

Institut für Werkstoffe



Technische Universität Braunschweig





# Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

Andreas Landefeld



### Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.

# Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

Von der Fakultät für Maschinenbau der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig

> zur Erlangung der Würde eines Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)

> > genehmigte

Dissertation

von

### Andreas Landefeld

aus Jena

eingereicht am 12.12.2014 mündliche Prüfung am 06.03.2015

Gutachter:

Prof. Dr. rer. nat. Joachim Rösler Prof. Dr. rer. nat. Georg Garnweitner

### 2015

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.

#### Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über http://dnb.d-nb.de abrufbar.

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2015

Zugl.: (TU) Braunschweig, Univ., Diss., 2015

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2015 Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen Telefon: 0551-54724-0 Telefax: 0551-54724-21 www.cuvillier.de

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen. 1. Auflage, 2015 Gedruckt auf umweltfreundlichem, säurefreiem Papier aus nachhaltiger Forstwirtschaft.

ISBN 978-3-95404-994-3 eISBN 978-3-7369-4994-2

### Andreas Landefeld

# Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

In der vorliegenden Dissertation wird die Umsetzbarkeit des Umformens von metallischen Strukturen im Submikro- und Nanobereich untersucht, das Umformen im Makroskopischen mit dem in kleinen Größenskalen verglichen und Anwendungsmöglichkeiten diskutiert. Als eines der ältesten Fertigungsverfahren ist das Umformen im Makroskopischen durch einen einfachen Aufbau sowie die Beibehaltung des stofflichen Zusammenhalts charakterisiert. Die Übertragung des Fertigungsprinzips in das Mikroskopische ist in vielen Aspekten analog zum Makroskopischen realisierbar. Die Werkzeuge des altertümlichen Schmieds, Hammer, Zange und Amboss, sind im Submikro- und Nanobereich durch von Mikromanipulatoren gesteuerte, abgeflachte Werkzeuge (Hämmer) und spitze, schmale Werkzeuge (Zangen) sowie dem Siliziumsubstrat als Analogon zum Amboss gekennzeichnet. Die physikalischen Eigenschaften beeinflussen das Fertigungsverfahren im Wesentlichen, skalieren allerdings auf unterschiedliche Weise mit abnehmender Objektgröße. Größenabhängige Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich sind beispielsweise die vernachlässigbare Gewichtskraft und die dominanten adhäsiven Kräfte sowie eine gesteigerte Duktilität und erhöhte Festigkeit der umzuformenden Halbzeuge. Innerhalb der Versuche im Rahmen dieser Arbeit wurden Mikromanipulatoren im Rasterelektronenmikroskop eingesetzt, welche die manipulatorischen Werkzeuge und Halbzeuge im Submikrobereich steuern. Diese manipulatorischen Werkzeuge und Halbzeuge werden aus reinem Wolfram und Titan mittels eines in dieser Arbeit entwickelten elektrochemischen Prozesses bearbeitet. Weiterhin werden Werkzeuge mittels eines fokussierten Ionenstrahls in Silizium gefertigt, von denen besonders

v

die auf dem System eines Federbalken basierenden, rückfedernden Umformwerkzeuge hervorzuheben sind. Diese zeichnen sich unter anderem durch die kongruente Ausrichtung der Umformoberflächen und die hohe Druckfestigkeit von Silizium aus. Die Umsetzung der Umformverfahren orientiert sich an einer zuvor erfolgten, kritischen Auseinandersetzung mit den Umformverfahren und umfasst das Freiformen, das Gesenkformen, das Biegeumformen und das Schubumformen sowie das Zerteilen, als ein dem Umformen in vielerlei Hinsicht ähnliches Trennverfahren. Die mit dem Freiformen durch Recken erreichte kleinste Objektabmessung liegt im Bereich von 20 nm bis 30 nm. Die formfüllende Abbildung von Zahnradgeometrien war mit dem Umformen von Ni<sub>3</sub>Al-Partikel in entsprechenden Gesenkgravuren möglich. Ferner konnten stabförmige Halbzeuge aus Wolfram zwischen Gesenkflächen zu einer Zahnwelle umgeformt werden. Das Biegen wurde unter anderem in Form des Gesenkbiegens eines flachen stabförmigen Halbzeugs zu einer Halbkreisform demonstriert. Weiterhin zeigte das Zerteilen am Beispiel des Beißschneidens das unproblematische Trennen stabförmiger Halbzeuge zwischen Schneidkeilen. Weiterführende Untersuchungen werden in dieser Arbeit als Basis für zukünftige Forschungstätigkeiten vorgestellt, alternative Umformtechniken wie das Walzen und Tiefziehen betrachtet sowie Möglichkeiten der Werkzeugoptimierung für das Biegen und Zerteilen dargelegt. Umformverfahren sind für mechanisch hochbeanspruchte Nano- und Mikrosystemen künftig von großer Bedeutung, da massive, hochreine, metallische Halbzeuge individuell umgeformt werden können und keine Beeinflussung der chemischen Zusammensetzung erfolgt.

vi

Andreas Landefeld

# Forging of metallic structures in the submicro- and nanoscale.

This thesis deals with the possibilities of forging metallic structures in the submicro- and nanoscale, and compares these with the macroscopic scale. Furthermore, applications are discussed. As one of the oldest processing technique in the macroscopic scale, forging is characterized by its simple setup and maintaining of substantial cohesion. The different forging techniques known in the macroscopic scale can be adapted to the microscopic scale. The tools used by blacksmiths are hammer, tong and anvil. The corresponding tools in the submicro- and nanoscale are flattened forging tools (hammer) and sharp manipulation tips (tongs), both controlled by micromanipulators, as well as a silicon substrate acting as an anvil. Manufacturing processes are influenced strongly by the physical properties, which do not always correspond to the reduction of size. Size dependent characteristics are, for example, the negligible gravity or the dominant adhesion forces as well as the increased ductility and yield strength of the forged parts. Within the scope of this thesis, micromanipulators were used in a scanning electron microscope to control the movements of the tools and the bar stock. These manipulative tools and bar stock consist of pure tungsten and titanium and were manufactured by an electrochemical process, developed in this thesis. Furthermore, different tools were manufactured in silicon by focused ion beam milling. The tools with an upper spring arm shall be emphasized in this context. These tools are unique concerning the congruent aligned forging surfaces and the high compression strength of silicon. The presented forging techniques are the result of a critical analysis of the macroscopic process and includes free forming, die forming, bend forming and shear forming, as well as dividing as

vii

a cutting process, which is similar to forging in some regards. The smallest dimension reached (20 nm to 30 nm) was achieved using a free forming process called stretch forming. Ni<sub>3</sub>Al-particles were forged to gear shape using suitable molds. Additionally, a toothed shaft was shaped from a tungsten bar using die forming between forging surfaces. Bending was realized through die bending of a flat bar stock to semicircular geometry. Furthermore, as an example for dividing, wedge action-cutting is presented as a simple technique for the cutting of bar stock. Additional investigations are presented in this thesis for upcoming scientific research. These include alternative forging techniques, such as rolling and deep drawing as well as techniques for the optimization of tools for bend forming and dividing. In the future, forging techniques are of importance for mechanical highly stressed nano- and microsystems because massive, metallic raw material can be shaped in a distinct way and are not influenced by their chemical composition.

viii

### Danksagung

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffe der Technischen Universität Braunschweig. Besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Professor Dr. Joachim Rösler, der die Basis für diese Arbeit schaffte, für beste Rahmenbedingungen am Institut sorgte und mir eine große Freiheit in der Bearbeitung des Forschungsthemas ermöglichte. Herrn Professor Dr. Georg Garnweitner möchte ich für die Übernahme des Koreferates danken. Ebenso danke ich Herrn Priv.-Doz. Dr. Martin Bäker für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Für die schöne gemeinsame Zeit, ihre Unterstützung und das angenehme Arbeitsklima möchte ich allen aktuellen und ehemaligen Kollegen am Institut für Werkstoffe Dirk Berndzen, Jens Bernhardt, Florian Brunke, Torben Fiedler, Dr. Björn Hinze, Judith Laukart, Dr. Britta Laux, Nicolas Lippitz, Dr. Debashis Mukherji, Dr. Monica Nicolaus, Nils Rösemann, Tatiana Sazonova, Dr. Philipp Seiler, Dr. Aviral Shrot, Carsten Siemers, Prof. Dr. Hans-Rainer Sinning und Dr. Fabian Stahl danken. Weiterhin bedanke ich mich bei Ulrike Schumann, Heiko Meißner, Peter Pfeiffer und dem Werkstattteam um Dietmar Michael für die kleinen und größeren Hilfestellungen in metallografischen und technischen Fragen. Meiner Bürokollegin Michaela Necker bin ich für die entspannte Büroatmosphäre und ihre stete Hilfsbereitschaft dankbar. Hinsichtlich der experimentellen Arbeiten möchte ich besonders die Mitwirkung von Jörn Tychsen dankend hervorheben, der als studentische Hilfskraft mit großen Engagement einen wichtigen Beitrag zu dieser Arbeit leistete.

ix

Für die in dieser Arbeit vorgestellten Untersuchungen hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften von Ni<sub>3</sub>Al-Partikeln danke ich Dr. Bill William Mook und Dr. Johann Michler von der Eidgenössischen Materialprüfanstalt in Thun (CH) für ihre Unterstützung. Herrn Dr. Andrej Stranz und Priv.-Doz. Dr. Erwin Peiner vom Institut für Halbleitertechnik in Braunschweig danke ich für die Bereitstellung von Werkzeuggeometrien für das Gesenkumformen.

Während der Korrekturphase unterstützten mich Dr. Tatiana Hentrich, Lisanne Wollschläger, Claas Schulitz, Susanne Scheer und Dr. Jana Schloesser, denen ich für ihre Hilfe ausgesprochen dankbar bin. Daneben gilt besonderer Dank Kuno Buchtal für die tiefsinnigen und motivierenden Gespräche inmitten der Zeit der Ausarbeitung und der Fertigstellung in der Universitätsbibliothek. Für die willkommene Ablenkung beim Klettern, Parkour und Kobudo möchte ich weiterhin allen Freunden danken. Schließlich sei meinen lieben Eltern Silvia und Norbert Landefeld sowie meinen Brüdern Michael und Christoph gedankt, die mich jederzeit und in jeglicher Hinsicht unterstützt haben.

Х

# Inhaltsverzeichnis

1	Einführung Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich				
2					
	2.1	Größe	neffekt	8	
	2.2	Mecha	nische Besonderheiten	17	
	2.3	Weiter	e Effekte	20	
		2.3.1	Kohlenstoffabscheidung	20	
		2.3.2	Aufladungseffekte	21	
3	Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen				
	3.1	Fertig	ungsverfahren nach DIN 8580 im Submikro- und		
		Nanoł	pereich	25	
		3.1.1	Urformen	25	
		3.1.2	Umformen	31	
		3.1.3	Trennen	32	
		3.1.4	Fügen	34	
		3.1.5	Beschichten	36	
		3.1.6	Stoffeigenschaften ändern	40	
	3.2	Bewer	tende Betrachtung des Umformens als Fertigungs-		
		verfah	ren	43	
		3.2.1	Druckumformen	45	
		3.2.2	Zugdruckumformen	55	
		3.2.3	Zugumformen	57	
		3.2.4	Biegeumformen	59	
		3.2.5	Schubumformen	60	
		3.2.6	Zerteilen (Trennverfahren)	61	

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.

4	Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nano- bereich					
	4.1	Apparativer Aufbau	65			
	4.2	zeugen	72			
		4.2.1 Elektrochemische Verfahren	73			
		4.2.2 Werkzeugherstellung mit fokussiertem Ionenstrahl	96			
		4.2.3 Weitere Herstellungsverfahren für Gesenkformen	111			
	4.3	Anwendung der Umformverfahren	113			
		4.3.1 Funktion der Manipulationswerkzeuge	114			
		4.3.2 Umformverfahren	116			
5	Wei	terführende Untersuchungen als Basis für künftige For-				
Ŭ	schungsthemen					
	5.1	Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung				
		des Umformens	148			
		5.1.1 Umsetzung weiterer Umformverfahren	149			
		5.1.2 Funktionsintegration	166			
		5.1.3 Entnahme aus Gesenkformen	168			
	5.2	Schnittpunkte mit Fertigungsverfahren	175			
6	Zusa	ammenfassung und Ausblick	183			
Α	Datenblätter der Mikromanipulatoren MM3A-EM 19					
	A.1	Freiheitsgrade und Arbeitsbereich der Mikromanipulatorer	n192			
	A.2	Technisches Datenblatt der Mikromanipulatoren	193			
В	B Internes Bildnummernverzeichnis					
Lit	Literaturverzeichnis					

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.

# 1. Einführung

Baugruppen im Submikro- und Nanobereich werden für zukünftige Technologien zunehmend an Bedeutung gewinnen. Derzeit werden im Mikro- und Nanobereich schwerpunktmäßig die Herstellung schichthafter Strukturen (Sensoren, Transistoren, funktionelle Schichten etc.) sowie die Herstellung synthetischer Nanopartikel mit besonderen Eigenschaften (Katalysatoren, Optoelektronik, medizinische Diagnostik etc.) forciert. Die Herstellung und Anwendung freistehender Bauteile im Submikro- und Nanobereich ist auch aufgrund der erschwerten Umsetzung bisher kaum erforscht, obschon freistehende Bauteile markante Vorteile besitzen. Generell benötigen kleine Systeme wenig Ressourcen, sind leicht und energiesparend. Hierdurch kann ein großes Funktionsspektrum bei einer hohen Funktionsdichte ermöglicht werden. Weiterhin können Systeme mit Abmessungen im Submikro- und Nanobereich in Bereichen eingesetzt werden, in denen Mikrosysteme keinen Zugang haben. Im medizinischen Bereich können das beispielsweise kleinste Gefäße (Kapillaren) mit einem Durchmesser von  $d < 5 \mu m$  sein. Nanopartikel und freistehende Strukturen sind nicht substratgebunden und können daher unabhängig vom Ort, als Pulver oder in Dispersion, vielseitig eingesetzt werden. Das Umformen ermöglicht die Strukturierung freistehender Bauteile und ist, aufgrund der universellen Werkzeuge, flexibel in der Fertigung. Für mechanische und elektrische Mikro- und Nanosysteme können somit freistehende, individuelle Bauteile hergestellt oder angepasst werden. Daneben können, abgesehen von den mechanischen und elektrischen Eigenschaften, ebenso die magnetischen und thermischen Besonderheiten von Metallen in Form freistehender Bauteile genutzt werden. 1

Das Umformen metallischer Strukturen im Submikrometerbereich wurde erstmals von Rösler et al. [83] beschrieben. Dabei wurden kubische Ni<sub>3</sub>Al-Partikel zu flachen Scheiben gestaucht und Umformkräfte gemessen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde neben dem



Abbildung 1.1.: Vergleich Ni<sub>3</sub>Al-Nanopartikel – menschliches Haar. (Maßstab: Übersicht 20 µm und Detail 1 µm)

Stauchen eine Vielzahl weiterer Umformverfahren untersucht und entwickelt. Dies ist im Besonderen auf den Einsatz optimierter und gänzlich neu gestalteter Werkzeuge zurückführen. In diesem Zuge sind ebenso die umzuformenden Teile (Halbzeuge) zu erwähnen, für die in dieser Arbeit eine elektrochemische Herstellungsroute entwickelt wurde. Die hiermit erzielten stabförmigen Halbzeuge aus Wolfram und Titan wurden schließlich, mittels des Umformens, zu definierten Geometrien und ersten Bauteilen umgeformt.

Die vorliegende Arbeit beschreibt zunächst die Besonderheiten bei der Verkleinerung von Strukturen. Im Mikroskopischen skalieren physikalische und chemische Gesetzmäßigkeiten auf unterschiedliche Art. Dies äußert sich in einem zum Makroskopischen teils

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.

gravierend verschiedenen Verhalten. In Kapitel 2 wird auf die größenabhängigen Besonderheiten eingegangen und dies an physikalischen Kräften exemplarisch erläutert. Weiterhin wird auf den mechanischen Größeneffekt an unter uniaxialem Druck beanspruchten Ni<sub>3</sub>Al-Partikeln eingegangen und die im Rahmen dieser Arbeit erzielten Ergebnisse aufgezeigt. Weitere Phänomene wie die Kohlenstoffdeposition im Rasterelektronenmikroskop und Aufladungseffekte sowie deren Einfluss auf die Manipulation und das Umformen, werden im Anschluss diskutiert.

In Kapitel 3 wird eine Übersicht der Fertigungsverfahren gegeben und diesbezüglich aktuelle Forschungsergebnisse im Mikro- und Nanobereich eingeordnet. Dabei wird die Einteilung nach DIN 8580 mit den Fertigungsverfahren Urformen, Umformen, Fügen, Trennen, Beschichten und Stoffeigenschaften ändern verwendet. Innerhalb der jeweiligen Fertigungsverfahren wird auf verschiedene Untergruppen eingegangen und deren Anwendbarkeit und Relevanz für die Herstellung funktionaler Strukturen im Mikround Nanobereich diskutiert. Dieser Abschnitt soll auch Schnittpunkte der einzelnen Verfahren aufzeigen und Anregung geben, deren Eigenschaften für künftige Untersuchungen zu verknüpfen. Aus der Übersicht der Fertigungsverfahren wird das Umformen als Schwerpunkt dieser Arbeit näher betrachtet. In bewertender Weise (siehe Kapitel 3.2) werden die verschiedenen Umformverfahren vorgestellt und deren Umsetzbarkeit diskutiert. Es werden Kriterien für die Wahl und Durchführung der verschiedenen Umformtechniken definiert. Die Umformverfahren werden nach der Beanspruchungsart in Druck, Zugdruck-, Zug-, Biegeund Schubumformverfahren unterteilt. Zudem wird das Zerteilen als Trennverfahren berücksichtigt, da zahlreiche Parallelen in Aufbau und Prozessablauf zum Umformen gegeben sind. Nach einer kritischen Betrachtung eignen sich besonders die Druckumformverfahren wie das Frei- und Gesenkformen, das Biege- und

3

Schubumformen mit geradliniger Werkzeugbewegung sowie das Zerteilen.

Der Versuchsaufbau sowie die Herstellung benötigter Werkzeuge und Halbzeuge werden im Kapitel 4.1 und 4.2 beschrieben. Die Steuerung der Umform- und Manipulationsbewegungen erfolgt unter Verwendung sog. Mikromanipulatoren in einem Rasterelektronenmikroskop. Die Piezomotoren der Mikromanipulatoren ermöglichen die Bewegung in mehrere Bewegungsachsen im Nanobereich und erlauben die Positionierung in einem großen Arbeitsbereich. In die Aufnahme der Mikromanipulatoren werden Werkzeuge und Halbzeuge in Form eines Drahtes mit einem Durchmesser d = 0,5 mm eingesetzt. Neben diesen manipulatorischen Werkzeugen und Halbzeugen werden weitere Werkzeuge hergestellt, die in Verbindung mit den manipulatorischen Werkzeugen ein großes Funktionsspektrum für das Umformen abdecken. Die Fertigung der Werkzeuge und Halbzeuge wird nach der Herstellungsart beschrieben. In einem elektrochemischen Abtragprozess im Bereich der Spitze werden alle manipulatorischen Werkzeuge und Halbzeuge in Form eines d = 0.5 mm Drahtes aus reinem Wolfram und Titan hergestellt. Freistehende kubische Ni<sub>3</sub>Al-Halbzeuge mit einer Kantenlänge von 300 nm bis 600 nm werden ebenfalls in einem elektrochemischen Prozess hergestellt, indem die Partikel als  $\gamma'$ -Phase aus der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 extrahiert werden. Der fokussierte Ionenstrahl ermöglicht die Herstellung verschiedener Werkzeuge aus Silizium. Daneben werden drei weitere Herstellungstechniken für Werkzeuge als Gesenkform aus Silizium erläutert.

Der Abschnitt 4.3 dieses Kapitels befasst sich mit der Anwendung der Umformverfahren im Submikro- und Nanobereich und orientiert sich an den theoretischen Vorbetrachtungen der Umformverfahren. Das Freiformen, das Gesenkformen, das Biegeumformen, das Schubumformen und das Zerteilen werden

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.

detailliert betrachtet. Dabei werden verschiedene Werkzeuge und Techniken für das Umformen der stabförmigen Halbzeuge aus Wolfram und Titan und der Ni<sub>3</sub>Al-Halbzeuge angewendet. Die Gestaltung des Bauteils wird für jeden Umformschritt in situ im Rasterelektronenmikroskop verfolgt, sodass die plastische Formgebung direkt überprüft und gesteuert werden kann. Am Beispiel des Freiformens werden Techniken wie das Stauchen, Anstauchen, Recken und Absetzen mit verschieden Werkzeugen und Halbzeugen beschrieben. Die mit dem Recken erreichte kleinste Objektabmessung liegt im Bereich von 20 nm bis 30 nm. Mit dem Gesenkformen ist die Fertigung von Zahnradgeometrien durch Umformen von Ni<sub>3</sub>Al-Partikel formfüllend realisierbar und stabförmige Halbzeuge werden zwischen konturierten Gesenkflächen zu einer Zahnwelle umgeformt. Das Biegen wird unter anderem in Form des Gesenkbiegens an einem flachen, stabförmigen Halbzeug zu einer Halbkreisform demonstriert. Weiterhin zeigt das Fertigungsverfahren Zerteilen am Beispiel des Beißschneidens das unproblematische Trennen stabförmiger Halbzeuge.

In der vorliegenden Arbeit werden weiterführende Untersuchungen als Basis für zukünftige Forschungstätigkeiten im Kapitel 5 vorgestellt. Dabei werden Lösungen für problematische Umformtechniken diskutiert und Optimierungsmöglichkeiten verwendeter Verfahren ausgewertet. Unter anderem werden Lösungen für das Zugdruckumformverfahren Tiefziehen und Möglichkeiten der Werkzeugoptimierung für das Biegen und Zerteilen vorgestellt sowie Lösungen für die Werkstückentnahme aus Gesenkformen diskutiert. Ferner werden Schnittpunkte zwischen dem Umformen und weiteren Fertigungstechniken, wie der Bearbeitung mit dem fokussierten Ionenstrahl aufgezeigt. Im Zuge dessen werden mechanische Prinzipien wie ein Kugelgelenk oder eine Klippverbindung als Beispiele für die Kombination verschiedener Fertigungstechniken vorgestellt.

5

6

Die Arbeit schließt mit einer Zusammenfassung der fundamentalen Ergebnisse und zeigt die zukünftigen Möglichkeiten des Umformens im Submikro- und Nanobereich in einem Ausblick auf.

# 2. Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich



*Abbildung 2.1.:* Einordnung der Größenskalen. (Verwendung mit freundlicher Genehmigung von <sup>1</sup>Sandia National Laboratories [16], <sup>2</sup>Roland Müller [70] und <sup>3</sup>Hartmut Kluck [53]).

Das Verhalten von Objekten im Submikro- und Nanobereich weicht teils erheblich von den makroskopischen Eigenschaften ab. Physikalische und chemische Gesetzmäßigkeiten skalieren auf unterschiedliche Art. Dies äußert sich in einem zum Makroskopischen teils gravierend verschiedenen Verhalten. Die Definition des Nanobereichs wird zumeist für Objekte mit mindestens zwei Dimensionen in der Größenordnung von 1 nm bis 100 nm verwendet. Darüber bis unter 1 µm bezeichnet den sog. Submikrobereich. Abbildung 2.1 zeigt eine Übersicht der Größenordnungen. Teilt man beispielsweise einen Würfel von 1 cm Kantenlänge in Würfel der Kantenlänge 100 nm, so erhält man 10<sup>15</sup> Würfel (siehe Vergleich

7

Abbildung 2.2). Die Oberfläche der 100 nm Würfel liegt in ihrer Gesamtheit um das 10<sup>10</sup>-fache höher, als der des 1 cm Würfels bei gleichem Volumen (Masse). Die relative Vergrößerung der Oberfläche ist folglich maßgeblich für die besonderen Eigenschaften in kleinen Größenskalen verantwortlich.



Abbildung 2.2.: Vergleich von Würfeln mit 1 cm und 100 nm Kantenlänge. 10<sup>15</sup> Würfel der Kantenlänge 100 nm haben, bei gleichem Volumen (Masse) wie ein Würfel mit 1 cm Kantenlänge, eine 10<sup>10</sup>-fach größere Oberfläche.

### 2.1. Größeneffekt

Die Bindungsart sowie die Anordnung der Atome und Moleküle zueinander bestimmen im Wesentlichen die idealen (defektfreien) Eigenschaften eines Festkörpers. Beim Blick auf die Materialeigenschaften im Makroskopischen wird deutlich, dass diese von den "idealen" Eigenschaften oft signifikant abweichen. Festkörper sind im Makroskopischen wesentlich durch die mikroskopische Struktur definiert. In besonderem Maße werden die Eigenschaften durch sog. Gitterfehler (Defekte) sowie deren Anzahl und Verteilung im Materialvolumen bestimmt.

Am Beispiel von Metallen wird nach der Dimensionalität in nulldimensionale Defekte (Punktdefekte wie z. B. Leerstellen und

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.

9

Zwischengitteratome), eindimensionale Defekte (Liniendefekte wie z. B. Schrauben- und Stufenversetzungen), zweidimensionale (Flächendefekte wie z. B. Korngrenzen) sowie dreidimensionale Defekte (Volumendefekte wie z. B. kohärente und inkohärente Ausscheidungen) unterschieden [33]. In makroskopischen Objekten ist eine Vielzahl dieser Defekte homogen verteilt. Sie bestimmen im Wesentlichen das mechanische Verhalten, indem sie interagieren und in ihrer Zahl und Ausprägung variabel sind. Nachstehend wird auf den Einfluss von Defektstrukturen wie Versetzungen und Korngrenzen in kleinskaligen Objekten eingegangen.

Generell sinkt die Wahrscheinlichkeit für vorhandene Defekte proportional mit kleiner werdendem Volumen. Folglich haben kleine Objektvolumina eine geringe Anzahl an Defekten. Die Versetzungsdichte<sup>1</sup>  $\rho$  wird für unverformte Metalle im Bereich von  $\rho = 10^{10} \,\mathrm{m}^{-2}$  bis  $\rho = 10^{12} \,\mathrm{m}^{-2}$  angegeben. Ausgehend von einer geringen Versetzungsdichte in einem Einkristall mit  $\rho = 10^{10} \,\mathrm{m}^{-2}$ hat ein Würfel mit 1 cm Kantenlänge ( $A = 1 \text{ cm}^2$ ) über den Querschnitt 10<sup>6</sup> Versetzungen und ein Würfel mit 100 nm Kantenlänge  $(A = 10^4 \text{ nm}^2)$  über den Querschnitt  $10^{-4}$  Versetzungen. Dies ist ein Grund, weshalb kleine Objektvolumina im Submikro- und Nanobereich als nahezu versetzungsfrei angesehen werden können. Eine weitere Ursache ist durch die im Vergleich zum Volumen große Oberfläche und die daraus folgende hohe Beweglichkeit der Oberflächenatome begründet. In Untersuchungen an intermetallischen Nanopartikeln im TEM (Transmissionselektronenmikroskop) wurde ebenfalls eine defektfreie Kristallstruktur von submikro- und nanoskaligen Objekten bestätigt [68].

Betrachtet man die Kristallstruktur von Metallen, sind die mechanischen Eigenschaften innerhalb der Kristalle (Körner) stark

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Gesamtlänge der Versetzungslinien pro Volumeneinheit  $(L/V = [m/m^3] = [m^{-2}])$  oder Anzahl der Durchstoßpunkte mit der Oberfläche  $(1/d^2 = [1/m^2] = [m^{-2}])$ 

richtungsabhängig (anisotrop). Im Fall von hoher Reinheit und geringer Defektdichte, nähern sich diese Einkristalle folglich den "idealen" Eigenschaften an. Metalle bestehen allerdings in der Regel aus vielen, verschieden orientierten mikroskopischen Kristalliten, sie sind polykristallin. Die mechanischen Eigenschaften eines feinkristallinen Polykristalls sind im Mittel in alle Raumrichtungen gleich (isotrop), da die unterschiedlichen Eigenschaften der Kristallite über die Anzahl im Mittel gleich sind. Verkleinert man das Volumen bei gleichbleibender Korngröße bis in den Mikround Nanobereich, sind nur noch wenige Körner über den Querschnitt verteilt und das Verhalten kann nicht mehr als isotrop angesehen werden. Für das Umformen ist dies von Bedeutung, da sich das Verformungsverhalten und die mechanischen Kennwerte aufgrund der Mikrostruktur bei gleichem Material vom Makrozum Nanobereich gravierend verändern [100].

Physikalische Gesetze besitzen im Nanobereich ebenso Gültigkeit wie im Makrobereich, jedoch verändert sich der Einfluss von Gesetzmäßigkeiten mit den Abmessungen von Objekten. Da eine Vielzahl von physikalischen Größen nicht direkt proportional zur Länge skaliert, folgt aus einer Größenänderung eine teils signifikante Änderung des mechanischen, elektrischen, magnetischen, thermischen, optischen sowie des chemischen Verhaltens. Im Folgenden wird das Hauptaugenmerk auf geometrische, mechanische, elektrische und elektromagnetische Phänomene geworfen. Weitere Informationen zur Skalierung von beispielsweise optischen und chemischen Gesetzmäßigkeiten sowie Effekten in Fluiden sind u. a. bei Rogers et al. [82] und Wautelet et al. [101–103] zu finden.

In kleinen Systemen haben physikalische Phänomene, die direkt mit der Oberfläche verknüpft sind eine besondere Bedeutung. Für die Würfel in Abbildung 2.2 skaliert das Verhältnis aus Oberfläche  $A = 6 \cdot L^2$  und Volumen  $V = L^3$  umgekehrt proportional zur Länge:

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.