

6. Untersuchungsmethoden

6.1 Lichtmikroskopie und Maßbestimmung

Die Qualitätsüberprüfung der Mikroteile erfolgte im *Stereomikroskop*. Dieses erlaubt durch zwei unabhängige, zueinander schräge Strahlengänge eine räumliche Betrachtung der Mikroteile, ist jedoch nicht zur Vermessung der Mikroteile geeignet. Die Maßbestimmung der Mikroteile erfolgte im *Auflichtmikroskop* mittels eines Fadenkreuzes im Okular durch Anfahren der charakteristischen Kanten an den Mikroteilen. Durch einen x-y-Meßtisch wurde die Verschiebung in der Ebene senkrecht zum Lichtstrahl bis auf 1 µm Genauigkeit aufgenommen. Die Höhenmessung erfolgte mittels eines induktiven Höhentasters, der mit der Höhenverstellung des Mikroskops gekoppelt war. Durch Scharfstellen auf die jeweilige Ebene konnten so Höhen senkrecht zur Tischebene bestimmt werden. Des weiteren wurde das Auflichtmikroskop zur Gefügebetrachtung der Schiffe verwendet.

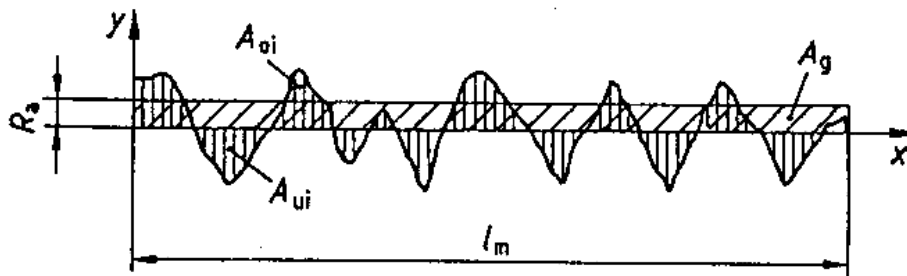
6.2 Rasterelektronenmikroskopie

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) diente der Überprüfung der Qualität und Dokumentation der Mikroteile. Diese Methode zeichnet sich durch eine hohe Schärfentiefe aus. Hierzu wurden die Sekundärelektronen zur Abbildung genutzt. Kunststoff- und Keramikproben wurden mit Gold bedampft. Die gegossenen Mikroteile konnten ohne weitere Behandlung direkt betrachtet werden. Des weiteren erfolgte die Gefügebetrachtung im REM. Bei der Gefügeuntersuchung wurde neben dem Kontrast der Sekundärelektronen auch der Materialkontrast der Rückstreuelektronen zur Abbildung genutzt.

6.3 Oberflächenprofilometrie

Zur Charakterisierung der Metalloberflächen diente die Oberflächenprofilometrie. Hierbei wurde eine Messspitze über die Probenoberfläche geführt und die Höhe aufgezeichnet. Problematisch war dieses Verfahren bei Oberflächen aus keramischen Einbettmassen, da hier wegen der geringen Festigkeit eine Einebnung der Fläche durch die Messspitze beobachtet wurde. Eine optische Messung war bei keramischen Einbettmassen aufgrund der opak erscheinenden hellen Oberflächen ebenfalls nicht mit ausreichender Zuverlässigkeit möglich. Die Prüflänge betrug in der Regel 1mm. Aus dem Höhenprofil erfolgte nach DIN 4768 die Bestimmung des arithmetischen Mittenrauwerts R_a . Bei dieser Größe handelt es

sich um die Summe der Flächen um die gedachte Mittellinie des Profils, dividiert durch die Länge. Sie ist nach der Formel in Abb. 6.1 gegeben.



$$R_a = \frac{1}{l_m} \int_0^{l_m} |y(x)| dx$$

Abb. 6.1: Definition des Arithmethischen Mittenrauhwertes R_a .

6.4 Gefügeuntersuchung

Zur Analyse der Gussgefüge wurden aus den Mikroteilen mittels einer metallographischen Trennsäge Proben herausgeschnitten. Zur Schliiffherstellung wurden die Proben in Kunststoffharz eingebettet und auf SiC-Papier mit den Körnungen 120, 240, 500, 1200, 2400, 4000 sukzessive geschliffen. Nach jedem Schleifschritt erfolgte eine gründliche Reinigung der Schliiff-Fläche mit Wasser. Am Ende des Schleifprozesses wurden die Schliiffe zusätzlich im Ultraschallbad mit Ethanol gereinigt. Anschließend erfolgte die Endpolitur unter Verwendung von Diamantsprays mit den Korngrößen 6 μm , 3 μm und 1 μm . Nach jedem Polierschritt erfolgte eine Reinigung in Ethanol im Ultraschallbad. Nach der Kontrolle im Lichtmikroskop wurde das Gefüge durch metallographisches Ätzen mit den in Tabelle 5.1 aufgeführten Lösungen sichtbar gemacht.

Tabelle 6.1: Ätzmittel zur Gefügepräparation der gegossenen Mikroteile.

Legierung	Ätzmittel
AgCu28	25 ml Ammoniumhydroxid mit 50 ml Wasserstoffperoxidlösung
Au-Ag-Cu Stablor G	Königswasser (20 ml konz. Salpetersäure, 60 ml konz. Salzsäure)
Ag-Pd-Cu Palliag M	Königswasser(20 ml konz. Salpetersäure, 60 ml konz. Salzsäure)
CuAl10Ni	5 g Eisen(III)Chlorid in 100 ml verdünnter Salzsäure

6.5 EDX- und WDX-Analyse

Die EDX- und WDX-Analyse beruhen auf der Wechselwirkung von hochenergetischen Elektronen mit Materie. Neben der Entstehung von Rückstreu- und Sekundärelektronen wird zusätzlich eine für jedes Element charakteristische Röntgenstrahlung freigesetzt, die auf den Elektronenübergang von höheren auf tiefere Energieniveaus zurückzuführen ist. Bei der EDX-Analyse wird die freigesetzte Röntgenstrahlung energiedispersiv mittels eines Halbleiterdetektors, bei der WDX-Analyse wellenlängendispersiv mittels entsprechender Monochromatorkristalle und eines Zählrohres registriert. Die EDX-Analyse erfolgt als ergänzende Untersuchung am REM. Es lassen sich damit halbquantitative Elementanalysen durchführen, mit denen Seigerungen nachgewiesen werden können. Mit der WDX-Analyse (Mikrosonde) ist eine genauere Elementanalyse möglich [HUNGER83].

6.6 Mikrohärtemessung

Zur Bestimmung der Härte wurde das Verfahren nach Vickers eingesetzt. Dabei wird eine Diamantpyramide in die Oberfläche des Prüfkörpers gedrückt. Der Härtewert HV wird aus den Diagonalen des Eindrucks bestimmt. Es gilt

$$HV = 0,189 F/d^2 .$$

Dabei sind F die Prüfkraft [N] und d [mm] der Mittelwert der Diagonalen des Härteeindrucks. Diese werden im Mikroskop der Messapparatur optisch gemessen. Es kam ein Kleinlasthärteprüfer der Fa. Leitz zum Einsatz. Die Prüflast betrug 0,25 N, sodass Härteeindrücke mit Diagonallängen im Bereich 20 µm entstanden. Daraus wurden die Härtewerte HV 0,025 bestimmt.

6.7 Mikrozugversuche

Die Mikrozugversuche wurden nicht an genormten Proben durchgeführt. Im Rahmen dieser Arbeit ging es vielmehr darum, die mechanischen Eigenschaften an Gussproben im Mikrobereich nachzuweisen. Als gießtechnisch realisierbare Mikrozugproben erwiesen sich dünne zylindrische Fasern vom Durchmesser 230 µm mit einer Länge von 9 mm (Teststruktur 5). Die dünnen Fasern wurden in eine Haltevorrichtung eingeklebt und mit einer speziellen Mikrozugmaschine getestet, die am Institut für Materialforschung II entwickelt wurde [ILZHÖFER98, SCHINKE98]. Dabei wurde mit konstanter Prüfgeschwindigkeit die Kraft als Funktion des Weges registriert. Aus diesen Daten wurden

die Spannungs-Dehnungs-Kurven ermittelt. Hieraus erfolgte die Bestimmung von Streckgrenze $R_{p0,2}$, Zugfestigkeit R_m , Gleichmaßdehnung A_g , Bruchdehnung A und E-Modul.

6.8 Bildanalyse zur Bestimmung der Formfüllung an LIGA-Teilen

Die Formfüllung wurde quantitativ mittels rechnergestützter Bildauswertung an den hexagonalen LIGA-Säulen mit der Schlüsselweite $50\ \mu\text{m}$ und Höhe $175\ \mu\text{m}$ bestimmt. Dabei wurden ermittelt:

- Der Flächenanteil auf der Trägerplatte, auf dem die Säulen zu mindestens $2/3$ gefüllt waren.
- Die Höhe der nach dem oben genannten Kriterium gefüllten Säulen.
- Das Verhältnis der tatsächlichen Kopffläche zur Kopffläche des idealen Sechsecks.