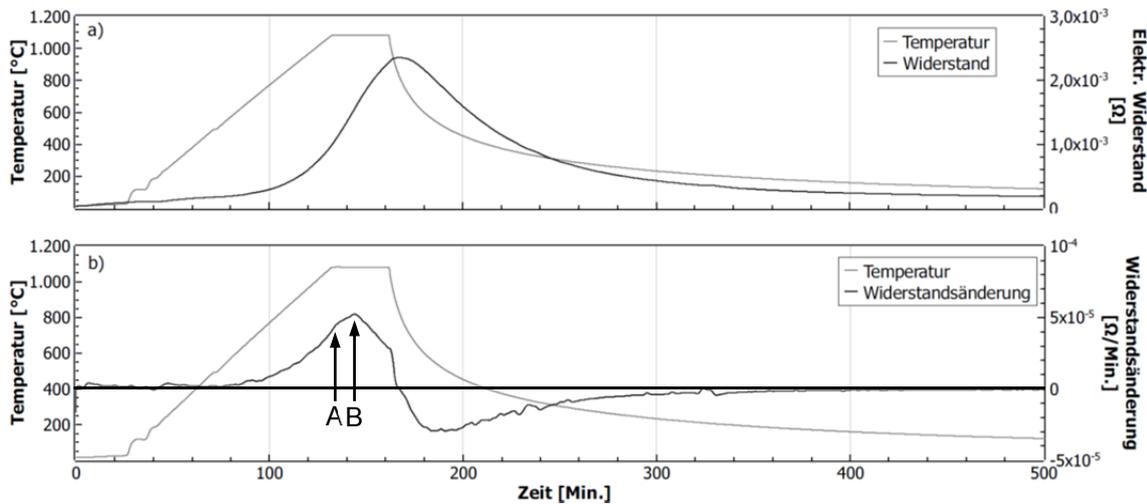


Abbildung 7.6 Elektrische Widerstandsmessung (a) während der Wärmebehandlung von Hartmetall K10 und die abgeleitete Differentialkurve (b)

Um das Verhalten des Widerstandes besser beurteilen zu können, ist in Abbildung 7.3 (b) daher das Differential des Widerstandes ( $dR/dt$ ) über die Zeit aufgetragen. Bevor die Temperatur 1085 °C erreicht ist, nimmt die Steigung des Widerstandes kontinuierlich zu. Zu Beginn der Haltephase existiert ein Wendepunkt (A) in der Ableitung der Widerstandskurve und die Steigung des elektrischen Widerstandes erfährt ihr Maximum etwa zur Hälfte der Haltezeit (B) und sinkt von hier an nahezu linear. Zum Ende der Haltezeit bei etwa 163 Minuten beginnt die Abkühlung, so dass die Temperatur exponentiell abnimmt. Zu diesem Zeitpunkt knickt die Kurve der Widerstandsänderung weiter ein und nähert sich rasch der Nulllinie, so dass der Widerstand ab einer Zeit von etwa 170 Minuten und somit knapp 7 Minuten nach Beginn der Abkühlung zu fallen beginnt.

Zu Beginn der Messung besaß der Widerstand des Hartmetalls einen Wert von 91,9  $\mu\Omega$ . Als die Hartmetallprobe wieder auf Raumtemperatur abgekühlt war, lag der elektrische Widerstand einen Wert von 149,1  $\mu\Omega$ . Die Wärmebehandlung des Hartmetalls führte somit zu einem merklichen Anstieg des elektrischen Widerstandes. Beim Vergleich der Zustände vor und nach der Wärmebehandlung des Hartmetalls in Abbildung 7.7 ist eine Veränderung des Gefüges zu erkennen. So sind im Ausgangszustand zahlreiche feinkörnige Carbide im Hartmetall zu sehen, während nach der Wärmebehandlung eine Vergrößerung des Gefüges eingetreten ist. Außerdem bildet sich, vgl. das Zustandsdiagramm in Abbildung 2.6, ein Mischkristall aus, der bei 1150 °C bereits eine Löslichkeit von annähernd 5 Gew.-% von WC im

Kobalt aufweist, wodurch eine intensivere Durchmischung der Bestandteile stattfindet und somit auch die elektrische Leitfähigkeit gesenkt wird. Dies führte letztendlich zu der Erhöhung des Widerstandes in Folge der Wärmebehandlung.

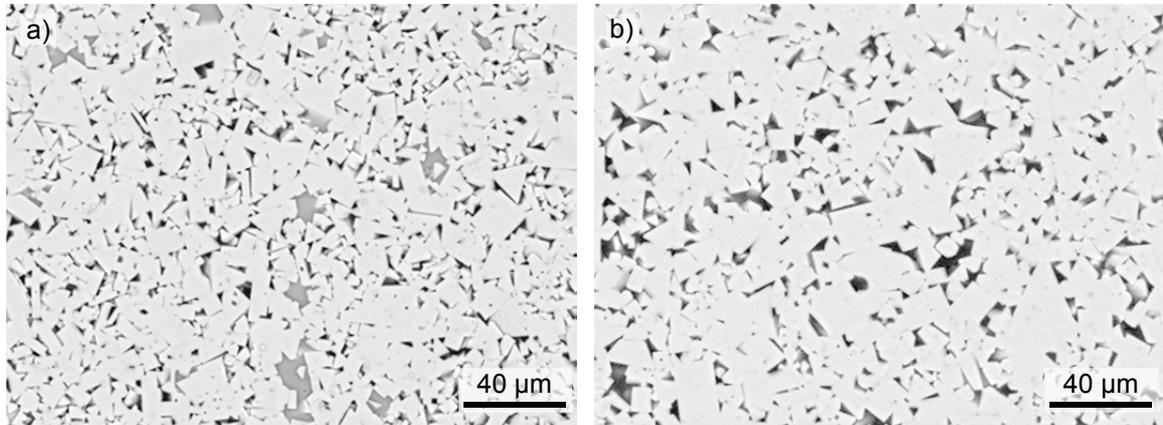


Abbildung 7.7 Änderung des Gefüges des Hartmetalls im Ausgangszustand (a) und nach der Wärmebehandlung (b)

Somit konnte die Funktionstüchtigkeit des Messaufbaus auch am Hartmetall bewiesen werden. Als Ergebnis der Wärmebehandlung lässt sich wie bereits beim Reineisen ein Anstieg des elektrischen Widerstandes aufgrund einer Gefügeänderung identifizieren. Mit Hilfe der zeitlichen Ableitung der Widerstandskurve ist eine deutlich präzisere Interpretation der Messsignale möglich, so dass diese auch für die folgenden Untersuchungen verwendet wird.

### 7.2.3 Ergebnisdiskussion

Der für die in situ Untersuchung entwickelte Aufbau konnte anhand der vorgenommenen Messungen an den Grundwerkstoffen erfolgreich getestet werden. Die Konstruktion erlaubt eine reproduzierbare Messung des elektrischen Widerstandes während der Wärmebehandlung im Vakuum. Trotz der elektromagnetischen Felder der Heizleiter bleiben die Messwerte stabil, um elektrische Widerstandsänderungen im  $\mu\Omega$ -Bereich aufzulösen.

Grundsätzlich folgt der elektrische Widerstand dem Temperaturverlauf im Ofen, allerdings wandelt sich die lineare Widerstandszunahme kontinuierlich zu einer exponentiellen Steigung sowohl beim Eisen als auch beim Hartmetall. Bei Erreichen

der Prozesstemperatur steigt der Widerstand weiter an, während die Temperatur konstant gehalten wird. Selbst unmittelbar nach Beginn der Abkühlung wächst der elektrische Widerstand kurzzeitig bei beiden Werkstoffen noch weiter. Erst nachdem sich die Temperatur deutlich von der maximalen Prozesstemperatur entfernt hat, beginnt auch der elektrische Widerstand zu fallen. Weiterhin wurde festgestellt, dass bei beiden Werkstoffen der Widerstand nach der Wärmebehandlung deutlich höher war als der Ausgangswiderstand. Die im Anschluss erfolgte metallographische Untersuchung belegt, dass die Gefügeänderung eine Widerstandserhöhung zur Folge hat und somit den Verlauf während der Wärmebehandlung beeinflusst. So besitzen Reinmetalle die höchste elektrische Leitfähigkeit und durch die Störungen des Kristallgitters werden die freien Elektronen an ihrer Bewegung gehindert, so dass der Widerstand ansteigt.

Somit ist der Messaufbau prinzipiell geeignet, um im Folgenden die Änderung des elektrischen Widerstandes während des Lötens aufzunehmen und zu beurteilen.

### **7.3 Untersuchung des Fügeprozesses**

Basierend auf den Erkenntnissen, die anhand der Untersuchung der Grundwerkstoffe gewonnen wurden, werden in diesem Abschnitt die Messreihen [184] für die Untersuchung des eigentlichen Lötprozesses zwischen Hartmetall und Reineisen vorgestellt und diskutiert. Insbesondere werden hier die Unterschiede in den Messkurven bei den unterschiedlichen Haltezeiten von 5 und 90 Minuten bei einer Prozesstemperatur von 1150 °C diskutiert. Die Substrate wurden mit einer Körnung von 1200 µm geschliffen und mit einer Diamantsuspension poliert, um eine möglichst ebene und saubere Kontaktfläche zwischen den Werkstoffen herzustellen. Mit einer Heizrate von 10 K/Min. wurde auf 500 °C bei einem Vakuum von  $10^{-5}$  mbar aufgeheizt und die Temperatur gehalten, damit der gesamte Messaufbau durchwärmt wurde. Anschließend wurde mit dem Zufluss von Argon ein Vakuum von  $10^{-2}$  mbar eingestellt, um eine Verdampfung des Kupferlotes bei der Prozesstemperatur zu verhindern und der Ofen mit einer Heizrate von 10°K/Min erwärmt.

### 7.3.1 Reineisen an WC-Co mit 5 Min. Haltezeit

In Abbildung 7.8 sind die Ergebnisse der Messung in dem für die Auswertung des Lötprozesses relevanten Bereich dargestellt. In der Zeit vom Start der Messung bis zur 160. Minute wurde dem System genug Zeit gegeben, sich zu stabilisieren. Insbesondere durch die Herstellung eines Vakuums und dem Einschalten der Heizelemente werden Störsignale in die Messleitungen induziert.

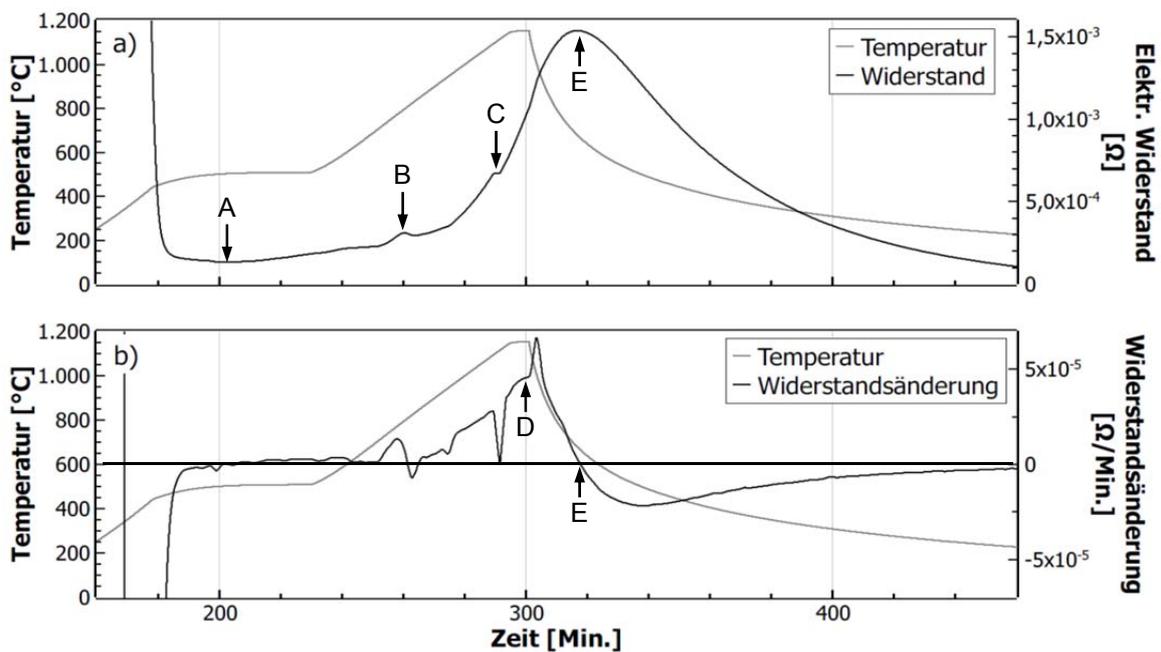


Abbildung 7.8 In situ Widerstandsmessung K10-Cu-Fe bei 1150 °C und 5 Minuten Haltezeit  
a) Widerstandsverlauf über die Zeit; b) Änderung des Widerstandes

Die Skalierung des Diagramms wurde auf den Bereich in der Heizphase angepasst, so dass der Anfangswiderstand von  $0,163 \Omega$  außerhalb des dargestellten Bereiches liegt. Zu Beginn der Messung ist ein deutlicher Abfall des elektrischen Widerstandes bis zu einer Zeit von etwa 180 Minuten zu sehen, wobei ein Minimum von etwa  $1,2 \text{ m}\Omega$  am Punkt A erreicht wird. Ab diesem Zeitpunkt beginnt der elektrische Widerstand im Lötssystem kontinuierlich zu steigen. Die Steigung verläuft zunächst linear, jedoch ändert sich dieses Verhalten nach einer Unstetigkeit in Punkt B zu einem deutlichen exponentiellen Wachstum, das nicht der linearen Heizrate der Prozessregelung folgt. In Punkt C ist schließlich die Schmelztemperatur des Kupferlotes erreicht, das eine kurze Rastlinie in der Widerstandsmessung liefert. Nach Erreichen der Prozessstemperatur von  $1150 \text{ }^\circ\text{C}$  wächst die Steigung des Widerstandsverlaufes weiterhin, obwohl die

Temperatur konstant bleibt. Der Kurvenverlauf der Widerstandsänderung beginnt in Punkt D abzuflachen, bevor am Ende der Haltezeit bzw. mit Beginn der Abkühlung ein deutlicher Peak zu erkennen ist und der elektrische Widerstand weiter zunimmt. Ein ausgeprägtes lokales Maximum in der Widerstandsmessung ist bei Punkt E zu sehen, wenn die Widerstandsänderung einen Vorzeichenwechsel erfährt. Dieser Zeitpunkt liegt knapp 20 Minuten nach Beginn der Abkühlphase. Von hier an fällt der Widerstand kontinuierlich bis die Ofenatmosphäre wieder Raumtemperatur erreicht hat. Als Endwert wurde ein Widerstand von  $6 \mu\Omega$  gemessen, so dass sich eine Verringerung des Widerstandes um 5 Zehnerpotenzen stattgefunden hat.

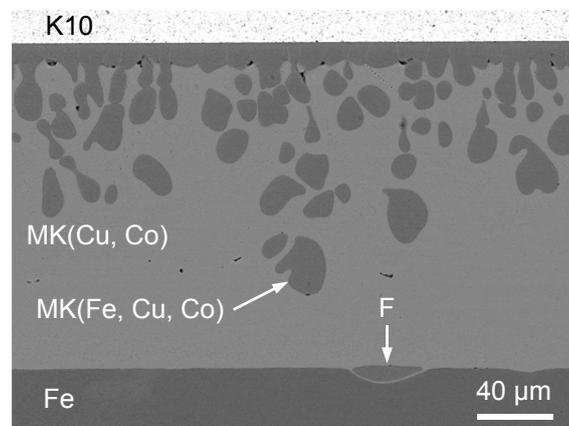


Abbildung 7.9 Gefüge der Lötung des Werkstoffsystems K10-Cu-Fe bei 1150 °C und 5 Minuten [184]

In Abbildung 7.9 ist das Gefüge der Lötung dargestellt. Der Fügeprozess hat einen dichten Verbund zwischen den Werkstoffen bewirkt, so dass weder Poren oder andere Unregelmäßigkeiten zu erkennen sind. Auf der Seite des Reineisens wurden einzelne Körner von dem flüssigen Lot entlang der Korngrenzen herausgelöst (Punkt F) und von der Schmelze aufgenommen. Im unteren Bereich des Kupferlotes sind im Querschliff nur wenige der eisenhaltigen Phasen zu sehen. Stattdessen steigt die Konzentration dieser herausgelösten Phasen zum Hartmetall hin. Der abgelaufene Mechanismus wird von Thorson [87] wie folgt beschrieben:

- Das flüssige Kupfer kann sowohl Eisen (vgl. Abbildung 7.10) als auch Kobalt aufnehmen, wobei sich das Eisen deutlich schneller in die Schmelze diffundiert.

- Innerhalb der Mischungslücke zwischen Solidus- und Liquiduslinie im Phasendiagramm scheiden sich nun aus der Schmelze feste Mischkristalle bestehend aus Eisen und Kobalt aus. Aufgrund der geringen Lösungsrate des Kobalts scheiden diese Mischkristalle an der Grenzfläche zwischen Hartmetall und flüssigen Lot aus.
- Wachsen diese Kristallite bis hin zum Reineisen bzw. Stahl entstehen sogenannte Brücken auf denen der Kohlenstoff vom Hartmetall hin zum Eisen diffundieren kann. Hierdurch verarmt das Hartmetall an Kohlenstoff und es entstehen spröde  $\eta$ -Carbide.

Die Entstehung und das Wachstum dieser Mischkristalle muss noch vor der Erstarung nicht zum Erliegen gekommen sein. Der Verlauf der Widerstandsmessung zeigt diesbezüglich nämlich, dass der Widerstand nach Erreichen der Haltezeit noch weiter stieg und erst knapp 20 Minuten (siehe Punkt E von Abbildung 7.8) beginnt dem Temperaturverlauf zu folgen. Am Hartmetall selbst bildete sich ein durchgängiger Mischkristall mit einer Schichtdicke von ca. 10  $\mu\text{m}$  aus. Auch hat sich die Breite des gesamten Lötgutes durch die Erosion an der Eisenoberfläche und einhergehende Aufnahme in das flüssige Lot von ursprünglich 50  $\mu\text{m}$  auf 140  $\mu\text{m}$  erweitert.

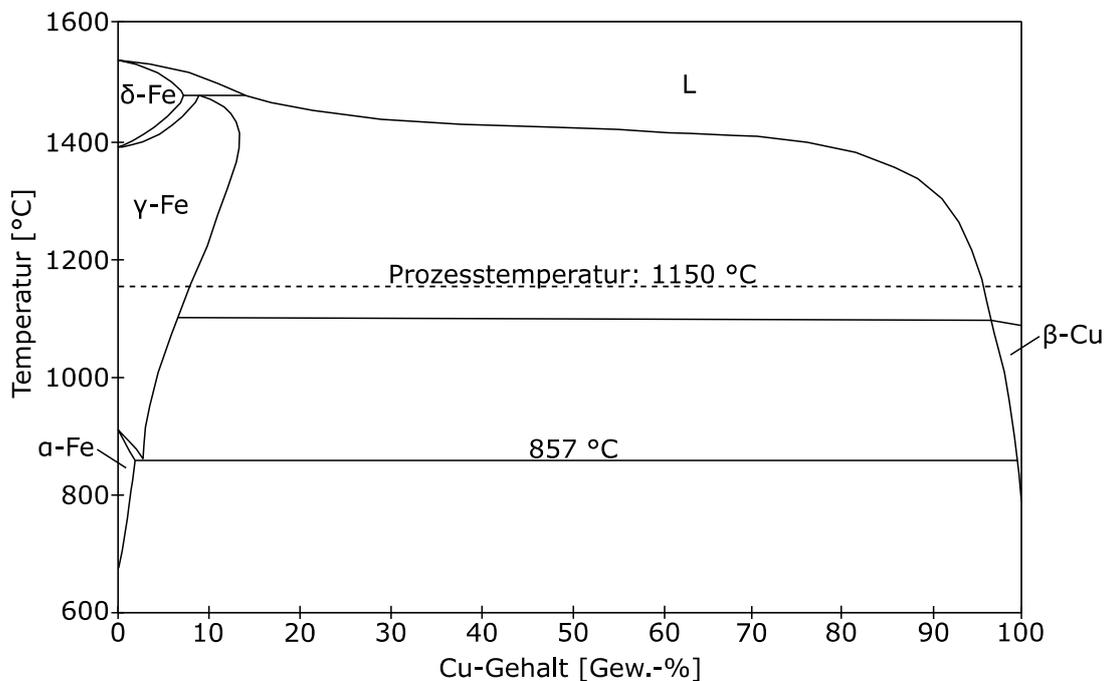


Abbildung 7.10 Phasendiagramm von Eisen und Kupfer

Das Phasendiagramm von Eisen und Kupfer belegt, dass sowohl Eisen im Austenit einen Mischkristall mit Kupfer bildet als auch Kupfer Eisen aufnehmen kann, siehe Abbildung 7.10. Eine EDX-Analyse der verschiedenen Lötgutbestandteile ergab, dass im Kupferlot geringe Mengen von knapp 1 bis 2 Gew.-% des Eisens gelöst wurden und auch die herausgelösten Eisenkörner knapp 12 Gew.-% Kupfer aufgenommen haben (vgl. Abbildung 7.9).

Der elektrische Widerstand stieg kontinuierlich über die Haltezeit und sogar darüber hinaus an (vgl. Abbildung 7.8). Die Diffusion bzw. der Mischkristallbildung zwischen Fe, Co und Cu kann hierfür als Ursache angesehen werden, da die infiltrierenden Fremdatome das ideale Kristallgitter stören. Dies behindert die Bewegung der Elektronen, wie es bereits in Abschnitt 7.2.1 beobachtet wurde, und führt somit zur Erhöhung des Widerstandes. Auch der einsetzende exponentielle Anstieg des Widerstandes während der Aufheizphase kann ein Indikator für eine Festkörperdiffusion in Form beginnender Platzwechselforgänge entlang der verschiedenen Grenzflächen sein.

Eine Bildung von  $\eta$ -Carbiden an der Grenzfläche des Hartmetalls konnte weder im REM noch mittels Murakami-Ätzungen nachgewiesen werden. Durch die Bildung des eisenhaltigen Saums an der Grenzfläche zum Hartmetall ist zwar eine notwendige Bedingung erfüllt, damit sich  $\eta$ -Carbide im Lötgut bilden, allerdings war die Haltezeit mit 5 Minuten ausreichend kurz gewählt. Außerdem sind auch keine Mischkristallbrücken vom Hartmetall hin zum Reineisen zu finden, die eine Diffusion des Kohlenstoffs aus dem Hartmetall heraus nach Thorson [87] beschleunigt hätte.

### 7.3.2 Reineisen an WC-Co mit 90 Min. Haltezeit

In Abbildung 7.10 ist die Messung des elektrischen Widerstandes (a) für eine Haltezeit von 90 Minuten und die zeitliche Änderung des Widerstandes (b) dargestellt. Auch hier ist das Diagramm auf den für den Lötzyklus relevanten Bereich in einer Zeit von der 50. Minute bis zur 500. Minute beschränkt, so dass der Anfangswiderstand von 143 m $\Omega$  auch zur besseren Skalierung der y-Achse nicht im Diagramm dargestellt ist.

Zu Beginn des Prozesses verhält sich der elektrische Widerstand ähnlich der Messung, wie sie zuvor bei einer Haltezeit von 5 Minuten beobachtet wurde. Mit Einsetzen der Heizung fällt der elektrische Widerstand rasch auf ein lokales Minimum

von  $170 \mu\Omega$  am Punkt A. Von hier an steigt der Widerstand nahezu konstant bis etwa zur 140. Minute am Punkt B. Dort setzt wieder ein exponentielles Wachstum, was insbesondere durch den linearen Anstieg in dem Diagramm der Widerstandsänderung in (b) zu sehen ist. Bei Erreichen der Schmelztemperatur des Lotes kann ein kleiner Peak an Punkt C identifiziert werden, woraufhin die Steigung weiter zunimmt. Bei Erreichen der Haltezeit des Lotes kann ein kleiner Peak an Punkt D identifiziert werden, woraufhin die Steigung weiter zunimmt. Bei Erreichen der Schmelztemperatur des Lotes kann ein kleiner Peak an Punkt C identifiziert werden, woraufhin die Steigung weiter zunimmt. Bei Erreichen der Haltezeit des Lotes kann ein kleiner Peak an Punkt D identifiziert werden, woraufhin die Steigung weiter zunimmt. Bei Erreichen der Schmelztemperatur des Lotes kann ein kleiner Peak an Punkt C identifiziert werden, woraufhin die Steigung weiter zunimmt.

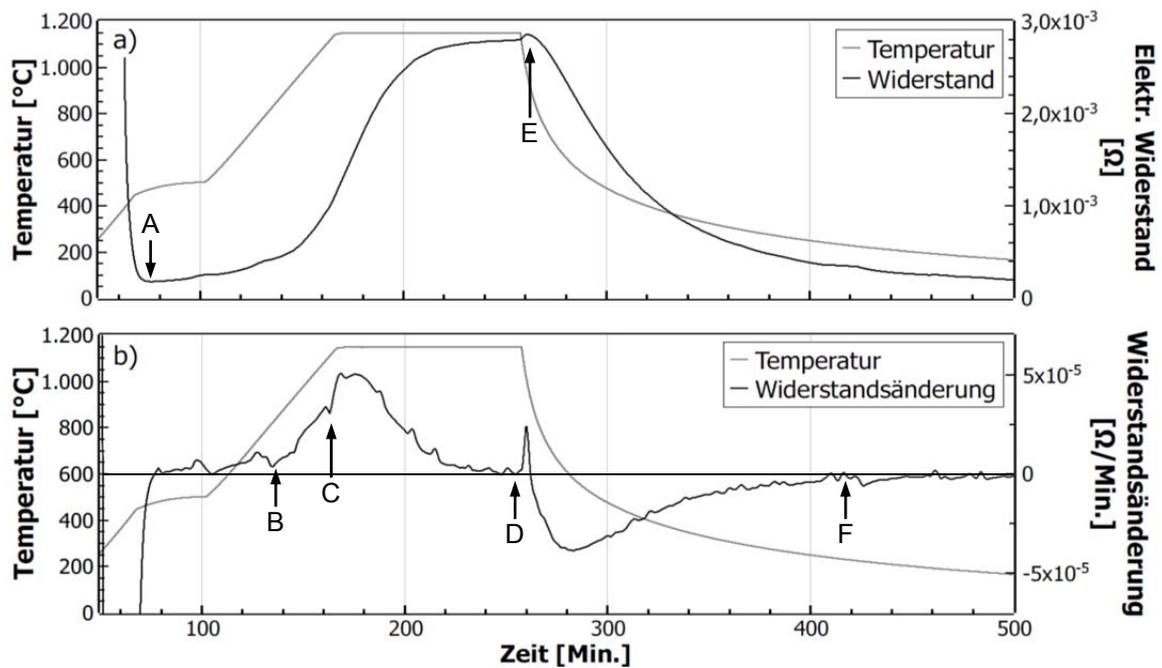


Abbildung 7.11 In situ Widerstandsmessung K10-Cu-Fe bei  $1150^\circ\text{C}$  und 90 Minuten Haltezeit  
 a) Widerstandsverlauf über die Zeit; b) Änderung des Widerstandes

Die höchste Steigung erfährt die Widerstandsmessung beim Erreichen der Haltezeit. Von hier an wächst zwar der Widerstand weiter, allerdings nimmt die Steigung über den Bereich der Haltezeit kontinuierlich ab, so dass der elektrische Widerstand am Ende der Haltezeit nicht mehr steigt (Punkt D). Mit Einsetzen der Abkühlung tritt in der Widerstandsmessung ein leichter Ausschlag am Punkt E auf, der allerdings auch in der im Ofen durchgeführten Referenzmessung an einem Festkörper zu beobachten war, so dass dieser Peak nicht auf den Fügeprozess, sondern auf das Abklingen der elektromagnetischen Felder im Ofen zurückzuführen ist. Ansonsten folgt der elektrische Widerstand der Temperatur, so dass beide exponentiell sinken. In der Kurve der Widerstandsänderung sind im Vergleich zur vorherigen Untersuchung über die gesamte Abkühlung leichte Unstetigkeiten (z.B.: Punkt F) zu beobachten, die in Abbildung 7.8 nicht zu sehen sind und daher ein Hinweis auf Vorgänge im Lötgut

sein können. Der elektrische Widerstand beträgt am Ende dieser Messung  $122 \mu\Omega$  und ist damit deutlich höher als bei der vorherigen Messung.

In Abbildung 7.12 ist das Gefüge der Lötnaht mit einer Haltezeit von 90 Minuten auf  $1150 \text{ }^\circ\text{C}$  dargestellt. Eine ausgeprägte Grenzschicht zwischen dem metallischen Fügepartner und dem Lot ist mittels der rückgestreuten Elektronen im REM nicht zu identifizieren, so dass hier eine sehr starke Diffusion des Eisens in das Lot erfolgt sein muss.

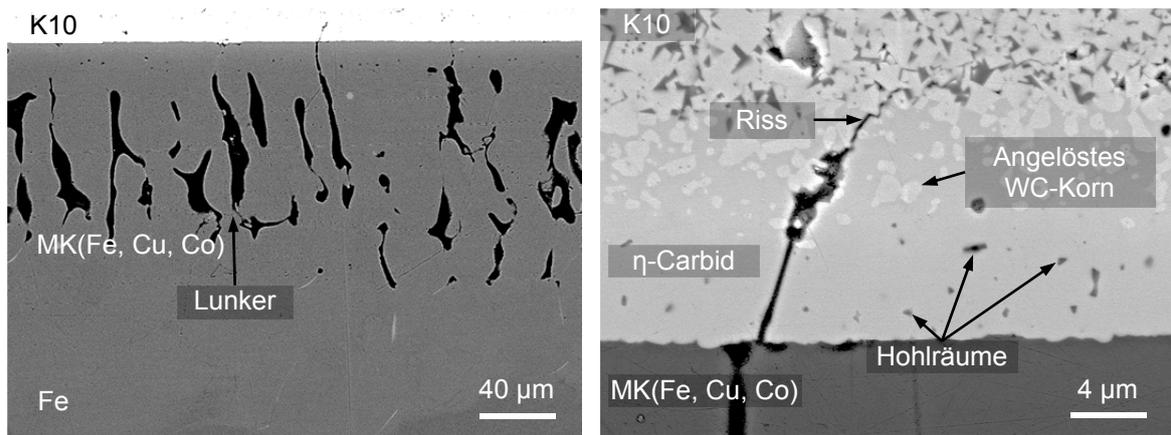


Abbildung 7.12 Gefüge der Lötung des Werkstoffsystems K10-Cu-Fe bei  $1150 \text{ }^\circ\text{C}$  und 90 Minuten Haltezeit; links: Überblickaufnahme des Lötguts, rechts: Vergrößerung der Hartmetallgrenzfläche mit einem  $\eta$ -Carbidband [184]

Außerdem sind sehr viele Lunker im Lötgut entstanden. Mittels der EDX-Analyse konnte festgestellt werden, dass die Konzentration an Kupfer vom Eisen hin zur Hartmetallgrenzfläche stetig zunimmt. An der Grenzfläche besitzt das Gefüge einen Kupferanteil von 10 Gew.-% und kann erst nach  $150 \mu\text{m}$  in Richtung des metallischen Grundwerkstoffs nicht mehr nachgewiesen werden. Unter Berücksichtigung des Phasendiagramms von Abbildung 7.10 und der langen Haltezeit muss daher eine isotherme Erstarrung des Lötguts in Folge der Diffusionsvorgänge stattgefunden haben. Das flüssige Kupfer infiltrierte wieder an den Korngrenzen des Reineisens und löste die Körner kontinuierlich heraus. Aufgrund der Temperatur von  $1150 \text{ }^\circ\text{C}$  besaßen die Körner des Eisens ein austenitisches Gefüge und konnten daher bis zu 7,8 Gew.-% an Kupfer aufnehmen. Über die Haltezeit von 90 Minuten muss somit das ganze Kupfer von dem festen, im flüssigen Lot schwimmenden, Austenit gelöst worden sein, wie es sich sowohl im Gefüge der Lötnaht als auch in der Widerstandsmessung durch den in Sättigung gehenden Widerstand gezeigt hat.

Im rechten vergrößerten Ausschnitt von Abbildung 7.12 ist zu sehen, dass an der Grenzfläche im Hartmetall ebenfalls eine Reaktion stattgefunden hat. So existieren nicht mehr einzelne kleine WC-Körner, die in einer Kobaltmatrix eingebettet sind. Stattdessen hat sich ein knapp 10  $\mu\text{m}$  großes  $\eta$ -Carbidband ausgebildet, das auch mit Hilfe der Murakami-Ätzung bestätigt wurde. Direkt an der Grenzfläche zum Lötgut ist dieses Band nahezu homogen und wird nur von einzelnen Hohlräumen durchzogen, die in Folge des Kirkendall-Effekts bei der Bildung des  $\eta$ -Carbids an den Phasengrenzen zwischen den WC-Körnern und der Hartmetallmatrix entstanden sein können. Knapp 5  $\mu\text{m}$  oberhalb der Grenzfläche sind noch einzelne WC-Körner innerhalb des Sprödphasenbandes zu erkennen, die allerdings ihre kantige Form verloren haben und deutlich abgerundet sind.

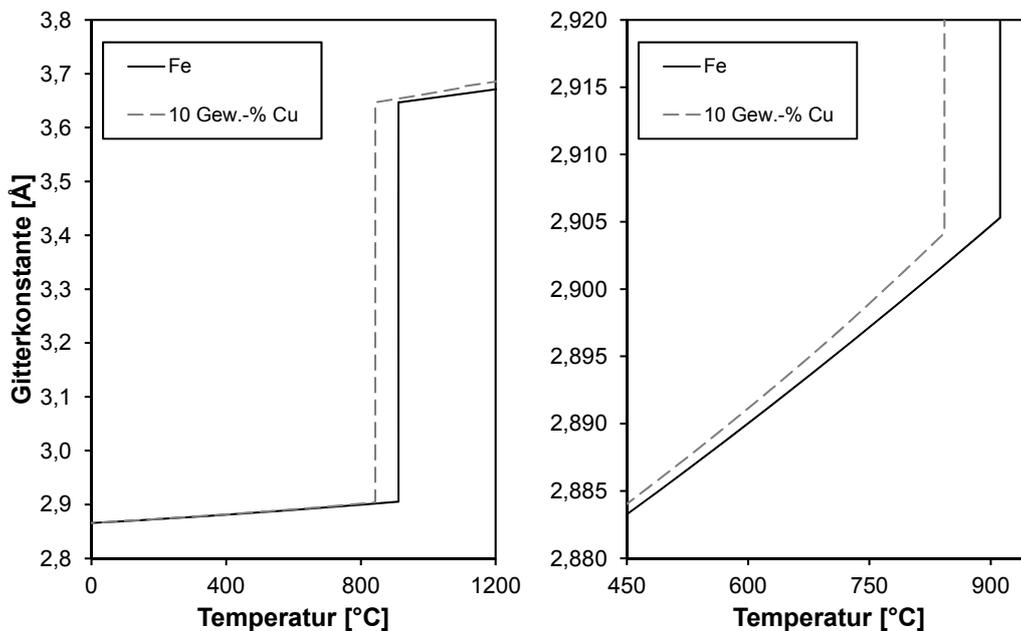


Abbildung 7.13 Änderung der Gitterkonstante in Abhängigkeit der Temperatur von Reineisen und einem Eisen-Mischkristall mit 10 Gew.-% Kupfer

Die Lunker im Lötgut sind auf die Schrumpfung der einzelnen Kristalle während der Abkühlung zurückzuführen. Hierzu wurde mit Hilfe der Simulationssoftware Thermo-Calc in Abbildung 7.13 die thermischen Ausdehnungskoeffizienten vom Reineisen als auch des austenitischen Mischkristalls berechnet. Die unterschiedlichen Gitterkonstanten auf dem hohen Temperaturniveau, die sich mit fortschreitender Abkühlung annähern, führen in Kombination mit der bei unterschiedlichen Temperaturen stattfindenden allotropen Umwandlung der Gitterstrukturen zu thermischen Eigenspannungen innerhalb des Lötguts. Weiterhin erfolgt durch die Prozessführung

des Ofens eine gerichtete Abkühlung von der Bauteiloberfläche ins Innere, wodurch das Gefüge an den Korngrenzen unter Zugspannungen stand und somit die Lunkerbildung verstärkt. Aufgrund der bei der Abkühlung sich aufbauenden thermischen Eigenspannungen beginnt ein Riss von einem Lunker im Lötgut ausgehend und verläuft nahezu gerade durch das Sprödphasenband. Der Riss trifft auf einzelne WC-Körner und orientiert sich interkristallin entlang der Grenzfläche zwischen den WC-Körnern und dem Sprödphasenband. Die Rissausbreitung kam erst im Hartmetall zum Erliegen, das ein dem Ausgangszustand vergleichbares Gefüge aufweist. Sowohl die Lunkerbildung als auch die Risse können eine Erklärung für die Unstetigkeiten in der Widerstandsänderungskurve während der Abkühlphase sein, die bei einer Haltezeit von 5 Minuten nicht aufgetreten sind, da diese eine Verschlechterung des Widerstandes bewirken.

#### 7.4 Diskussion

Der entwickelte Messaufbau konnte erfolgreich eingesetzt werden, um das Verhalten des elektrischen Widerstandes während einer Lötung im Vakuum zwischen einem Hartmetall und Reineisen zu analysieren. Die gewählten Prozessparameter erzeugten sowohl einen festen Werkstoffverbund, offenbarten aber auch signifikante Unterschiede im Verlauf der Widerstandsmessung, die mit Hilfe der Analyse des Lötgutes erklärt werden konnten. Während bei den Messungen an den Grundwerkstoffen in Abschnitt 7.2 jeweils die elektrischen Widerstände nach der Wärmebehandlung immer höher lagen, trat beim Löten in beiden Messreihen eine deutliche Reduzierung des Widerstandes auf. Aus diesem Grund hat das Verhalten des Widerstandes im Lötgut selbst einen größeren Einfluss auf die Messung als die Veränderung des Widerstandes in den Grundwerkstoffen und legt somit die Basis für die folgende Diskussion.

In Tabelle 7.1 sind die Widerstandswerte für die beiden Messreihen der Lötungen zu Start der Messung  $R_{Start}$ , am Ende  $R_{Ende}$  und zum Zeitpunkt A  $R_A$ , als der Widerstand nach ca. 200 Minuten bei der Lötung mit einer Haltezeit von fünf Minuten und nach 80 Minuten bei einer Haltezeit von 90 Minuten auf ein lokales Minimum gefallen war, gegenübergestellt.

Tabelle 7.1: Gegenüberstellung der elektrischen Widerstände der in situ Untersuchung

Haltezeit	$R_{Start}$ [ $\Omega$ ]	$R_A$ [ $\Omega$ ]	$R_{Ende}$ [ $\Omega$ ]
5 Minuten	0,163000	0,000130	0,000006
90 Minuten	0,143000	0,000170	0,000122

### *Beginn der Messung*

Die Widerstände zu Beginn der Messung liegen im  $m\Omega$ -Bereich und unterscheiden sich für beide Messreihen nur um  $20\text{ m}\Omega$ . Dies kann durch eine geringe Varianz in der Kontaktierung als auch der Oberflächenbeschaffenheit liegen und ist vernachlässigbar klein, wenn die Startwerte mit den finalen Widerständen  $R_{Ende}$  verglichen werden. Die beiden Werte für  $R_A$  sind im Gegensatz zu  $R_{Start}$  bereits um sechs Zehnerpotenzen gesunken. Eine Erklärung für dieses Absinken liegt in der Evakuierung der Ofenkammer und der einsetzenden Wärmebehandlung. Durch die Verringerung des Atmosphärendrucks sinkt der Übergangswiderstand an den Grenzflächen zwischen Grundwerkstoff und Lotfolie. Weiterhin kann eine Kontaktierung durch erste einsetzende Diffusionsprozesse bzw. Platzwechselfvorgänge an den metallisch blank präparierten Grenzflächen in Folge der Temperaturentwicklung bis  $500\text{ }^\circ\text{C}$  einsetzen. Diese Erzeugen zwar keinen festen Fügeverbund, sollten aber für diese signifikante Reduzierung des Widerstandes ausreichen. Eine ähnliche Beobachtung konnte bei einer vorangegangenen Untersuchung festgestellt werden [185], bei der zwei Bleche aus  $\text{TiAl}_4\text{V}_6$  ohne Lotwerkstoff aufeinander gelegt wurden und während der Wärmebehandlung sich der Widerstand ebenfalls verringert hat. Als die Proben aus dem Ofen herausgenommen wurden, hielten die Platten zusammen, der Verbund wies allerdings keine hohe Festigkeit auf.

### *Aufwärmphase und Haltezeit*

Während der Hartmetall-Eisen Verbund erwärmt wird, folgt der elektrische Widerstand der Temperatur nicht in einer linearen Abhängigkeit, sondern die Steigung des elektrischen Widerstandes nimmt kontinuierlich zu. Selbst das Aufschmelzen des Lotes behindert diesen Verlauf kaum, sondern führt nur zu einer leichten Stagnation, die jedoch nur im Diagramm der Widerstandsänderung sichtbar ist. Nach dem Aufschmelzen vergrößert sich die Widerstandsänderung nochmal deutlich in beiden Messreihen und nimmt erst zu einem späteren Zeitpunkt ab.

Gerade bei einer Haltezeit von 90 Minuten ist zu sehen, wie der elektrische Widerstand durch die längere Temperatureinwirkung in Sättigung geht. Die metallographische Untersuchung belegt, dass das Verhalten des elektrischen Widerstandes sich als Maß für den Fortschritt der Diffusionsprozesse eignet. Stieg der Widerstand nicht mehr weiter, so zeigt der Querschliff, dass die Diffusion im Lötgut nahezu abgeschlossen war.

### *Abkühlung*

Erst innerhalb der Abkühlung begann der Widerstand abzunehmen und auf Raumtemperatur wurde im Falle einer Haltezeit von 5 Minuten ein finaler Widerstand  $R_{Ende}$  von  $6 \mu\Omega$  gemessen. Dieser Endwiderstand ist vom Niveau her vergleichbar mit den Ergebnissen aus Kapitel 5, bei der Lötnahte mit einem Widerstand unterhalb von  $10 \mu\Omega$  keine signifikanten Fehlstellen aufwiesen. Der Endwiderstand bei einer Haltezeit von 90 Minuten liegt mit  $122 \mu\Omega$  gleichfalls unter dem Wert von  $R_A$ , allerdings fand keine Reduzierung um mehrere Zehnerpotenzen statt, so dass dieser Widerstand auch aus Sicht der Ergebnisse aus Kapitel 5 als äußerst kritisch zu bewerten sind. Dies bestätigten zudem die Befunde an den Schliffen, bei denen sowohl die Entstehung eines deutlichen  $\eta$ -Carbidbandes an der Grenzfläche des Hartmetalls nachgewiesen werden konnte als auch im Lötgut eine starke Mischkristallbildung zwischen dem Kupfer und Eisen stattgefunden hat, so dass kein reines Kupfer im Lötgut nachweisbar war.

Beim Betrachten der Widerstandsmessung während der Abkühlphase fällt weiterhin auf, dass insbesondere bei der Messung mit einer Haltezeit von 90 Minuten Ausschläge in der Widerstandsänderung einsetzen (Punkt F in Abbildung 7.11). Die Abkühlkurve der Lötung einer Haltezeit von 5 Minuten (vgl. Abbildung 7.8) weist hingegen einen steten Verlauf auf. Eine Gegenüberstellung der Querschliffe beider Lötungen zeigt zudem, dass nur bei der 90-minütigen Haltezeit Lunker entstanden sind, die zudem Risse bis ins Hartmetall in Folge der thermischen Eigenspannungen initiierten. So können diese Ausschläge während der Abkühlung als Hinweis für das Entstehen von Hohlräumen oder gar Rissen innerhalb des Lötverbundes herangezogen werden.

Zusammenfassend können drei Effekte definiert werden, die einen maßgeblichen Einfluss auf die Entwicklung des Widerstandes im Lötgut besitzen:

- Temperatur: wie aus der Metallphysik bekannt ist, bewirkt eine Erhöhung der Temperatur einen Anstieg des elektrischen Widerstandes im Werkstoff. Dieser Effekt ist der gesamten Messung überlagert.
- Mischkristallbildung: Die Reinmetalle besitzen grundsätzlich den geringsten elektrischen Widerstand. Durch das Einsetzen von Diffusionsprozessen bilden sich an den Grenzflächen Mischkristalle. Innerhalb der Mischkristalle ist das atomare Gitter verzerrt, so dass die Bewegung der freien Elektronen behindert wird und der elektrische Widerstand dadurch ansteigt. Dieser Effekt steigt ebenfalls mit der Temperatur, da die Atome stärker zur Diffusion angeregt werden. Deutlich ausgeprägt ist dieser Effekt beim geschmolzenen Lot, wie die Diagramme der Widerstandsänderung belegen. Die Zunahme des Widerstandes endet erst, wenn die Diffusionsprozesse zum Erliegen kommen.
- Kontaktierung: die Herstellung eines stoffschlüssigen Verbundes zwischen den Fügepartnern führt zu einer Reduzierung des elektrischen Widerstandes. Dies wird insbesondere durch den rapiden Abfall des Widerstandes zu Beginn der Messung im niedrigen Temperaturbereich bis 500 °C ersichtlich. In Folge von Mikroverschweißungen nimmt der Widerstand um mehrere 10er-Potenzen ab. Eine weitere Reduktion des Widerstandes erfolgt erst nach dem Schmelzen des Lotes und der dadurch einhergehenden vollständigen Benetzung der Grundwerkstoffe. Aufgrund der Überlagerung der anderen metallphysikalischen Effekte (Temperatur und Mischkristallbildung) ist der Wechsel des Aggregatzustandes des Lotes in der Messung meist nur in der Widerstandsänderung zu erkennen. Hinzu kommt, dass die Breite des Lötguts von wenigen Mikrometern im Vergleich zur etwa 3 mm langen Messstrecke sehr klein ist. Die Auswirkung der Reaktion lässt sich dennoch sehr gut mit Hilfe der entwickelten Messtechnik darstellen.
- Fehlstellen: entstehen während der Abkühlung im Fügeverbund Fehlstellen in Form von Lunkern oder gar Rissen, haben diese auch einen Einfluss auf den Widerstand. Da der Temperatureffekt allerdings die Messung überlagert, lassen sich diese meist nur im Diagramm für die Widerstandsänderung identifizieren.

*Prüfstrom*

Abschließend soll in diesem Abschnitt noch die Rolle des während der Messung applizierten Prüfstromes diskutiert werden. Grundsätzlich ist aus der Literatur bekannt, dass Ströme in elektrischen Leitern zur sogenannten Elektromigration führen können. Die höchste Aufmerksamkeit erhält die Elektromigration bei der Nutzung von Halbleitern bzw. integrierten Schaltungen [186], da sie die Zuverlässigkeit und Lebensdauer integrierter Schaltungen maßgeblich beeinträchtigt. Bei der Elektromigration wird der Materialtransport durch die im Werkstoff fließenden Elektronen angeregt, in dem diese ihren Impuls bei Kollision mit den Ionen des Metallgitters übertragen und hierdurch besonders an Störstellen des Gitters einen Platzwechsel der Metallionen initiieren. In der Entwicklung von Computer Prozessoren und anderen integrierten Schaltungen wurde beobachtet, dass solche Platzwechselforgänge in einem für die Zuverlässigkeit der Baugruppen relevante Größenordnung insbesondere bei Stromdichten von  $10^6 \text{ A/cm}^2$  auftreten [187]. Auch weichgelötete Fügeverbindungen stehen im Fokus aktueller Forschungen, da die Elektromigration auch eine Veränderung im Gefüge des Lötguts hervorrufen kann [188, 189].

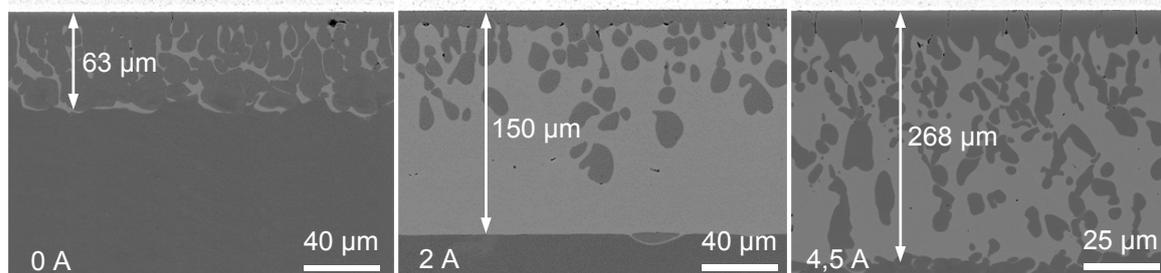


Abbildung 7.14 Auswirkung auf die Fügezone durch die Verwendung unterschiedlicher Prüfströme (0 bis 4,5 A) bei einer Haltezeit von 5 Minuten auf einer Prozesstemperatur von  $1150 \text{ °C}$  [184]

Üblicherweise ist für eine messbare Auswirkung der Elektromigration eine elektrische Beanspruchung des Bauteils von mehreren Tagen notwendig. Durch die erhöhte Temperatur während der Wärmebehandlung wird allerdings das elektrochemische Potential der Atome gesteigert, so dass sie in Kombination mit dem angelegten Prüfstrom die Bereitschaft zur Diffusion gesenkt wird. Um diesen Effekt bei der vorangegangenen Untersuchung zu quantifizieren, wurde die Lötung mit einer Haltezeit von 5 Minuten nochmals ohne einen angelegten Strom und mit einer

Stromstärke von 4,5 A wiederholt und der zuvor getätigten Messung mit 2 A verglichen. Das Resultat der Untersuchung ist in Abbildung 7.14 zusammengefasst.

Zu sehen ist in den Aufnahmen wieder das Lötgut, das sich zwischen dem Hartmetall K10 und dem Reineisen ausgebildet hat. Im Falle der Lötung, die ohne angelegten Prüfstrom durchgeführt wurde, hat das Lötgut eine Breite von 63  $\mu\text{m}$  erreicht, die annähernd der ursprünglichen Breite der Kupferfolie entspricht. Im Falle der Lötung mit einem Prüfstrom von 2 A hat sich das Lötgut in seiner Breite mit 150  $\mu\text{m}$  mehr als verdoppelt. Eine weitere Erhöhung des Prüfstroms auf 4,5 A ergab sogar eine Lötgutbreite von 268  $\mu\text{m}$ . Hieraus lässt sich ein klarer Einfluss des elektrischen Stromes auf die Ausbildung des Lötgut ableiten. Auch wenn die Stromdichte mit etwa 5  $\text{A}/\text{cm}^2$  deutlich geringer ist als der aus der Literatur bekannte Grenzwert, beschleunigt und verstärkt die Applikation des elektrischen Stromes während der Lötung die Initiierung von Diffusionsprozessen. Aus prüftechnischer Sicht sollte jedoch die Messung keinen Einfluss auf den ablaufenden Prozess haben. Eine Lösung kann in einer nicht kontinuierlichen Messung des Widerstandes liegen, indem nur innerhalb kürzester Zeitintervalle Stromimpulse durch den Werkstoff gesendet werden, um das Spannungspotential zur Berechnung des Widerstandes zu messen. Allerdings könnte dieser Effekt auch genutzt werden, um den Lötprozess aktiv zu steuern bzw. zu optimieren.

## 8 Zusammenfassung und Ausblick

Innerhalb dieser Dissertation wurde eine zerstörungsfreie Prüfmethode zur Untersuchung von hartgelöteten Fügeverbindungen basierend auf dem elektrischen Widerstand entwickelt. Ziel war hierbei neben der Entwicklung einer funktionsfähigen und verlässlichen Methodik auch die Potenziale und Grenzen im Hinblick auf etablierte Prüfverfahren zu untersuchen. Die sich hieraus ergebende Fragestellung lautete: in wie weit kann der elektrische Widerstand als Messgröße eine zuverlässige Aussage über die Festigkeit der Fügeverbindung genutzt werden? Dies stellt sich insbesondere unter dem Blick, dass viele andere etablierte Prüfmethoden gerade zur Qualitätssicherung innerhalb einer Massenfertigung in ihrem Einsatz zu aufwändig sind. Als relevante Fügeverbindung wurde ein etablierter Werkstoffverbund aus Hartmetall auf Wolframcarbid/Kobalt-Basis und ausgewählten Stahlwerkstoffen ausgewählt, wie sie in zahlreichen Unternehmen bei der Produktion von Werkzeugen für die spanende Fertigung eingesetzt werden.

Innerhalb einer dezidierten **Eingangsbetrachtung** konnte festgestellt werden, dass der elektrische Widerstand der gelöteten Fügeverbindungen im  $\mu\Omega$ -Bereich angesiedelt ist. Eine präzise Messung dieser kleinen Widerstände ist jedoch mit Hilfe der 4-Leiter-Messung möglich. Um eine Beeinträchtigung der Lötnaht durch die Prüfung zu vermeiden und auch in Folge einer zu starken Erwärmung des Bauteils die Messung nicht zu verfälschen, wurde ein maximaler Prüfstrom von 5 A ermittelt. Die Grundwerkstoffe überlagern durch die jeweils gewählte Länge der Messstrecke das Endergebnis, wobei der Wert knapp  $3 \mu\Omega$  pro Millimeter beträgt. Die Kontaktierung zur Messung des Spannungspotenzials lag bei knapp 3 mm und war somit gut und

reproduzierbar beherrschbar. Die Kontaktierung wurde zunächst durch das Widerstandspunktschweißen vorgenommen, mit dem sowohl an den Prüfkörpern am Stahl als auch am Hartmetall eine beständige und elektrisch leitfähige Verbindung möglich ist. Dies gewährleistete eine zuverlässige und reproduzierbare Widerstandsmessung. Erst im weiteren Verlauf, nachdem sich die elektrische Widerstandsmessung auf Basis der 4-Leiter-Messung als zweckmäßige Prüfmethode zur Untersuchung der Fügeverbindungen herausstellte, wurde mit Hilfe von gefederten Messspitzen eine wirklich zerstörungsfreie Kontaktierungsmöglichkeit identifiziert.

Für die darauffolgende **analytische Untersuchung** wurde eine Probengeometrie definiert, die die Widerstandsmessung an verschiedenen Positionen entlang der Lötnaht zuließ. Des Weiteren waren die Probekörper für weitere Prüfmethoden geeignet, um die Potentiale und Grenzen der neuartigen Prüfung zu validieren. Hierzu wurde eine Probenform mit quadratischer Grundfläche gewählt, wobei ein Hartmetallplättchen der Sorte K10 induktiv unter Einsatz des Flussmittels Fh12 auf einen Schaft aus dem Stahl 115CrV3 mit dem Silberbasis-Lot Ag 449 gelötet wurde. Dieser Fügeprozess erzeugt auf der einen Seite innerhalb weniger Sekunden eine feste Fügeverbindung, wie sie insbesondere in der Herstellung von hartmetallverstärkten Kreissägen angewandt wird. Auf der anderen Seite kann die Prozessführung jedoch auch zu einigen Inhomogenitäten im Fügeverbund führen, die die Festigkeit teils drastisch herabsetzen können. Bei der Probenherstellung wurden die Haltezeit und die Prozesstemperatur variiert, um ein breites Spektrum von ungenügenden bis hin zu hochwertigen Fügeverbunden herzustellen.

Neben der elektrischen Widerstandsmessung wurden als zerstörungsfreie Methode zusätzlich die Ultraschallprüfung in Tauchtechnik und die Durchstrahlungsprüfung hinzugezogen. Ferner wurde von den Fügeverbunden die Scherfestigkeit ermittelt und die Bruchfläche fraktographisch untersucht. Anhand von Querschliffen konnte das Gefüge der Lötnahte exakt beschrieben werden. Mit diesem umfassenden Gesamtbild der Fügeverbunde ließen sich die Charakteristika der verschiedenen Prüfmethoden erörtern und untereinander vergleichen.

Die **Ultraschallprüfung** erlaubt die volumetrische Prüfung der Probekörper, wobei jedoch das akustische Verhalten an den Grenzflächen des Lötgutes das Ergebnis beeinflusst. So konnten im Lötgut enthaltene Poren, die durch das verwendete

Flussmittel verursacht wurden, nachgewiesen werden. Daneben wurde festgestellt, dass auch die Breite des Lötspaltes in Abhängigkeit von der gewählten Prüffrequenz zu Interferenzen führen kann, die das eigentliche Prüfergebnis überlagern. Für eine möglichst präzise Messung ist daher eine exakte Auswahl der Prüfparameter notwendig. So erlaubt die Ultraschallprüfung in Tauchtechnik eine zeiteffektive Untersuchung zahlreicher kleiner Bauteile, indem die Löt Nähte nebeneinander geprüft werden.

Innerhalb der **Durchstrahlungsprüfung** und Computertomographie kann trotz einer exakten Ausrichtung der Bauteile eine präzise Messung durch den hohen Absorptionskoeffizienten des Hartmetalls erschwert sein, da dieser hauptsächlich aus Wolframcarbid bestehende Werkstoff nahezu sämtliche Röntgenstrahlung nicht durchlässt. Anhand der gewählten Probengeometrie war es allerdings doch möglich eine Untersuchung vorzunehmen. Gerade die Computertomographie lässt hier zerstörungsfreie Aufnahmen des Gefügequerschnittes zu, wie sie anders nur mittels von zahlreichen Querschliffen oder der Bruchflächenanalyse möglich sind. So konnten in den Bildern nicht benetzte Flächen und auch die Porosität festgestellt werden.

Das Abscheren der Hartmetallplättchen lieferte die Scherfestigkeit als **mechanischen Kennwert** für die Korrelation mit den zuvor getätigten Prüfmethoden. So bildete sich für die Festigkeit ein Maximum bei einer Prozesstemperatur zwischen 800 °C und 850 °C bei einer Haltezeit von 3 s aus und stand in Einklang mit den ermittelten elektrischen Widerstandswerten. Insbesondere die Analyse der Bruchflächen zeigte, dass die Form und örtliche Verteilung der Porosität einen maßgeblichen Einfluss auf die Festigkeit hat. Besonders die Poren, die nahe an den Scherkanten auftreten, setzen die Scherfestigkeit herab und erzeugen einen erhöhten Widerstand an der jeweiligen Messposition.

In Bezug auf die Widerstandswerte ist ebenfalls auffällig, dass mit einer weiter ansteigenden Prozesstemperatur auf bis zu 900 °C die Widerstände weiterhin zunahmten, obwohl im Lötgut der Porositätsgrad abnahm. Anhand einer **metallographische Untersuchung** an nicht abgescherten Proben konnte die Zusammensetzung des Lötguts gedeutet werden und offenbarte, dass insbesondere höhere Prozesstemperatur zu einer deutlich stärkeren Durchmischung der einzelnen Legierungsbestandteile des Lotes und der Grundwerkstoffe führte. Der Stand der

Technik als auch die getätigten in situ Untersuchungen belegen, dass die geringsten elektrischen Widerstände in einem möglichst reinen metallischen Gitter ohne Legierungs- und Begleitelementen vorliegen und ein Auflegieren zu einer Erhöhung führt.

Da die Visualisierung von Strömen in elektrischen Leitern nicht möglich ist, wurde innerhalb der analytischen Untersuchung eine **FEM-Analyse** des gewählten Messaufbaus durchgeführt. Die Simulationsergebnisse demonstrieren, wie sich in den Werkstoff die Spannungspotenzialfelder entlang des Stromkreises und in Abhängigkeit zu definierten Modellfehlern hin entwickeln. Hierbei wurden ebenfalls zwei unterschiedliche Varianten zur Stromeinspeisungen miteinander verglichen. Während die Stromeinspeisung in Reihe mit der Spannungsmessung erfolgt, konzentriert sich das resultierende Spannungspotenzialfeld an der Oberfläche, so dass insbesondere oberflächennahe Fehler zu einem deutlich höheren Spannungsabfall führen und somit präziser detektiert werden können. Ungängen auf der Rückseite können hingegen nicht von der Messung innerhalb dieser Messapplikation detektiert werden. Dies spiegelte sich auch in dem Vergleich der Bruchflächen mit den gemessenen Widerständen wieder, so dass die Anwendung dieses Messprinzips eine sehr hohe Ortsauflösung besitzt. Die Stromeinspeisung an den Stirnflächen erzeugt hingegen ein deutlich homogeneres Spannungspotenzialfeld im Probekörper, so dass hierdurch auch die Möglichkeit besteht, Fehler innerhalb der Lötnaht aufzufinden.

Die Erkenntnisse der analytischen Untersuchung konnten erfolgreich auf reale Bauteile am Beispiel von **Hammerbohrern** angewandt werden. Hierzu wurden Bohrer geprüft, die direkt aus der laufenden Produktion entnommen wurden und keine Ungängen aufwiesen. Zusätzlich wurden einige innerhalb der Lötnaht mit Lötstop versehen, das eine Benetzung des flüssigen Lotes verhindert und somit Fehlstellen erzeugt. Zunächst wurde eine punktgeschweißte Kontaktierung vorgenommen, um die Funktionsfähigkeit der Methode zu überprüfen. Die Messpositionen wurden derart gewählt, dass nicht nur oberflächennahe Fehler mit Hilfe der 4-Leiter-Messung detektiert werden konnten, sondern vor allem auch die innenliegenden Ungängen. Die Fehlstellen konnten sowohl mittels der Ultraschallprüfung als auch metallographisch bestimmt werden. Basierend auf diesen Erkenntnissen wurde ein Werkzeug entwickelt und mittels additiver Fertigung hergestellt, um eine Prüfung an Hammerbohrern vorzunehmen. Als Kontaktierungsmethode wurden hierzu

gefederte Messspitzen ausgewählt, um die Oberfläche der Bohrer im Sinne einer zerstörungsfreien Prüfung nicht zu beschädigen. Durch wiederholende Messungen konnte demonstriert werden, dass die neue Kontaktierungsweise auch eine sehr gute Reproduzierbarkeit der Messwerte bietet. Dies wird durch die exakte Einhaltung der gleichen Messabstände gewährleistet. Das entwickelte Werkzeug kann die Prüfzeit eines einzelnen Bohrers auf wenige Sekunden reduzieren, so dass hierdurch ein Einsatz in der Massenprüfung denkbar ist, wie es mit aufwändigeren Prüfmethoden kaum ermöglichen. Somit können die Potentiale und Grenzen der elektrischen Widerstandsmessung im Hinblick auf eine zerstörungsfreie Prüfung von hartgelöteten Bauteilen nach Tabelle 8.1 gegliedert werden.

Tabelle 8.1: Auflistung der Potentiale und Grenzen der elektrischen Widerstandsmessung zur Prüfung von hartgelöteten Fügeverbindungen

Potentiale	Grenzen
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Geringe Investitionskosten</li> <li>• Schnelle Prüfung</li> <li>• Hohe lokale Auflösung</li> <li>• Finden von Fehlstellen wie Poren/Lunker</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Nur elektrisch leitfähige Lötnahte</li> <li>• Anpassung auf das spez. Bauteil</li> <li>• Einzelne Messung gibt keine Information über Zustand der gesamten Lötnaht</li> </ul>

Im Gegensatz zu anderen zerstörungsfreien Prüfmethoden, wie die Ultraschallprüfung oder Röntgendurchstrahlung zeichnet sich die elektrische Widerstandsmessung durch wesentlich geringere Investitionskosten für die notwendige Ausrüstung aus, das vornehmlich aus einer Spannungsmessung und einer Konstantstromquelle besteht. Hierbei können jedoch nur elektrisch leitfähige Lötnahte und Grundwerkstoffe untersucht werden, das mögliche Anwendungsspektrum konnte aber im Rahmen dieser Arbeit am Beispiel der Hartmetall-Stahl-Fügeverbindung belegt werden. Die Kontaktierung der elektrischen Leiter muss für das jeweilige Bauteil angepasst und die Funktionsfähigkeit verifiziert bzw. zuvor die Messsignale kalibriert werden. Allerdings zeichnet sich die Messmethode durch ihre besonders hohe laterale Auflösung aus, so dass an für die Betriebsfestigkeit kritischen Stellen eine empfindliche Prüfung auf Fehler möglich ist. Die Methode erlaubt ferner eine Aussage, ob das Lötgut Fehlstellen wie Poren, Lunker oder Risse den Fügeverbund in einem untolerierbaren Maß vorhanden sind. Des Weiteren kann auch die durch eine Mischkristallbildung bzw. Diffusion herbeigeführte Widerstandserhöhung detektiert werden.

Hierin begründet sich die Untersuchungen zur **in situ Widerstandsmessung**. Innerhalb dieser Arbeit konnte ein funktionsfähiger Messaufbau zur elektrischen Widerstandsmessung in einem Vakuumofen entwickelt und eingesetzt werden. Somit war es erstmalig möglich, den Ablauf des Lötprozesses von Hartmetall in einem Vakuum bei 1150 °C zu verfolgen. Nachdem der Messaufbau stabile und reproduzierbare Messungen lieferte, wurden zunächst Wärmebehandlungen an den Grundwerkstoffen durchgeführt, um deren Verhalten während der Prozessführung abzuklären. Während die Grundwerkstoffe nach Beendigung der Wärmebehandlung jeweils einen höheren Widerstand aufweisen als zu Beginn, sind beim Löten die Widerstände stets niedriger. Innerhalb des Lötprozesses wirken sich verschiedene Mechanismen meist zeitgleich auf den Widerstand aus. Insbesondere zu Beginn der Wärmebehandlung in einem niedrigen Temperaturbereich bis ca. 500 °C konnte beobachtet werden, wie der Widerstand um mehrere 10er-Potenzen fiel. Dies lässt sich auf erste einsetzende Diffusion zwischen den Grenzflächen der verwendeten Werkstoffe zurückgeführt, so dass sich die elektrische Kontaktierung verbessert. Dieser Effekt wirkte sich deutlich stärker aus als die Widerstandserhöhung infolge der Erwärmung. Erst ab einem lokalen Minimum begann der Widerstand dem Temperaturverlauf zu folgen, wobei die Steigung des Widerstandes kontinuierlich zunahm. Die Steigung des Widerstandes lässt sich auf die ablaufenden Diffusionsprozesse im Lötgut zurückführen, was neben der metallographischen Untersuchung sich auch in den Widerstandskurven zeigte. Denn bei einer kurzen Haltezeit stieg der Widerstand sogar noch während der Abkühlung zeitweise an und erst bei der langen Haltezeit langsam in Sättigung ging. Daneben ließ sich der Zeitpunkt des Aufschmelzens des Lotes detektieren als auch eine Lunkerbildung bzw. Risse während der Abkühlung aufgrund des spröden Gefüges erkennen.

Die Arbeiten konnten somit belegen, dass eine elektrische Widerstandsmessung während des Lötprozesses wesentliche Erkenntnisse über den Zustand des sich ausbildenden Gefüges liefert. Es konnte nachgewiesen werden, dass die Detektion von volumetrischen Fehlern möglich ist. Insbesondere Hohlräume und Risse nahe der Oberfläche, die für eine erhöhte Kerbspannung sorgen und somit die Festigkeit des Fügeverbundes beeinträchtigen lassen sich sehr gut nachweisen. Sogar die ablaufenden Diffusionsprozesse in Form von Mischkristallbildungen konnten mit Hilfe der

Widerstandsmessung während des Lötprozesses gemessen werden. Zuletzt zeigte sich auch, dass der an die Lötnaht angelegte Strom das Lötgut beeinflussen kann.

In **zukünftigen Arbeiten** können die Ergebnisse und Erfahrungen dieser Arbeit verwendet werden, um beispielsweise eine auf der elektrischen Widerstandsmessung basierende Qualitätssicherung in Fertigungslinien von hartgelöteten Bauteilen aufzubauen. Hierzu wären insbesondere Bauteile wie Hammerbohrer oder Kreissägen prädestiniert, die in hohen Stückzahlen produziert werden und daher eine rasche Prüfung notwendig ist. Durch einen leistungsfähigen Aufbau wäre sogar eine hundertprozentige Qualitätssicherung an Lötautomaten für die Herstellung von Kreissägen denkbar. Die in situ Widerstandsmessung bietet einen wichtigen Beitrag zur Entwicklung und Erforschung neuer Fügeprozesse beispielsweise beim Hartlöten als auch beim Diffusionschweißen. Sie liefert die Möglichkeit den Zustand innerhalb der Fügezone direkt zu messen. Außerdem belegen die Ergebnisse, dass der applizierte Prüfstrom einen deutlichen Einfluss auf das Gefüge der Lötnaht besitzt. Neben der messtechnischen Herausforderung diesen zu unterdrücken, ließe sich hierdurch das Gefüge der Lötnaht auch gezielt beeinflussen.

## 9 Literaturverzeichnis

- [1] A. Rabinkin, A. E. Shapiro und M. Boretius, „Brazing of diamonds and cubic boron nitride,“ in *Advances in Brazing*, Woodhead Publishing Series, 2013, pp. 160-193.
- [2] W. Tillmann, Aspekte des Aktivlötens nichtoxidischer Ingenieurkeramiken, Universität Aachen: Dissertation, 1992.
- [3] W. Tillmann, „Trends and market perspectives for diamond tools in the construction industry,“ *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, pp. 301-306, 2000.
- [4] P. M. Roberts, „Brazing cemented carbide,“ *Metal construction* , pp. 12-18, 1987.
- [5] M. Stroiczek, „Löten von Hartmetallen,“ Umicore - BrazeTec, Hanau, 2006.
- [6] W. Schedler, Hartmetall für den Praktiker, Düsseldorf: VDI-Verlag, 1988.
- [7] R. Kieffer und F. Benesovsky, Hartstoffe, Wien: Springer-Verlag, 1963.
- [8] H. Ortner, P. Ettmayer und H. Kolaska, „The history of the technological progress of hardmetals,“ *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, pp. 148-159, August 2014.
- [9] I. Konyashin, „Cemented Carbides for Mining, Construction and Wear Parts,“ in *Comprehensive Hard Materials*, Elsevier Ltd., 2014, pp. 425-451.

- 
- [10] W. Tillmann, „Hartmetalle im Bauwesen,“ in *Hartstoffe, Hartstoffschichten, Werkzeuge, Verschleißschutz - Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis - Band 13*, Werkstoff-Informationsgesellschaft, 1997.
- [11] P. Eттmayer, H. Kolaska und H. M. Ortner, „History of Hardmetals,“ in *Comprehensive Hard Materials*, Elsevier, 2014, pp. 3-26.
- [12] R. German, *A-Z of powder metallurgy*, Oxford: Elsevier Advances Technology, 2005.
- [13] D. Mari, *Cermets and hard metals*, encyclopedia of materials: science and technology, Elsevier Science Ltd., 2001.
- [14] J. Ruge und H. Wohlfahrt, *Technologie der Werkstoffe - Herstellung Verarbeitung Einsatz - 8. Auflage*, Vieweg Verlag, 2007.
- [15] N. Kuhn und T. M. Klapötke, *Allgemeine und anorganische Chemie - Eine Einführung*, Berlin, Heidelberg: Springer Spektrum, 2014.
- [16] Werkzeug Stahl Center, „Datenblatt 1.3202 S 12-1-4-5,“ Werkzeug Stahl Center, Veitsbronn-Siegelsdorf, 2015.
- [17] A. Kurlov und A. Gusev, *Tungsten Carbides: Structure, Properties and Application in Hardmetals*, Springer-Verlag, 2013.
- [18] S. Kim, S.-H. Han, J.-K. Park und H.-E. Kim, „Observation of WC Grain Shapes determined by Carbon Content during Liquid Phase Sintering of WC-Co Alloys,“ *proceedings of the 15th International Plansee Seminar, Reutte*, 2001.
- [19] K. Mannesson, *WC grain growth during sintering of cemented - Experiments and simulations*, Stockholm, Schweden: Doctoral Thesis - KTH Industrial Engineering and Management, 2011.
- [20] R.-P. Herber, W.-D. Schubert und B. Lux, „Hardmetals with "rounded" WC grains,“ *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, pp. 360-364, 23 November 2005.
- [21] A. Delanoe und S. Lay, „Evolution of the WC grain shape in WC-Co alloys during sintering: Effect of C content,“ *International Journal of Refractory Metals &*

---

*Hard Materials*, pp. 140-148, 3 June 2009.

- [22] P. K. Mehrotra, „Powder Processing and Green Shaping,“ in *Comprehensive Hard Materials - Hardmetals*, Elsevier, 2014, pp. 214-234.
- [23] N. N., Ceratizit: hard materials - Verschleißteile, Ceratizit, 2013.
- [24] J. Norton, „Some observations on the role of the binder in cemented refractory alloys,“ *Powder metallurgy bulletin*, pp. 75-78, 1951.
- [25] J. Freytag, Auswirkungen von Zusätzen auf die Bindephase einer WC-12 Gew.-Prozent-Co Hartlegierung - Dissertation, Stuttgart: Universität Stuttgart, 1977.
- [26] D. Waldorf, M. Stender, S. Liu und D. Norgan, „Alternative Binder Carbide Tools for machining superalloys,“ in *Proceedings of the international conference on manufacturing science and engineering*, Evanston, Illinois USA, 2008.
- [27] L. Prakash, „Fundamentals and General Applications of Hardmetals,“ in *Comprehensive hard materials - hardmetals*, Oxford, UK, Elsevier, 2014, pp. 29-90.
- [28] U.S. Geological Survey, „<http://minerals.usgs.gov>,“ 02 2014. [Online]. Available: <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/cobalt/mcs-2014-cobal.pdf>. [Zugriff am 08 07 2014].
- [29] G. S. Upadhyaya, Cemented Tungsten Carbides - Production, Properties, and Testing, New Jersey, Westwood: Noyes Publications, 1998.
- [30] T. Penrice, „Alternative Binders for Hard Metals,“ *Journal Materials Shaping Technology*, pp. 35-39, 1987.
- [31] R. Cheburaeva, I. Chaporova, Y. F. Rudakov und T. I. Krasina, „Optimization of the composition of the nickel binder in Wc-Ni cemented carbides by alloying with group IV-VI Elements,“ *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, pp. 308-312, 1992.
- [32] T. Sailer, Ultrafeinkörnige Hartmetalle mit Co-Binder und alternativen Bindersystemen - Korrelation von Mikrostruktur und mechanischem Verhalten unter monoton ansteigender und zyklisch wechselnder

- 
- Beanspruchung - Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 2002.
- [33] T. A. Wolfe, T. J. Jewett und R. P. Singh Gaur, „Powder Synthesis,“ in *Comprehensive Hard Materials*, Elsevier, 2014, pp. 185-209.
- [34] R. Kieffer und F. Benesovsky, *Hartmetalle*, Wien: Springer-Verlag, 1965.
- [35] A. S. Kurlov und A. I. Gusev, „Tungsten Carbides and W-C Phase Diagram,“ *Inorganic Materials*, pp. 121-127, 2006.
- [36] C. M. Fernandes und A. Senos, „Cemented carbide phase diagram: A review,“ *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, pp. 405-418, 2011.
- [37] H. Okamoto, „C-W (Carbon-Tungsten),“ *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, pp. 543-544, 2008.
- [38] I.-T. Baumann, *Hochverschleißfeste und konturnahe Werkzeugoberflächen durch Hochgeschwindigkeitsflammspritzverfahren - Dissertation*, Essen: Vulkan-Verlag, 2012.
- [39] Z. Yi, G. Shao, X. Duan, P. Sun, X. Shi, Z. Xiong und J. Guo, „PREPARATION OF WC-Co POWDER,“ *CHINA PARTICUOLOGY*, pp. 286-288, 2005.
- [40] W. Schatt, K.-P. Wieters und B. Kieback, *Pulvermetallurgie*, Springer-Verlag, 2007.
- [41] R. M. German, „Consolidation Techniques,“ in *Comprehensive Hard Materials - Hardmetals*, Elsevier, 2014, pp. 238-263.
- [42] A. Kurlov und A. I. Gusev, „Phase equilibria in the W-C system and tungsten carbides,“ *Russian Chemical Reviews*, pp. 617-636, 2006.
- [43] K. Mannesson, I. Borg, A. Borgenstam und J. Agren, „Abnormal grain growth in cemented carbides - Experiments and simulations,“ *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, pp. 488-494, 16 02 2011.
- [44] J. Kishino, H. Nomura, S.-G. Shin, H. Matsubara und T. Tanase, „Computational study on grain growth in cemented carbides,“ *Refractory Metals & Hard Materials*, pp. 31-40, 2002.

- 
- [45] K. Mannesson, J. Jeppsson, A. Borgenstam und J. Agren, „Carbide grain growth in cemented carbides,“ *Acta Materialia*, pp. 1912-1923, 2011.
- [46] J. Weidow und A. Hans-Olof, „Binder phase grain size in WC-Co-based cemented carbides,“ *Scripta Materialia*, pp. 1165-1168, 2010.
- [47] E. E. Timm und D. B. Schwarz, „Cobalt-Bound Tungsten Carbide Metal Matrix Composites and cutting tools formed Therefrom“. USA Patent 4923512, 08 5 1990.
- [48] I. Konyashin und B. Ries, „Wear damage of cemented carbides with different combinations of WC mean grain size and Co content. Part I: ASTM wear test,“ *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, pp. 12-19, 2014.
- [49] I. Konyashin und B. Ries, „Wear damage of cemented carbides with different combinations of WC mean grain size and Co content. Part II: Laboratory performance tests on rock cutting and drilling,“ *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, pp. 230-237, 2014.
- [50] A. Adelsköld, A. Sundelin und A. Westgren, „Carbide in kohlenstoffhaltigen Legierungen von Wolfram und Molybdän mit Chrom, Mangan, Eisen, Kobalt und Nickel,“ *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie*, pp. 401-409, 1933.
- [51] C. B. Pollock und H. H. Stadelmaier, „The Eta Carbides in the Fe-W-C and Co-W-C Systems,“ *METALLURGICAL TRANSACTIONS*, pp. 767-770, 1970.
- [52] P. Ettmayer und R. Suchentrunk, „Über die thermische Stabilität der Eta-Carbide,“ *Monatshefte für Chemie*, pp. 1098-1103, April 1970.
- [53] H. Holleck, „Constitutional aspects in the development of new hard materials,“ in *Science of Hard materials / Proceedings of the international conference on the science of hard materials*, New York / London, Plenum, 1983, pp. 849-861.
- [54] J. R. Davis, Tool Materials, USA: ASM International, 1995.
- [55] T. I. Selinder, M. E. Sjöstrand, M. Nordin, M. Larrson, A. Östlund und S. Hogmark, „Performance of PVD TiN/TaN and TiN/NbN superlattice coated cemented carbide tools in stainless steel machining,“ *Surface and Coatings*

- 
- Technology*, pp. 51-55, 1998.
- [56] W. Tillmann und A. M. Osmanda, „Vakuumlöten von CVD-Diamant-Dickschichten auf Hartmetallsubstraten,“ in *DVS-Berichte Band 231*, 2004, pp. 290-295.
- [57] W. Tillmann und A. M. Osmanda, „Production of Diamond Tools by Brazing,“ in *Materials Science Forum Vol. 502*, 2005, pp. 425-430.
- [58] B. Krebs, Konturgenaue Bauteilbeschichtung für den Verschleißschutz mittels atmosphärischen Plasmaspritzens und Lichtbogenspritzens - Dissertation, Technische Universität Dortmund: Vulkan-Verlag, 2011.
- [59] R. M. Miranda, „Joining Cemented Carbides,“ in *Comprehensive Hard Materials - Hardmetals*, Elsevier, 2014, pp. 527-538.
- [60] J. Rodelas, G. Hilmas und R. S. Mishra, „Sinterbonding cobalt-cemented tungsten carbide to tungsten heavy alloys,“ *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, pp. 835-841, 2009.
- [61] K. Brookes, „Contrasting points from Plansee,“ *Metal Powder Report*, pp. 14-18, 2010.
- [62] P. Wiesner, „Diffusionsschweißen von Hartmetallwerkzeugen,“ *DVS-Berichte 148*, 1992.
- [63] A. Laansoo, J. Kübarsepp und H. Klaasen, „Diffusion welding and brazing of tungsten free hardmetals,“ in *DVS-Band 231*, 2004.
- [64] N. Tian und Y. Yang, „Study of laser molten welding of cemented carbides and steel,“ in *Proceedings SPIE2888, Laser Processing of Materials and Industrial Applications*, Beijing, 1996.
- [65] A. P. Costa, L. Quintino und M. Greitmann, „Laser beam welding hard metals to steel,“ *Journal of Materials Processing Technology*, pp. 163-173, 2003.
- [66] C. Barbatti, J. Garcia, G. Liedl und A. Pyzalla, „Joining of cemented carbides to steel by laser beam welding,“ *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, pp. 907-914, 2007.

- 
- [67] M. J. Greitmann, Untersuchungen zum Widerstandsschweißen von Hartmetall auf Stahl - Dissertation, Stuttgart, 1992.
- [68] H. Stroißnigg, W. Waldhauser und R. Ebner, „Ausbildung und Optimierung der Fügezone von geschweißten Hartmetall/Stahl-Verbunden,“ in *Materials - BHM - Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, 2003.
- [69] M. J. Greitmann, „Laserstrahlschweißen und Widerstandspressschweißen - innovative Fügeverfahren zur Herstellung Hartmetallbestückter Werkzeuge,“ in *Werkstoffe für die Fertigungstechnik - Symposium 5*, 1996.
- [70] R. Linde, Das Löten, Springer Verlag, 1954.
- [71] Netzsch - Analyzing & Testing - Buisness Unit, „Hochgeschwindigkeitsofen - Applications Newsletter 4/2009,“ April 2009. [Online]. Available: [http://ap.netzschcdn.com/uploads/tx\\_nxnetzschmedia/files/ANL\\_004\\_Hochgeschwindigkeitsofen\\_neu\\_01.pdf](http://ap.netzschcdn.com/uploads/tx_nxnetzschmedia/files/ANL_004_Hochgeschwindigkeitsofen_neu_01.pdf). [Zugriff am 12 11 2014].
- [72] M. Stroiczek, „Prozesssicheres Induktionslöten mit Lotpasten,“ *DVS-Berichte* 243, 2007.
- [73] H. Haferkamp, D. Neumann, A. Frohmann, P. Cordini und M. Goede, „Löten von Hartmetallschneiden auf Sägeblätter,“ *Der Praktiker*, pp. 256-258, 2002.
- [74] C. Stahlhut, Laserstrahllöten von Stahl und Hartmetall für zerspanende Werkzeuge mit definierter Schneide - Dissertation, Hannover, 2011.
- [75] B. Salzberg, „Beitrag zur industriellen Anwendung des flußmittelfreien Widerstandslötens,“ *DVS-Berichte* 192, 1998.
- [76] M. Schwartz, Brazing - Second Edition, ASM International, 2003.
- [77] K. A. Thorsen, H. Fordsmand und P. L. Praestgaards, „An Explanation of Wettability Problems when Brazing Cemented Carbides,“ *Welding research supplement*, pp. 308-315, 1984.
- [78] M. Bronny und M. Schimpferman, „Hartlöten von HW-Schneidwerkzeugen,“ Umicore AG & Co. KG, Hanau, 2014.
- [79] Z. Mirski und H. Drzeniek, „Die Benetzbarkeit von Hartmetallen beim Löten,“

---

*DVS-Berichte 192*, 1998.

- [80] H. Bargel und G. Schulze, *Werkstoffkunde* 11. Auflage, Springer Verlag, 2012.
- [81] Umicore AG & Co. KG, „BrazeTec Lieferprogramm - Umicore Brazing Technology - Hartlote & Hartlötflussmittel - Lotpasten - Weichlote & Weichlötflussmittel,“ Hanau, 2013.
- [82] H.-D. Steffens, J. Wilden und M. J.-U., „Untersuchungen zum Widerstandslöten von Hartmetallen für hohe Einsatztemperaturen,“ *DVS-Berichte 166*, 1995.
- [83] Deutsches Institut für Normung e.V., „DIN EN ISO 17672:2010 Hartlöten - Hartlote,“ Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2010.
- [84] Europäische Kommission, „Amtsblatt der Europäischen Union - VERORDNUNG Nr. 494/2011,“ Brüssel, 2011.
- [85] R. G. Gilliland und C. M. Adams, „Improved Brazing Methods for Tungsten Carbide Tool Bits,“ *Welding Research*, pp. 267-274, July 1971.
- [86] H. Ohmura, K. Kawashiri und T. Yoshida, „Cemented Tungsten Carbide/Carbon Steel Joint Brazed with Copper,“ *Quarterly Journal of the Japan Welding Society*, pp. 47-52, 1988.
- [87] K. A. Thorsoen und H. Fordsmand, „Hard Metal Tool Brazing - Wetting and Weak Reaction Zones,“ in *12th International Plansee Seminar '89: Proceedings: High Temperature and Wear Resistant Materials in a World of Changing Technology*, Plansee, 1989, pp. 293-309.
- [88] M. Stöck und K. Hack, „Thermochemical Aspects of Multiphase Diffusion during Brazing of Hard Metal,“ *ZEITSCHRIFT FÜR METALLKUNDE*, pp. 759-766, 1993.
- [89] W. Tillmann, M. Gathen und M. Osmanda, „Interfaces in Joints and Composites Composed of Hard Materials and Metals,“ *Solid State Phenomena*, pp. 25-30, 2007.
- [90] W.-B. Lee, B.-D. Kwon und S.-B. Jung, „Effects of Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> on the microstructure and mechanical properties of the brazed joints between WC-Co and carbon steel,“ *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, pp. 215-

- 
- 221, 2006.
- [91] W. Weise, „Neue niedrigschmelzende Hartlote,“ *DVS-Berichte 166*, 1995.
- [92] Y. Austin Chang, D. Goldberg und J. Neumann, „Phase Diagrams and Thermodynamic Properties of Ternary Copper-Silver Systems,“ *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, pp. 621-673, 1977.
- [93] S. Yaoita, T. Watanabe und T. Sasaki, „Effects of Ni and Co Elements in Filler Metals in Ag-brazing of Cemented Carbide,“ *Materials Research Innovations (China)*, pp. 142-147, Dezember 2013.
- [94] Z. Mirski, „Verbundlötverbindungen mit Hartmetallen,“ *DVS-Berichte 148*, 1992.
- [95] E. Lugscheider, W. Tillmann, H. Maier und M. Magin, „Einsatz von Zwischenschichten zum Abbau von Verbundspannungen in aktivgelöteten Siliziumnitrid-Stahl-Verbindungen,“ *Schweißen und Schneiden*, pp. 97-107, 1995.
- [96] W. Tillmann, A. Osmanda, S. Yurchenko, M. Magin und R. Useldinger, „Strength Properties of Induction Brazed Cermets,“ in *Berichtsband Plansee Seminar*, Reutte, 2009.
- [97] M. Magin und S. Rassbach, „Stress Analysis on Brazed Hardmetal Saw Teeth,“ *Proceedings 17th Plansee-Seminar*, 2009.
- [98] D. Schnee, C. Zenk, T. Hafner, U. Meyer, M. Magin und S. Rassbach, „Einfluss der bandbreite von Schichtloten auf die Festigkeit der Verbindung von Hartmetall und Stahl bei Sägeblättern,“ *DVS-Verlag*, 2010.
- [99] D. Schnee, C. Zenk, T. Hafner, U. Meyer, M. Magin und S. Rassbach, „Influence of copper interlayer thickness on joint strength for cemented carbide tipped saw blades,“ *DVS-Berichte Band 293*, 2013.
- [100] P. Zaremba, *Hart- und Hochtemperaturlöten*, Düsseldorf: DVS-Verlag, 1988.
- [101] E. Riedel, *Moderne Anorganische Chemie*, Berlin: Walter de Gruyter, 2007.
- [102] J. E. Huheey, E. A. Keiter und R. L. Keiter, *Anorganische Chemie - Prinzipien*

- 
- von Struktur und Reaktivität, Berlin/Boston: Walter de Gruyter GmbH & Co, 2012.
- [103] Deutsches Institut für Normung e.V., „DIN EN 1045:1997 Flußmittel zum Hartlöten,“ Berlin, 1997.
- [104] N. Sievers, W. Tillmann und R. Zielke, Die elektrische Widerstandsmessung als innovatives zFP-Verfahren in der Löttechnologie, Tagungsband der DACH-Jahrestagung 2015, Salzburg: DGZfP, 2015.
- [105] J. Nowacki, „Problems of brazing cermets and steels over large surfaces,“ *Welding International*, pp. 585-592, August 2012.
- [106] T. Iamboliev, S. Valkanov und S. Atanasova, „Microstructure embrittlement of hard metal–steel joint obtained under induction heating diffusion bonding,“ *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, pp. 90-97, Oktober 2013.
- [107] M. Stroiczek, „Qualitätsprüfung von Lötverbindungen,“ *DVS-Berichte 243*, 2007.
- [108] Deutsches Institut für Normung e.V., DIN EN 12797 - Zerstörende Prüfung von Hartlötverbindungen, Berlin: Zerstörende Prüfung von Hartlötverbindungen, 2000.
- [109] W. Tillmann, L. Wojarski, M. Manka, F. Walther und K. Pantke, „A Novel Technique for the Determination of Long-Term Fatigue Behavior of Brazed Joints,“ in *Conference Proceedings “5th International Brazing & Soldering Conference*, 2012, p. 156 – 161.
- [110] W. Tillmann, L. Wojarski, M. Manka, F. Walther, S. Myslicki und G. Frieling, „Fatigue behavior of brazed AISI 304 joints using AU-fillers.Brazing,“ in *conference - proceedings: Brazing, high temperature brazing and diffusion bonding*, 2013, pp. 232-236.
- [111] J. Baumgartner, N. Sievers, S. Wiesner, W. Tillmann, K. Bobzin und M. Manka, Bewertung der Betriebsfestigkeit sicherheitsrelevanter, hartgelöteter Fügeverbunde, Berichtsband zur Frühjahrstagung der Forschungsvereinigung Verbrennungskraftmaschinen e.V. 2017, 2017.

- 
- [112] J. Baumgartner, N. Sievers, S. Wiesner, W. Tillmann, K. Bobzin, L. Wojarski, M. Öte und M. Manka, Fatigue strength of brazed components considering the influence of braing quality, mean stresses and loading type, DVS-Berichte Band 325, 2016.
- [113] W. Tillmann, N. Sievers, M. Manka und R. W. L. Zielke, „Detektion von Sprödphasen in gelöteten 1.4301 / Ni 620-Verbunden mittels Ultraschallprüfung,“ *Tagungsband 15. Werkstofftechnisches Kolloquium - Chemnitz*, 2012.
- [114] G. Petzow, Metallographisches Keramographisches Plastographisches Ätzen, Berlin - Stuttgart: Gebrüder Borntraeger, 2006.
- [115] H. Schumann und H. Oettel, Metallografie, Weinheim: Wiley-VCH, 2005.
- [116] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., „DIN EN ISO 18279 - Hartlötten - Unregelmäßigkeiten in hartgelöteten Verbindungen,“ Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2004.
- [117] J. Beyerer, F. P. León und C. Frese, Automatische Sichtprüfung - Grundlagen, Methoden und Praxis der Bildgewinnung und Bildauswertung, Berlin: Springer-Vieweg, 2012.
- [118] H. A. Crostack, J. Nellesen und A. R. Rosenthal, „Zerstörungsfreie Prüfung von hartmetallbestückten Holzbearbeitungswerkzeugen unter Anwendung der Röntgendurchstrahlungstechnik,“ *DGZfP-Berichtsband DACH-Jahrestagung*, pp. 575-586, 2000.
- [119] H. Crostack, W. Reimers, W. Peters, W. Peetz und W. Jürgens, „Zerstörungsfreie Lötnahtprüfung von hartmetallbestückten Hammerbohrern unter Anwendung der Röntgendurchstrahlungstechnik,“ *Schweißen und Schneiden*, pp. 227-231, 1987.
- [120] R. Hanke, T. Fuchs und N. Uhlmann, „X-ray based methods for non-destructive testing and material characterization,“ *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, pp. 14-18, 2008.
- [121] S. Becker und T. Löffler, „Mobile 3D-Terahertz-Bildgebung beim Fügen von

- 
- Kunststoff und Keramik,“ in *Berichtsband DACH Jahrestagung*, Graz, 2012.
- [122] L. Von Chrzanowski, J. Beckmann, B. Marchetti, U. Ewert und U. Schade, „Terahertz-Strahlung – Möglichkeiten für die zerstörungsfreie Prüfung von Flüssigkeiten,“ in *Berichtsband - DGZfP-Jahrestagung*, Dresden, 2010.
- [123] F. W. Bach, K. Möhwald, M. Berthold, K. Gundlfinger, H. A. Crostack, A. Yanik und J. Nellesen, „Untersuchungen zum industriellen Weichlöten von Kupfer an Rotguss,“ in *DVS-Berichte Band 212*, 2001, pp. 5-10.
- [124] H. Crostack, Dissertation - Untersuchungen zum Festigkeitsverhalten von Punktschweissverbindungen mittels Schallemissionsanalysen, Dortmund: Universität Dortmund, 1976.
- [125] H. Crostack und B. Wielage, „Die Schallemissionsanalyse zur Beurteilung von hochtemperaturgelöteten Verbindungen,“ in *DVS-Berichte Band 92*, Düsseldorf, 1984, pp. 70-77.
- [126] W. Bernhardt und C. Petereit, „Weichlöten von Kupfer mit Zinn. Schallemission und Kinetik der Phasenbildung,“ in *Berichtsband DGZfP-Jahrestagung*, Dresden, 1997, pp. 29-38.
- [127] W. Maier, Schallemissionsanalyse als metallkundliches Prüfverfahren von Weichlötstellen am Beispiel ausgewählter Modellötungen, München: Dissertation Technische Universität München, 1980.
- [128] J. Krautkrämer und K. H., *Werkstoffprüfung mit Ultraschall*, Springer, 1980.
- [129] V. Deutsch, M. Platte, W. Deutsch, V. Schuster und M. Vogt, „Band 1 - Die Ultraschallprüfung,“ in *Informationsschriften zur zerstörungsfreien Prüfung*, Wuppertal, Castel-Verlag, 2012.
- [130] W. Tillmann, N. Sievers, R. Zielke, H. Rademacher, S. Becker, R. Steinhausen und M. Kiel, „Anspruchsvolle Analyse - Welche Verfahren sich zur Prüfung von Vulkanfiber eignen,“ *QZ - Qualität und Zuverlässigkeit*, pp. 64-67, 6 2014.
- [131] H. Crostack, K. Hillmann und B. Wielage, „Fehlergrößenbestimmung bei der Ultraschallprüfung von Hart- und Hochtemperaturlötverbindungen,“ *Schweißen und Schneiden*, pp. 564-569, 1988.

- 
- [132] H. Crostack, H. Morlo, B. Wielage und H. Steffens, „Beitrag zur Ultraschallprüfung von Hart- und Hochtemperaturlötverbindungen,“ *Schweißen und Schneiden*, pp. 119-123, 1985.
- [133] B. Wielage, Möglichkeiten zur Qualitätsoptimierung von Hochtemperaturlötverbindungen mittels geeigneter Fertigungs- und Prüfverfahren - Habilitationsschrift, Dortmund, 1984.
- [134] M. Berthold, Diagnose des Lötprozesses mittels Ultraschall - Dissertation, Dortmund: Universität Dortmund, 2001.
- [135] G. Gottstein, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik - Physikalische Grundlagen - 4. Auflage, Berlin - Heidelberg: Springer Vieweg, 2014.
- [136] P. Rennert, A. Chassé und W. Hergert, Einführung in die Quantenphysik - Experimentelle und theoretische Grundlagen mit Aufgaben, Lösungen und Mathematica-Notebooks, Wiesbaden: Springer Spektrum - Springer Fachmedien, 2012.
- [137] R. Gross und A. Marx, Festkörperphysik, München: De Gruyter, 2014.
- [138] P. Kurzweil, B. Frenzel und F. Gebhard, Physik Formelsammlung für Ingenieure und Naturwissenschaftler, Wiesbaden: Vieweg, 2008.
- [139] E. Roos und K. Maile, Werkstoffkunde für Ingenieure, Heidelberg: Springer Verlag, 2011.
- [140] T. Mühl, Einführung in die elektrische Messtechnik, Deutschland: Vieweg+Teubner Verlag, 2012.
- [141] Freie Universität Berlin, „Institut für Chemie und Biochemie - Fachinformationen - SI Einheiten,“ [Online]. Available: <http://www.chemie.fu-berlin.de/chemistry/general/si.html>. [Zugriff am 22 10 2014].
- [142] E. Schrüfer, L. Reindl und B. Zagar, Elektrische Messtechnik, Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2014.
- [143] K. Deutsch, „Rißtiefenmessung. Zeitgemäße Meßtechnik für ein bewährtes Verfahren,“ *Materialprüfung Band 38*, pp. 306-310, 1996.

- 
- [144] K. Deutsch, V. Schuster und P. Ettl, „Die Risteifenmessung nach dem Potenzial-Sonden-Verfahren,“ Castel-Verlag, Wuppertal, 2000.
- [145] R. Zielke, S. Yaramis, H. Crostack und H. Keller, „Simulationen zum Potentialsondenverfahren mit dem Softwarepaket MAFIA,“ in *Berichtsband DGZfP-Jahrestagung*, 2003.
- [146] J. B. Liu, L. Meng und Y. W. Zeng, „Microstructure evolution and properties of Cu–Ag microcomposites with different Ag content,“ *Materials Science and Engineering*, pp. 237-244, 2006.
- [147] L. Zhang und L. Meng, „Evolution of microstructure and electrical resistivity of Cu–12wt.%Ag filamentary microcomposite with drawing deformation,“ *Scripta Materialia*, pp. 1187-1191, 2005.
- [148] P. Kindermann, Ermüdungsverhalten von Hartmetallen und Cermets unter zyklisch wechselnder Beanspruchung zwischen 25°C und 900°C, Universität Erlangen: Dissertation, 1999.
- [149] M. Schelp und D. Eifler, „Evaluation of the HCF-behavior of 42CrMoS4 by means of strain temperature and electrical measurements,“ *Materials Science & Engineering A*, pp. 652-656, 2001.
- [150] P. Starke, F. Walther und D. Eifler, „PHYBAL - A new method for lifetime prediction based on strain, temperature and electrical measurements,“ *International Journal of Fatigue*, pp. 1028-1036, 2006.
- [151] M. Herr, Fügen von Hochvolt-Komponenten mittels reaktiver Nanometer-Multischichten, Göttingen: Cuvillier Verlag, 2012.
- [152] S. Schoft, J. Kindersberger und H. Löbl, „Joint Resistance of Busbar-Joints with Randomly Rough Surfaces,“ *Proceedings of the 21th Conference on Electrical Contacts*, pp. 230-237, 2002.
- [153] H. Polrolniczak, „Zerstörungsfreies Prüfen, Überwachen und Regeln als Mittel der Qualitätssicherung beim Widerstandspunktschweißen,“ in *DVS-Berichte 165*, DVS-Verlag, 1995.
- [154] W. Faust, K. Kreyßig und B. Michel, „Schadensanalyse an bleifreien Loten,“

---

*Berichtsband 38. Metallographie-Tagung Bochum, 2004.*

- [155] K. Feldmann und C. Schimpf, „Untersuchungen zur alternativen Temperaturermittlung in der bleifreien Nacharbeit von BGA-Bauelementen,“ *Berichtsband: Deutschlands Elektronikindustrie - mit Wissen und Intuition den Vorsprung sichern, FED-Konferenz Elektronik-Design - Leiterplatten - Baugruppen*, pp. 537-542, 2006.
- [156] F. Walte, „Qualitätssicherung für Diffusionsschweißungen durch Ultraschallprüfung,“ *DVS-Berichte Band 125*, pp. 42-46, 1989.
- [157] Agilent Technologies, „Datasheet: Agilent 34420A NanoVolt/Micro-Ohm Meter,“ USA, 2011.
- [158] W. Tillmann, N. Sievers, R. Zielke und S. L. F. Kluger, „An Innovative Nondestructive Method for the Inspection of Brazed Cutting Tools,“ *18th Plansee Seminar - International Conference on Refractory Metals and Hard Materials*, 2013.
- [159] N. N., *Werkstoffdatenblätter des Werkzeug Stahl Centers*, Veitsbronn-Siegelsdorf, 2013.
- [160] Ceratizit, „Hartmetall für Präzisionswerkzeuge,“ 2013. [Online]. Available: <http://www.ceratizit.com/>.
- [161] Deutsches Institut für Normung e.V., „DIN ISO 513 Klassifizierung und Anwendung von harten Schneidstoffen für die Metallzerspanung mit geometrisch bestimmten Schneiden - Bezeichnung der Hauptgruppen und Anwendungsgruppen,“ Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2005.
- [162] Umicore, „Technisches Datenblatt BrazeTec D 4900.1,“ 2011.
- [163] Umicore - BrazeTec, „Technisches Datenblatt "BrazeTec spezial h Paste",“ Hanau, 2014.
- [164] Gerling-Automation GmbH, „Manuelle Lötvorrichtung GLH,“ Aspach, 2015.
- [165] F. Özkan, Untersuchung des Zusammenhangs zwischen der Scherfestigkeit und dem elektrischen Widerstand an Hartmetalllötungen,

- 
- Fachwissenschaftliche Projektarbeit, TU-Dortmund, 2014.
- [166] W. Tillmann, N. Sievers, D. Schnee, R. Zielke, L. Wojarski, H. Ries und F. Özkan, „Comparison between the electrical resistance and the shear strength of brazed cemented carbides,“ in *China Welding*, 2015, pp. 1-5.
- [167] Olympus, „Datenblatt Tauchtechnik-Ultraschallprüfkopf V317,“ 2014.
- [168] Olympus, „Ultrasonic Transducers - Technical Notes,“ 04 11 2015. [Online]. Available: [www.olympus-ims.com](http://www.olympus-ims.com).
- [169] K. Bobzin und W. Tillmann, „Abschlussbericht des AiF-Forschungsvorhabens Fügeverbundeigenschaften I,“ RWTH-Aachen, 2009.
- [170] L. Bergmann, *Der Ultraschall* 6. Auflage, Stuttgart: S. Hirzel Verlag, 1954.
- [171] M. I. Barrena, J. M. Gómez de Salazar und M. Gómez-Vacas, „Numerical simulation and experimental analysis of vacuum brazing for steel/cermet,“ *Ceramics International*, 5 März 2014.
- [172] D. Radaj, *Ermüdungsfestigkeit: Grundlagen für Leichtbau, Maschinen- und Stahlbau*, Berlin: Springer Verlag, 2003.
- [173] D. Jakimenko, *Auslegung der elektrischen Widerstandsmessung von Lötnähten zur Qualitätskontrolle mit Hilfe einer Finite Element Analyse (FEA)*, Bachelorarbeit, TU-Dortmund, 2016.
- [174] General Carbide Corporation, *The designer's guide to tungsten carbide*, 2015.
- [175] Tool&Dies Steel, *Technical Data Sheet - EN 1.2210*, 2016.
- [176] W. Tillmann, N. Sievers, M. Manka, L. Wojarski und R. Zielke, „Einsatz von zerstörungsfreien Prüfverfahren zur Analyse der Betriebsfestigkeit von Hartlötverbindungen,“ *Berichtsband der DGZfP-Jahrestagung; ISBN: 978-3-940283-61-0*, 2014.
- [177] J. Baumgartner, W. Tillmann, K. Bobzin, L. Wojarski, M. Öte, M. Manka, S. Wiesner und N. Sievers, „Fatigue strength of brazed components considering the influence of brazing quality, mean stresses and loading type“. *Proceedings of the 11th International Conference on Brazing, High Temperature Brazing and*

---

*Diffusion Bonding, Aachen, 2016.*

- [178] W. Tillmann und N. Sievers, „Application of electrical resistance measurement for quality assurance of brazed joints,“ in *DVS-Berichte Band 325*, 2016, pp. 118-122.
- [179] B. Krekler, Entwicklung einer zerstörungsfreien Prüfvorrichtung zur elektrischen Widerstandsmessung gelöteter Hammerbohrer, Bachelorarbeit, TU-Dortmund, 2016.
- [180] Deutsche Edelstahlwerke GmbH, Datenblatt des Vergütungsstahls 34CrNiMo6, 2016.
- [181] HHT-Hartmetall, „Werkstoffdatenblatt K20,“ 2013. [Online]. Available: <http://www.hht-hartmetall.com>.
- [182] PTR-Messtechnik, HPL-Federkontak Serie 1012/E, 2016.
- [183] I. S. Grigoriev und E. Z. Meïlikhov, Handbook of physical quantities, Boca Raton: CRC Press, 1997.
- [184] A. Schmidt, „Entwicklung eines Messsystems zur Messung des Spannungspotentials beim Löten, Masterarbeit,“ TU-Dortmund, 2016.
- [185] M. Kuck, Untersuchung und Charakterisierung nanostrukturierter Cu-W-Multilayer beim Löten von Ti-6Al-4V, TU-Dortmund, Lehrstuhl für Werkstofftechnologie, 2015.
- [186] J. Lienig, „Electromigration and Its Impact on Physical Design in Future Technologies,“ *Proceedings of the 2013 ACM International Symposium on Physical Design*, pp. 33-40, 2013.
- [187] W. Roth und K. Eden, „Elektromigration - Ein Schadensmechanismus in mikroelektronischen Schaltungen,“ *Werkstoffe und Korrosion*, pp. 130-136, 1993.
- [188] H. Cheng-En, L. Pei-Tzu, C. Chih-Nan und Y. Cheng-Hsien, „Electromigration in 3D-IC scale Cu/Sn/Cu solder joints,“ *Journal of Alloys and Compounds*, pp. 361-368, 2016.

- 
- [189] H. Cheng-En, Y. Cheng-Hsien, L. Pei-Tzu und C. Chih-Tsung, „Real-Time X-ray microscopy study of electromigration in microelectronic solder joints,“ *Scripta Materialia*, pp. 79-83, 2016.
- [190] E. Macherauch und H.-W. Zoch, *Praktikum in Werkstoffkunde*, Wiesbaden: Vieweg + Teubner, 2011.
- [191] A. M. Huber, *Sinterfügegn von Stahl und Hartmetall - Dissertation*, Karlsruhe: Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2011.
- [192] C. Guoqing, Z. Binggang, W. Zhenzhong, M. Wei und F. Jicai, „Electron beam welding–brazing of hard alloy to steel with Ni–Fe intermediate,“ *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, pp. 58-63, 18 März 2013.
- [193] L. Yajiang, Z. Zengda, H. Xiao, F. Tao und W. Xinghong, „A study on microstructure in the brazing interface of WC–TiC–Co hard alloys,“ *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, pp. 169-173, September 2002.
- [194] K. Andreas, M. Merklein und U. Engel, „Fatigue Behavior of Cemented Carbide Based Forming Tools,“ in *Proceedings 18th Plansee Seminar*, 2013.



---

# Lebenslauf

## Persönliche Daten

Name, Vorname: Sievers, Norman  
Geburtstag: 04.06.1983  
Geburtsort: Unna

## Werdegang

1989 bis 1993 Schubert-Grundschule, Dortmund  
1993 bis 2003 Helene-Lange-Gymnasium, Dortmund  
2003 bis 2010 Studium des Maschinenbaus, Technische Universität Dortmund  
Vertiefung: Werkstofftechnik und Qualitätsmanagement  
2008 bis 2010 Studentische Hilfskraft am Lehrstuhl für Werkstofftechnologie der Technischen Universität Dortmund  
Bereich: Prüfverfahrensentwicklung  
2010 Studentenförderpreis der Deutschen Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung e. V.  
2010 bis 2011 Kurzzeitstipendium im Sonderforschungsbereich Transregio 30  
Seit 2011 Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstofftechnologie der Technischen Universität Dortmund  
2016 Forschungsaufenthalt am State Key Laboratory of Advanced Welding and Joining am Harbin Institute of Technology, China  
Seit 2017 Koordinator und Leiter Lehre am Lehrstuhl für Werkstofftechnologie der Technischen Universität Dortmund

---

## Publikationsliste

- H.-G. Rademacher, G. Fischer, R. Zielke, N. Sievers: „Ergebnisbericht der Arbeitsgruppe B4: Belastungsuntersuchungen an Antriebs- und Transportgurten intralogistischer Anlagen“, Technical Report 0907, ISSN 1867-3473, Dezember 2009
- R. Zielke, H.-G. Rademacher, N. Sievers, Technische Universität Dortmund, Dortmund Lehrstuhl für Werkstofftechnologie: „Sensoren zur Zustandsüberwachung von intralogistischen Anlagen“, DGZfP-Jahrestagung Berichtsband 122-CD (ISBN 978-3-940283-26-9), 2010
- W. Tillmann, J. Pfeiffer, N. Sievers, R. Zielke, L. Wojarski, Lehrstuhl für Werkstofftechnologie, TU Dortmund, Germany: „Einfluss der Oberflächenbearbeitung von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Keramiken auf die Festigkeit von Lötverbindungen im Aktivlötprozess“, Keramische Zeitschrift 63, S. 180-185 Aus Forschung und Technik, ISSN: 0023-0561, 2011
- W. Tillmann, J. Pfeiffer, N. Sievers, R. Zielke, L. Wojarski, Lehrstuhl für Werkstofftechnologie, TU Dortmund, Germany: „Konstruktionsgerechte Auslegung und Überwachung von aktivgelöteten Keramik-Metall Verbindungen“, 14. Werkstofftechnischen Kolloquium in Chemnitz, Schriftenreihe Werkstoffe und werkstofftechnische Anwendungen, ISBN 978-3-00-035177-8, ISSN 1439-1597, 2011
- W. Tillmann, N. Sievers, H.-G. Rademacher, L. Hagen, F. Hoffmann, R. Zielke: Untersuchung von gradierten Multilayerschichten auf Umformwerkzeugen mittels

---

der optisch angeregten Lock-In Thermographie, Thermographie-Kolloquium in Stuttgart, ISBN 978-3-940283-36-8, 2011

- R. Zielke, W. Tillmann, H.-G. Rademacher, N. Sievers, T. Siebrecht, F. Walther, Lehrstuhl für Werkstofftechnologie, Fachgebiet Werkstoffprüftechnik TU Dortmund „Prüfung und Überwachung von Komponenten intralogistischer Anlagen“, Zeitschrift Materials Testing Materialprüfung, 1/2012, Volume 54, Seite 6-12, Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2012
- W. Tillmann, N. Sievers, M. Manka, R. Zielke, L. Wojarski: Detektion von Sprödphasen in gelöteten 1.4301 / Ni 620-Verbunden mittels Ultraschallprüfung; 15. Werkstofftechnisches Kolloquium, Chemnitz, Tagungsband, ISBN: 978-3-00-039358-7, S. 340-349, 2012
- N. Sievers, W. Tillmann, C. Melchers, R. Zielke, A. Ries, H.P. Heim: Evaluation of Nondestructive Methods for the Characterization Self-Reinforced Polypropylene Composites, 1st International Conference on Thermo-Mechanically Graded Materials, ISBN: 978-3-942267-58-8, 2012
- W. Tillmann, F. Hoffmann, L. Hagen, N. Sievers, R. Zielke: Adhesion and tribological behavior of Cr/CrAlN multilayer coatings on thermally sprayed substrates for hot metal forming; 1st International Conference on Thermo-Mechanically Graded Materials, ISBN: 978-3-942267-58-8, 2012
- N. Sievers, W. Tillmann, S. Becker, H.-G. Rademacher, R. Zielke: „3D-Terahertz - Eine Möglichkeit zur zerstörungsfreien Prüfung von Vulkanfiber“, DGZfP-Jahrestagung in Dresden, Berichtsband – 141 CD, ISBN 978-3-940283-49-8, 2013
- W. Tillmann, N. Sievers, R. Zielke, S. Kluger, F. Liedtke, An Innovative Nondestructive Method for the Inspection of Brazed Cutting Tools, 18th Plansee Seminar - International Conference on Refractory Metals and Hard Materials, 2013
- W. Tillmann, N. Sievers, J. Pfeiffer, L. Wojarski, R. Zielke, A. Poenicke, J. Schilm, Examination of the porosity in reactive air brazed joints by ultrasonic testing, LÖT 2013 - 10th Conference on Brazing, High Temperature Brazing and Diffusion Bonding, DVS-Berichte Band 293, S. 46-49, ISBN 978-3-87155-611-1, 2013

- 
- W. Tillmann, N. Sievers, Resistance Measurement of Brazed Joints – Potentials and Opportunities, 66th Annual Assembly & International Conference of the International Institute of Welding, Documents of Commission-XVII working unit, [www.iiwelding.org](http://www.iiwelding.org), 2013
  - H.-P. Heim, W. Tillmann, A. Ries, N. Sievers, B. Rohde, R. Zielke: Visualization of the Degrees of Compaction of Self-reinforced Polypropylene Composites by means of Ultrasonic Testing. *Journal of Plastics Technology* Vol. 6, S. 275-294, 2013
  - W. Tillmann, N. Sievers, M. Manka, L. Wojarski, R. Zielke: „Einsatz von zerstörungsfreien Prüfverfahren zur Analyse der Betriebsfestigkeit von Hartlötverbindungen“, DGZfP-Jahrestagung in Potsdam, Berichtsband – 148 CD, ISBN 978-3-940283-61-0, 2014
  - W. Tillmann, N. Sievers, R. Zielke: „Überwachung des Induktionshärtungsprozesses mit Hilfe der Schallemissionsanalyse“, DGZfP-Jahrestagung in Potsdam, Berichtsband – 148 CD, ISBN 978-3-940283-61-0, 2014
  - W. Tillmann, N. Sievers, R. Zielke, H.G. Rademacher, S. Becker, R. Steinhausen, M. Kiel: Welche Verfahren sich zur Prüfung von Vulkanfiber eignen - Anspruchsvolle Analyse, *QZ – Qualität und Zuverlässigkeit*, 6/2014, S. 64-67, Carl Hanser Verlag München, ISSN: 0720 1214
  - W. Tillmann, N. Sievers, D. Schnee, R. Zielke, L. Wojarski, H. Ries, F. Özkan: „Comparison between the Electrical Resistance and the Shear Strength of Brazed Cemented Carbides“, *Proceedings International Conference on Brazing, Soldering and Special Joining Technologies*, Beijing, 2014
  - R. Zielke, W. Tillmann, M. Abdulgader, N. Sievers, G. Wang: „Process Control of Thermal Spraying“, 31. European Working Group on Acoustic Emission (EWGAE), Dresden, Germany, Berichtsband – 149 CD, ISBN 978-3-940283-63-4, 2014
  - W. Tillmann, N. Sievers, J. Pfeiffer, L. Wojarski, R. Zielke, A. Pönicke, J. Schilm: „Examination of the Porosity in Reactive Air Brazed Joints by Ultrasonic Testing“, *Advanced Engineering Materials*, DOI: 10.1002/adem.201400055, 2014

- 
- W. Tillmann, J. Pfeiffer, N. Sievers, K. Boettcher: „Analyses of the spreading kinetics of AgCuTi melts on silicon carbide below 900°C, using a large-chamber SEM”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, p. 167-173, 2014
  - J. Baumgartner, H. Kaufmann, D. Matthes, K. Bobzin, N. Sievers, W. Tillmann: „Bewertung der Betriebsfestigkeit sicherheitsrelevanter, hartgelöteter Fügeverbunde“ – Zwischenbericht des IGF-Vorhabens 17.766N, 2015
  - N. Sievers, W. Tillmann, R. Zielke: „Die elektrische Widerstandsmessung als innovatives zfP-Verfahren in der Löttechnologie“, DGZfP-Jahrestagung in Salzburg, Berichtsband –CD, ISBN 978-3-940283-8-68-9, 2015
  - R. Zielke, W. Tillmann, C. Ulrich, H.G. Rademacher, N. Sievers: „Zerstörungsfreie Prüfung zur Spannungsrisskorrosion im Schweißnahtbereich des Werkstoffs 7CrMoVTiB10-10 (T24)“, DGZfP-Jahrestagung in Salzburg, Berichtsband – CD, ISBN 978-3-940283-8-68-9, 2015
  - R. Zielke, H.-G. Rademacher, W. Tillmann, N. Sievers: „Entwicklung und Anpassung von Verfahren zur zerstörungsfreien Prüfung von Hartlötverbindungen“, DVS-Berichte Band 315, S.197 – 202, ISBN: 978-3-945023-46-4, 2015
  - K. Bobzin, M. Öte, S. Wiesner, D. Matthes, W. Tillmann, N. Sievers, M. Manka, R. Zielke, L. Wojarski, J. Baumgartner, T. Melz: „Einfluss der Lotkehle auf die Schwingfestigkeit von hartgelöteten Verbindungen“, DVS-Berichte Band 315, S.578 – 583, ISBN: 978-3-945023-46-4, 2015
  - W. Tillmann, N. Sievers, R. Zielke, M. Kuck, B. Lehmert: „In-Situ Process Monitoring of Vacuum Brazing using an Electrical Resistance Measurement“, in proceedings *Materials Science and Technology*, Columbus Ohio USA, ISBN-13: 978-0-87339-764-3, 2015
  - W. Tillmann, N. Sievers, D. Schnee, R. Zielke, L. Wojarski, H. Ries, F. Özkan: „Comparison between the Electrical Resistance and the Shear Strength of Brazed Cemented Carbides“, *China Welding*, ISSN: 1004-5341, 2015

- 
- W. Tillmann, N. Sievers: „Hartgelötete Fügeverbindungen im Fokus der elektrischen Widerstandsmessung als alternatives zerstörungsfreies Prüfverfahren“, 18. Werkstofftechnisches Kolloquium, Chemnitz, Tagungsband, ISBN: 978-3-00-052212-3, S. 88-93, 2016
  - W. Tillmann, C. Schaak, N. Sievers: „Festigkeits- und Dichtheitsprüfung an Keramik-Stahl-Verbunden (3YSZ-Crofer22APU) hergestellt mittels Diffusionslöten, 18. Werkstofftechnisches Kolloquium, Chemnitz, Tagungsband, ISBN: 978-3-00-052212-3, S.129-138, 2016
  - W. Tillmann, N. Sievers: „Application of electrical resistance measurement for quality assurance of brazed joints“, LÖT 2016 - 11th Conference on Brazing, High Temperature Brazing and Diffusion Bonding, DVS-Berichte Band 325, S. 118-122, ISBN 978 3 945023 64 8, 2016
  - W. Tillmann, M. Kuck, L. Wojarski, B. Lehmert, N. Sievers: „Characterization of Ti-6Al-4V joints, brazed with a nanostructured Cu-W filler material“, LÖT 2016 - 11th Conference on Brazing, High Temperature Brazing and Diffusion Bonding, DVS-Berichte Band 325, S. 347-352, ISBN 978 3 945023 64 8, 2016
  - J. Baumgartner, W. Tillmann, K. Bobzin, L. Wojarski, M. Öte, M. Manka, S. Wiesner, N. Sievers: „Fatigue strength of brazed components considering the influence of brazing quality, mean stresses and loading type“, LÖT 2016 - 11th Conference on Brazing, High Temperature Brazing and Diffusion Bonding, DVS-Berichte Band 325, S. 347-352, ISBN 978 3 945023 64 8, 2016
  - W. Tillmann, N. Sievers, T. Henning, D. Jakimenko: „FEM Study of Analyzing the Electrical Resistance of Brazed Joint by the 4-Wire Technique for Quality Assurance“, Measurement, ISSN: 0263-2241, 2017
  - W. Tillmann, N. Sievers: „Feasibility study of fluxless brazing cemented carbides to steel“, 19. Werkstofftechnisches Kolloquium, Chemnitz, Tagungsband, ISBN: 978-3-00-055705-07, S. 85-91, 2017

## Zusammenfassung

Gelötete Fügeverbund wie Hartmetall bestückte Kreissägeblätter oder Hammerbohrer können kritische Unregelmäßigkeiten aufweisen, die sich durch eine einfache Sichtprüfung nicht detektieren lassen. Andere Prüfmethode sind in der Regel entweder für eine wirtschaftliche Nutzung zu teuer, zerstörend oder haben lediglich eine geringe Aussagekraft.

In dieser Arbeit wird eine zerstörungsfreie Prüfmethode basierend auf der Messung des elektrischen Widerstandes entwickelt, wobei als gelötete Fügeverbindung der Werkstoffverbund aus Hartmetall und Stahl im Fokus der Untersuchung liegt. Ausgehend von einer analytischen Untersuchung und einem Vergleich mit etablierten Prüfverfahren werden die Potentiale und Grenzen der elektrischen Widerstandsmessung aufgezeigt. Darauf aufbauend erfolgt die Übertragung der entwickelten Methode auf reale Bauteile in Form von gelöteten Hammerbohrern. Im letzten Teil dieser Arbeit wird die Widerstandsmessung in einen Lötprozess im Vakuumofen integriert, um die Herstellung des Fügeverbundes direkt zu beobachten.

So eignet sich die elektrische Widerstandsmessung in Form einer 4-Leiter-Messung besonders zur raschen und kostengünstigen Prüfung von Mittel- und Großserien. Durch die Integrierung der Messmethode in den Vakuumofen ist es im Rahmen dieser Arbeit erstmalig gelungen mit Hilfe der Widerstandsmessung, den Fügeprozess von Hartmetall und Stahl im Vakuum direkt zu beobachten und Rückschlüsse auf die Ausbildung des Fügeverbundes zu schließen.