

Ausscheidungsuntersuchungen an höherfesten und hochleitfähigen CuNi2Si-Legierungen – Teil 2: Spannungsrelaxation

Kinder, J. (1); Fähnle, G. (2); Hafner, C. (2); Held, F.-J. (1)

Seit dem Jahre 2004 betreibt das fem zusammen mit Partnern aus der Industrie (sowohl Halbzeughersteller als auch Anwender hochfester Cu-Legierungen) das AiF-geförderte Forschungsprojekt 14129N, bei dem es u.a. darum geht, die mikrostrukturellen Vorgänge und Abläufe bei der Spannungsrelaxation von CuNi2Si-Legierungen grundsätzlich besser zu verstehen und möglichst auch die Beständigkeit dieser Legierungen gegen Spannungsrelaxation durch eine optimierte Halbzeugfertigung zu verbessern. Diese Kupferlegierungen werden in der Hauptsache in der Elektrotechnik und in der Elektronik als Werkstoffe für elektromechanische Bauteile wie Steckverbindersysteme z.B. für Automobilanwendungen eingesetzt. Die grundlegenden Erwägungen zur Initiierung dieses Projektes sowie die ersten Ergebnisse entsprechender Experimente bzw. Untersuchungen wurden im Jahre 2005 anlässlich des 2. Kupfersymposiums in Stolberg bei Aachen und ausschnittsweise auch in dieser Zeitschrift bereits dargestellt (Kinder et al. 2005). Der Schwerpunkt der Untersuchungen, der nachfolgend vorgestellt werden soll, widmet sich seitdem den Spannungsrelaxationseigenschaften bzw. dem Spannungsrelaxationsverhalten besonders der industriell gefertigten CuNi2Si-nahen Legierungen etwas unterschiedlicher Zusammensetzungen der Projektpartner.

Für diesen hier vorzustellenden Projektabschnitt wurden von den Industriepartnern die technologisch üblichen und verbreiteten Relaxationsprüfungen nach der sog. Ringmethode und in der Art einer Biegebalkenprüfung durchgeführt, die beide den typischen Langzeitbeanspruchungen von Cu-Legierungen in Kontaktsystemen nahekommen. Die hierfür üblichen Versuchsaufbauten für die technologischen Relaxationsprüfungen werden schematisch mit Bild 1 verdeutlicht. Bei der Ringmethode wird ein Legierungs-

blechstreifen entweder durch Umwickeln eines zylindrischen Stabes bestimmten Durchmessers oder auch durch Einfädeln in eine ringförmige Spurrille elastisch zu einer ringförmigen Probe (= Ring bzw. Ringsegment) geformt, die so bemessen ist, dass bei dieser Formgebung der Blechstreifen tatsächlich nur elastisch und nicht plastisch deformiert wird. Er sollte also nach der Entnahme beispielsweise aus der Spurrille wieder in seine Ausgangsform zurückfedern. Interessanterweise geschieht dies jedoch nicht immer, d.h. bereits nach kurzer Deformationsdauer bei Raumtemperatur (ca. 1 bis 2 h) behält der Blechstreifen häufig eine gewisse Krümmung

bei. Dieser sich in den Anfangsstadien der Relaxationstests einstellende offenkundig plastische Deformationsanteil wird mit dem Begriff der sog. Pseudorelaxation beschrieben. Diese scheinbare Spannungsrelaxation ist bei den Herstellern und Anwendern insbesondere von Kupferlegierungen für Kontaktzwecke gut bekannt (und auch gefürchtet), denn sie führt zu einem frühzeitigen Nachlassen der Kontaktkräfte, und damit nach längerer Einsatzdauer ggf. zu einem völligen Ausfall des elektrischen Kontaktsystems. Die eigentlichen Ursa-

chen für diesen Degradationsprozess liegen jedoch völlig im Dunklen. Auch diejenigen Veröffentlichungen, die sich dieses Themas in der Vergangenheit annahmen (Helmenkamp et al. 1989, Gross 1991, Bögel 1994 + 1998), greifen zwar das Phänomen der Spannungsrelaxation auf, wobei nur Bögel (1994) explizit auf die Pseudorelaxation eingeht, bieten aber andererseits so gut wie keinen verwertbaren Hinweis darauf, was letztlich auf mikrostruktureller Ebene in dem relaxierenden Werkstoff auf Cu-Basis geschieht, d.h. welche mikrostrukturellen Vorgänge den beobachteten Abtausch von elastischer Verformung hin zu plastischer Verformung im Zuge der Relaxation bewirken könnten.

Auch bei dem zweiten industrietypischen Relaxationsprüfverfahren, der Biegebalkenprüfung (englisch: „cantilever bending test“ – s. Bild 1), bei dem eine spitzwinkelige dreieckige Blechprobe geprüft wird, die geometrisch so bemessen ist, dass das Biegemoment über der Probenlänge (= Biegebalkenlänge) konstant ist, ist häufig Pseudorelaxation zu beobachten, falls die Probe nach kurzer Deformationszeit auch bei Raumtemperatur wieder entlastet wird. Bei dieser Prüfung wird die Biegeprobe elastisch ausgelenkt und in dieser Stellung festgehalten (üblicherweise durch eine Schraube). Der Kontaktzweck der Probe wird manchmal dadurch unterstrichen, indem die Probe selbst einen elektrischen Kontakt bildet, der bei Unterschreiten einer ausreichenden Federkraft im Zuge der Relaxationsprüfung schließlich eine Kontaktunterbrechung bewirkt. Es sei darauf hingewiesen, dass es inzwischen auch eine Weiterentwicklung dieser Biegebalkenprüfung gibt,

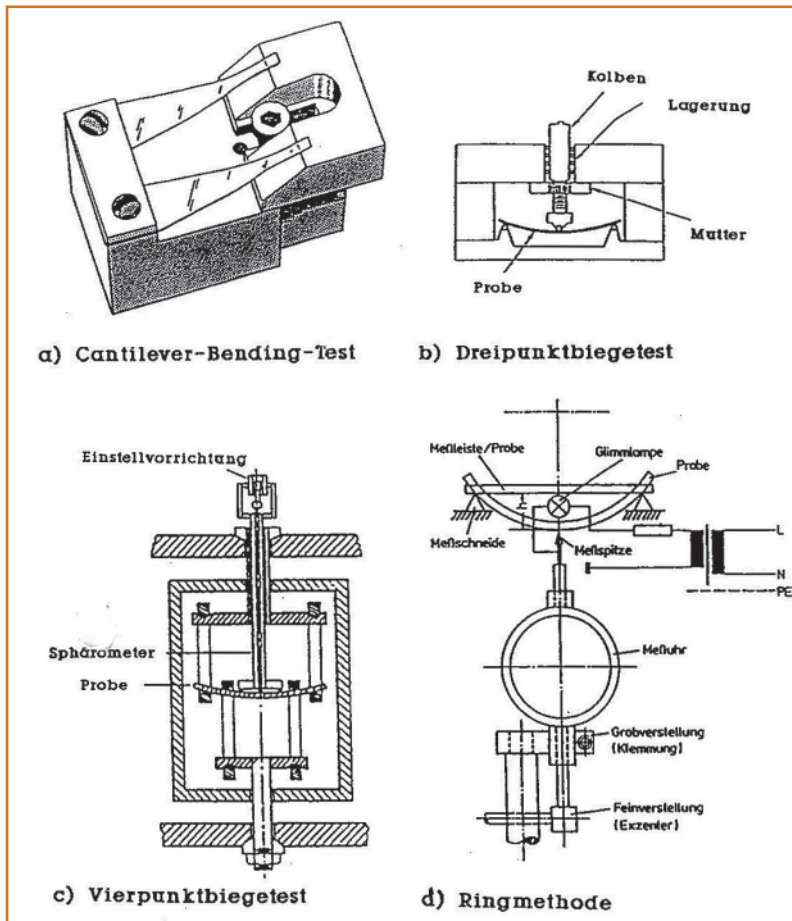


Bild 1: Gegenüberstellung standardisierter Spannungsrelaxationstests (Gross 1991)

bei der die im Versuchsablauf auftretende stetige Lastabnahme durch den erfolgenden Abtausch zwischen elastischer und plastischer Deformation kontinuierlich aufgezeichnet wird. In einem solchen Fall kann dann die eventuell auftretende Pseudorelaxation naturgemäß nicht beobachtet werden, da keine zwischenzeitliche Entlastung erfolgt, die eine anfängliche plastische Deformation sichtbar machen würde. Nach Absprache mit den Projektpartnern wurden alle Relaxationsprüfungen bzw. -versuche bei $0,8 \times R_{p0,2}$, d.h. der spezifischen Raumtemperaturstreckgrenze der jeweiligen Projektlegierung bei einer Umgebungstemperatur von 150 °C durchgeführt.

Die versuchstechnischen Möglichkeiten im fem bieten die Möglichkeit, mit Hilfe eines dafür vorgesehenen PC-basierten Steuerungs- und Messwerterfassungsprogrammes Spannungsrelaxationsversuche in einer

konventionellen Zugprüfmaschine durchzuführen. Der methodische Hauptansatz hierfür ist, dass der insbesondere im elastischen Anfangsbereich des klassischen Zugversuches, in dem die Spannungsrelaxation i.W. abläuft, noch weitgehend einachsige Spannungs- und Dehnungszustand der Proben für die geplanten nachfolgenden mikrostrukturellen Untersuchungen insbesondere mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) eindeutiger und auch übersichtlicher, d.h. leichter interpretierbare Untersuchungsergebnisse bedingen sollte, als die im Vergleich hierzu komplexeren Verhältnisse in den Ring- und den Biegeproben. Es sei aber ausdrücklich darauf hingewiesen, dass mit den fem-Versuchen kein neues, eigenständiges Relaxationsprüfverfahren etabliert werden sollte.

Der Versuchsablauf der fem-Relaxationsversuche sieht so aus, dass die

jeweiligen Zugproben innerhalb der temperierten Prüfkammer zunächst einseitig in die Zugprüfeinrichtung eingespannt werden. Dann wird mittels einer Klemmvorrichtung eine Vierpunkt-Kontaktleiste im Bereich der Probenmesslänge aufgesetzt, mit der während der Durchführung der Relaxationsversuche die elektrische Leitfähigkeit der Proben erfasst werden kann. Die Grundüberlegung hierfür war, dass diejenigen mikrostrukturellen Mechanismen, die für die Relaxationsabläufe verantwortlich sind, sich möglicherweise auch in einer parallel erfolgenden Änderung der elektrischen Leitfähigkeit niederschlagen könnten. Erst nach einigen Minuten innerhalb der Temperiereinrichtung wird auch die zweite Probeneinspannvorrichtung geschlossen, wodurch die Probe nunmehr vollends eingespannt ist, und nach Aufbringung einer geringen mechanischen Vorlast von 50 N wird der mechanische Feindehnungsmesser auf die Zugprobe aufgesetzt und das Steuerungsprogramm des Relaxationsversuches gestartet. Das anfänglich für die fem-Relaxationsversuche benutzte, etwas einfachere Steuerungsprogramm erhöht innerhalb eines definierten Zeitraumes die mechanische Spannung innerhalb der Probe bis zum Vorgabewert, indem die Traverse entsprechend verfahren wird, um dann die Traverse der Zugprüfmaschine quasi in der gerade erreichten Stellung zu blockieren, bei der der Vorgabewert für die Spannung

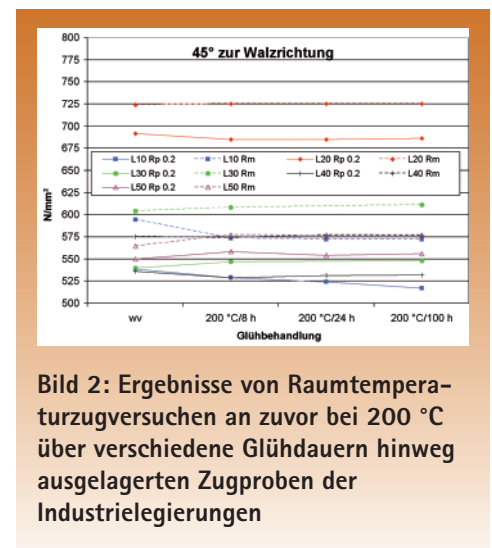


Bild 2: Ergebnisse von Raumtemperaturzugversuchen an zuvor bei 200 °C über verschiedene Gühdauern hinweg ausgelagerten Zugproben der Industrielierungen

erreicht wird. Da der Vorgabewert der Spannung kleiner als die spezifische Streckgrenze gewählt wird, wird zunächst eine anfängliche rein elastische Probenverlängerung eingestellt. Danach erfolgt prinzipiell nur noch die stete Messung und Aufzeichnung der Last über der Zeit, die wie bereits mehrfach angedeutet wurde, wg. des erfolgenden Abtausches von elastischer hin zu plastischer Deformation der Probe sich mehr oder weniger stetig im Laufe des jeweiligen Relaxationsversuches verringert.

Da sich nach den ersten fem-Relaxationsversuchen der Eindruck einstellte, dass ein kurzzeitiges Überschwingen der Last im Moment der Traversenblockade erfolgte, wodurch die Relaxationsmechanismen in unzulässiger und möglicherweise nicht verifizierbarer Art und Weise beeinflusst werden konnten, was sich z.B. in den beobachteten außerordentlich großen Streuungen der Versuchsergebnisse niederzuschlagen schien (s.u.), wurde eine erweiterte Version der Steuerungssoftware erworben, die mittels einer vorgeschalteten 30-sekündigen Lasthaltephase, die der Traversenblockade vorhergeht, jegliches Überschwingen der Last sicher unterbinden sollte. Hinzu kommen erweiterte Möglichkeiten der Programmierung dieser Steuerungssoftware, z. B. von komplizierteren Zyklenabfolgen, was sich im Zuge weiterer Versuche als ausgesprochen hilfreich erweisen sollte (s.u.).

Ergebnisse der fem-Relaxationsversuche

Vor Beginn der ersten Relaxationsversuche im fem wurden zunächst einige Zugproben der verschiedenen Industrieligierungen bei einer Temperatur von 200 °C über verschiedene Zeiten bis max. 10 h ausgelagert und nachfolgend bei Raumtemperatur im konventionellen Zugversuch unter normgemäßen Bedingungen geprüft. Die Idee hierfür war, dass sich die zusätzliche thermische Auslagerung der Proben im werksvergüteten, d.h. somit also stark mit Versetzungen behafteten Zustand (Kinder et al. 2005), unter dem Einfluss der Tem-

peratur bereits etwas ändern könnte, was sich dann beispielsweise in einem veränderten Verformungs- bzw. Verfestigungsverhalten der Zugproben im Vergleich zu den nicht ausgelagerten Proben widerspiegeln würde. Das Ergebnis ist eindeutig (Bild 2), d.h. ein solcher ausschließlich thermischer Einfluss ist in den Zugeigenschaften aller Legierungen nach den Auslagerungen bei erhöhter Temperatur nicht zu erkennen. Hieraus ist abzuleiten, dass die Mechanismen, die letztlich für das Auftreten der Spannungsrelaxation verantwortlich sind, nur unter der gleichzeitigen Wirkung von mechanischer Spannung bei erhöhter Temperatur wirksam sind (Kinder et al. 2006). Es sei aber darauf hingewiesen, dass orientierende Versuche mit DMS-bestückten Proben (DMS = Dehnungsmessstreifen) einerseits die Annahme bestätigten, dass die in einer Probe ablaufende Relaxation quasi eine Dehnungskonstanz bis zum Versuchsende bedingt. Die anfänglich aufgebrachte elastische Dehnung wurde teilweise in eine plastische Dehnung der Probe überführt, was dann erst nach Versuchsende durch einen bleibenden plastischen Dehnungsanteil sichtbar wurde. Insofern sind also die tatsächlich erfolgenden Abläufe innerhalb der Probe messtechnisch faktisch nicht erfassbar. Dennoch gibt es in diesem Regime offenbar eine gewisse Versetzungsaktivität, was sich z. B. in einer geringen Leitfähigkeitszunahme während der statischen Langzeitversuche widerzuspiegeln scheint. Darüber hinaus deutete sich an, dass unter den Relaxationsbedingungen, d.h. dem Aufbringen einer definierten Last, dem Blockieren der Traverse und dem Erfassen einer nach und nach erfolgenden Lastabnahme in geringem Maße auch bei mehreren Raumtemperaturversuchen eine gewisse Probennachgiebigkeit in der Art der Relaxation zu beobachten war.

Bild 3 gibt das Ergebnis von drei nacheinander durchgeführten statischen Spannungsrelaxationsversuchen über jeweils 100 h an Proben der Industrieligierung 10 wieder, die mit den gleichen Anfangsspannungen bei der gleichen Tempera-

tur von 150 °C durchgeführt wurden. Trotz nominell somit völlig gleichen Versuchsbedingungen stellten sich äußerst unterschiedliche Versuchsergebnisse i.S. völlig verschiedener „Probenantworten“ ein. Dieses unerwartete und extrem ungleichmäßige Verhalten dreier i.W. gleichartiger Proben unter gleichen Versuchsbedingungen ließ neben versuchstechnischen Einschränkungen (s.o.) auch Vermutungen aufkommen, dass Zusammenhänge mit der eingangs erwähnten Pseudorelaxation bestehen könnten, denn bei den fem-Versuchen wird dieser im Frühstadium der Versuche ablaufende Verformungs- bzw. Entfestigungseffekt quasi in die Versuchsabläufe mit eingeschlossen. Aus diesem Grunde wurde entsprechend den Möglichkeiten der verbesserten Versuchssteuerung eine zyklische Wiederholung mehrerer aufeinanderfolgender Relaxationsversuche ausprobiert. Hierfür wurde zunächst ein Relaxationsversuch bei 150 °C mit einer Spannungsvorgabe von $0,4 \times R_{p0,2}$ über 1 h durchgeführt. Die Probe wurde danach dem Prüfsystem entnommen, vermessen und wieder in das Prüfsystem eingebaut. Dann wurde mit dieser Probe ein Versuch mit einer Spannungsvorgabe von $0,5 \times R_{p0,2}$ erneut bei 150 °C ebenfalls über 1 h hinweg durchgeführt. Nach diesem zweiten Versuch wurde die Probe wie auch bei den weiteren Versuchen nicht mehr entlastet und ausgebaut, sondern nur bis zur Vorlast (ca. 50 N) entlastet und dementsprechend ohne sie auszubauen auf die nächste Spannungsvorgabe von $0,6 \times R_{p0,2}$ bei ansonsten gleichblei-

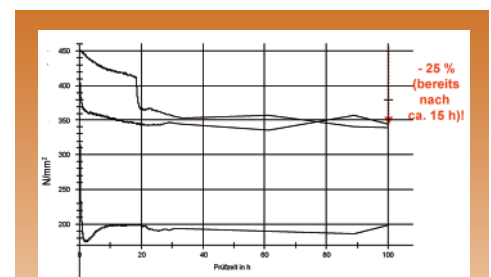


Bild 3: Ergebnisse erster statischer Relaxationsversuche an Proben der Industrieligierung 10 bei 150 °C (Fähnle 2006)

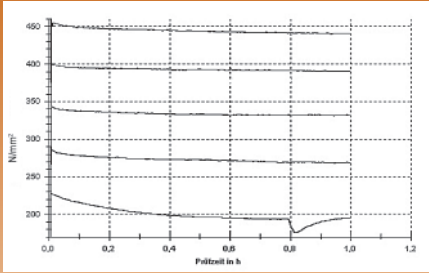


Bild 4: Ergebnisse einer Folge von statischen Relaxationsversuchen an Proben der Industrielegierung 10 bei 150 °C (Fähnle 2006) – Hinweis: Der ausgeprägte Spannungssprung in der unteren Kurve ist durch einen kurzzeitigen Steuerungsfehler bzgl. der Versuchstemperatur verursacht worden.

benden Versuchsparametern gebracht. Diese Vorgehensweise wurde bis zum Erreichen einer Vorgabespannung von $0,9 \times R_{p0,2}$ zyklisch wiederholt. Insofern wurde anstelle der sonst üblichen statischen Relaxationseinzelversuche nunmehr ein zyklischer Relaxationsversuch mit sukzessive steigender Vorgabespannung durchgeführt. Bild 4 gibt das Ergebnis dieses zyklischen Relaxationsversuches wieder.

Bei genauem Hinsehen kann man in Bild 4 erkennen, dass bei jedem neuen Relaxationsversuch bei gegenüber dem vorhergehenden Versuch jeweils höherer Vorgabespannung der relative Spannungsverlust bis auf den letzten Versuch bei $0,8 \times R_{p0,2}$, d.h. also die tatsächlich auftretende Relaxation jedes Einzelversuches, trotz stetig zunehmender Vorgabespannung, immer geringer wird. Eine erste Auswertung aller Versuche (Fähnle 2006) ergab folgende relaxationsbedingten Spannungsabfälle:

- Zyklus 1: $0,4 \times R_{p0,2}/1 \text{ h} \Rightarrow - 15,0 \%$ Relaxation
- Zyklus 2: $0,5 \times R_{p0,2}/1 \text{ h} \Rightarrow - 6,4 \%$ Relaxation
- Zyklus 3: $0,6 \times R_{p0,2}/1 \text{ h} \Rightarrow - 3,7 \%$ Relaxation
- Zyklus 4: $0,7 \times R_{p0,2}/1 \text{ h} \Rightarrow - 2,8 \%$ Relaxation
- Zyklus 5: $0,8 \times R_{p0,2}/1 \text{ h} \Rightarrow - 4,1 \%$ Relaxation
- Zyklus 6: $0,9 \times R_{p0,2}/1 \text{ h} \Rightarrow - 5,5 \%$ Relaxation

Dieser unerwarteten Probenantwort als Reaktion auf die zyklisch wiederholten Belastungen kann man offenbar so etwas wie einen „Trainingseffekt“ zuweisen. Genau wie ein Kraftsportler, der z. B. die Hantellast immer weiter erhöht, um dadurch an Kraft und Leistungsfähigkeit zu gewinnen, reagiert auch die beanspruchte CuNi2Si-Legierung unter zyklischer Wiederholung des Beanspruchungsregimes. Es wurden daher eine Vielzahl weiterer zyklischer Relaxationsversuche an den verschiedenen industriellen Projektlegierungen mit konstanten (Bild 5), aber auch mit zyklisch steigenden und mit zyklisch fallenden Vorgabespannungen durchgeführt, um diesen unerwarteten und bisher nicht bekannten Trainingseffekt zu verifizieren. Genauso wurde die Zyklusdauer variiert (wenige Minuten bis zu 24 h), und es wurden Versuche durchgeführt, bei denen keine Entlastungsphase zwischen den Zyklen erfolgte, sondern bei denen direkt der nächst höhere bzw. nächst niedrigere Spannungsvorgabewert des folgenden Belastungszyklus vom System angefahren wurde. Praktisch jedesmal stellte sich der beschriebene Trainingseffekt ein, der oft bereits nach wenigen Relaxationszyklen nahezu abgeschlossen schien, da die pro Zyklus nachweisbare Relaxation der weiteren Zyklen kaum noch relevant ist. Um aber insofern zu überprüfen, ob der sich einstellende Trainingseffekt unter zyklischen Relaxationsbedingungen sich auch positiv auf einen darauf folgenden statischen Relaxationsversuch auswirkt, wurde ein entsprechender Versuchsablauf aus 25 Einzelzyklen à 2,5 Minuten (inkl. 30 s Haltezeit) und einem sich daran anschließenden Langzeitzyklus von 15 Stunden für eine Zugprobe der Industrielegierung 10 programmiert. Das Ergebnis dieses ebenfalls bei 150 °C durchgeführten Experimentes zeigt Bild 6. Es sei darauf hingewiesen, dass die Leitfähigkeit der Proben unter zyklischen Relaxationsbedingungen anders als bei den statischen Langzeitversuchen i.d.R. relativ deutlich abnahm, was ein Hinweis auf eine während der Zyklisierung zunehmende Versetzungsaktivität sein kann.

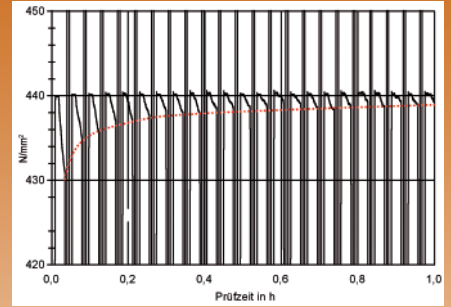


Bild 5: Zyklische Kurzzeitrelaxationsversuche an Proben der Legierung 10 bei 150 °C – die Punktlinie soll die pro durchlaufenem Zyklus abnehmende Relaxation verdeutlichen: Im ersten Zyklus beträgt die Relaxation – 2 %, im letzten Zyklus beträgt sie nur noch – 0,4 % – stets unter effektiv konstanten Versuchsbedingungen.

Ergebnisse industrieller Relaxationstests im Vergleich zu den fem-Versuchen

Bild 7 zeigt zusammengefasst die Ergebnisse der industriellen Relaxationsversuche aller Projektpartner an Proben der Industrielegierung 10 einschließlich der fem-Ergebnisse mit den Versuchsparametern $0,8 \times R_{p0,2}$ bei 150 °C. Es wird deutlich, dass die Relaxationstests untereinander gewisse Streuungen zeigen, was aber bei manchen der weiteren Industrielegierungen deutlich weniger stark ausgeprägt ist. Wichtiger erscheint hier jedoch die Beobachtung, dass die fem-Versuche nur dann eine befriedigende Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Industrietests zeigen, wenn die nach kurzer Zeit in diesem Fall von einem der Industriepartner bereits bei Raumtemperatur ermittelte Pseudorelaxation als anfängliche plastische Deformation der Probe berücksichtigt wird, und die weiteren prozentualen Relaxationsverluste, die sich nach und nach einstellen, auf diesen Anfangswert bezogen werden. Zwar erfolgt die Pseudorelaxation nicht unter den gleichen thermischen Bedingungen wie die eigentliche Relaxation der Legierungsprobe bei 150 °C. Es ist aber davon auszugehen, dass bei der erhöhten Temperatur mindestens eine genauso ausgeprägte

„Pseudorelaxation“ erfolgt, die dann aber schon Teil der tatsächlich ablaufenden Relaxationsvorgänge wäre.

Diskussion der Spannungsrelaxationsergebnisse

Speziell in Kontaktwerkstoffen wird Spannungsrelaxation beobachtet, denn nur dort spielt dieser bei erhöhten Temperaturen ablaufende Degradationsprozess mit den damit verbundenen Eigenschaftverschlechterungen eine entscheidende Rolle. Dieser Effekt bewirkt, dass ein mechanisch unter Spannung stehender elektrischer Kontakt bei erhöhten Temperaturen einer thermischen Alterung unterliegt, indem er einen Teil seiner Kontaktkraft verliert. Dies führt dazu, dass die elastische Federkraft des Kontaktes im Zuge des betrieblichen Einsatzes unter erhöhten Umgebungstemperaturen abnimmt, wodurch die Kontaktkraft unmittelbar abnimmt. Eine abnehmende Kontaktkraft bewirkt schließlich für den geschlossenen Kontakt eine Zunahme des elektrischen Übergangswiderstandes und damit zunehmend die Gefahr einer Unterbrechungswahrscheinlichkeit für den elektrischen Stromfluss. Häufig wird die im Werkstoff ablaufende Spannungsrelaxation mit dem Kriechen des Werkstoffes gleichgesetzt, da beide Abläufe recht ähnlichen physikalischen Gesetzen zu folgen scheinen (DKI 1999). Hierfür spricht, dass es sogar möglich ist, durch Heranziehung von Kriechgesetzmäßigkeiten wie z. B. dem Larson-Miller-Parameter durchaus gute Vorhersagen von Langzeitrelaxationseigenschaften zu machen (Bögel 1994, Burhan et al. 2006). Dieser Larson-Miller-Zusammenhang, d.h. der für die Langzeitabschätzung der Spannungsrelaxation zugrundegelegte Larson-Miller-Parameter ist aber strenggenommen auf statistischer Basis für Werkstoffe auf Fe-Basis hergestellt worden, d.h. die erfolgreiche Übertragung auf Cu-Werkstoffe für Temperaturen < 270 °C könnte insofern auch zufällig zu überraschend stimmigen Vorhersageergebnissen geführt haben. Bei der Relaxation von Cu-Legierungen wird

andererseits auch unterstellt, dass sowohl nicht-diffusionskontrollierte Mechanismen einschließlich Versetzungsgleiten und Zwillingsbildung, als auch diffusionskontrolliertes Korngrenzenfließen und Leerstellendiffusion quasi gleichzeitig die Spannungsrelaxationsprozesse bestimmen (Brush Wellmann 2000). Zwar ist die Spannungsrelaxation ähnlich wie das Kriechen von Werkstoffen wegen der Temperaturabhängigkeit sicherlich ebenfalls als ein thermisch aktivierter Prozess anzusehen, das Temperaturniveau für das Auftreten der Spannungsrelaxation von Cu-Legierungskontakten liegt aber typischerweise unterhalb der für klassische Kriechmechanismen als notwendig angesehenen Temperaturen ($\approx 0,4 T_s \Rightarrow$ ca. 270 °C). Bei manchen Cu-Werkstoffen wird Spannungsrelaxation bereits ab ca. 100 °C ($\approx 0,3 T_s$) beobachtet, sodass diffusionskontrollierte, die Zusammensetzung der Ausscheidungen bzw. ihrer Grenzflächen bzgl. der sie umgebenden Cu-Matrix ändernde Mechanismen insbesondere bei den Versuchstemperaturen von 150 °C zunehmend unwahrscheinlich erscheinen.

Weniger die Dichte und die Größenverteilung der im Werkstoff enthaltenen Ausscheidungen als multiple Hindernisse für gleitende Versetzungen erscheint deshalb nach hier vertretener Auffassung entscheidend für die Spannungsrelaxation von ausscheidungsgehärteten CuNi2Si-Legierungen, sondern vielmehr das Verhalten von Versetzungen untereinander i.S. von Annihilationerscheinungen und Umgruppierungen z.B. zu Versetzungsnetzwerken bzw. zu Versetzungszellen wird für das Relaxationsverhalten als letztlich entscheidend postuliert. In diesem Sinne können auch die beobachteten Leitfähigkeitsveränderungen bei den Langzeitversuchen gesehen werden. Die Bildung von Versetzungsnetzwerken in kristallographisch dafür bevorzugten Ebenen können andere Bereiche der Cu-Matrix mehr oder weniger versetzungsfrei bzw. zumindest versetzungsarm werden lassen. Diese versetzungsverarmten Zonen könnten aufgrund der Vorzugsorien-

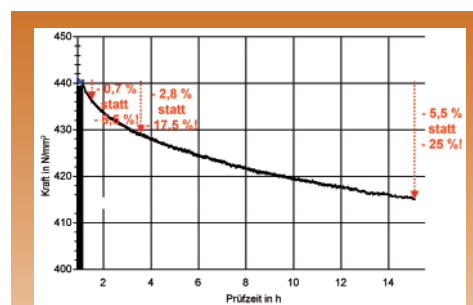


Bild 6: Durch Training infolge zyklischer Relaxationsversuche an einer Probe der Legierung 10 bei 150 °C erzielte Verringerung der statischen Relaxation im Langzeitzyklus

tierung so etwas wie durchgängige, nahezu ungestörte Bereiche innerhalb der zueinander durch Textur-effekte ausgerichteten Körner der Legierungsbänder darstellen, so dass die elektrische Leitfähigkeit nach erfolgter Langzeitrelaxation etwas zunimmt.

Diese sehr einfache Modellvorstellung ist jedoch zweifelsohne nicht ohne weiteres in der Lage, die signifikant andersartige Leitfähigkeitsentwicklungen der CuNi2Si-Legierungen unter zyklischer Relaxationsbeanspruchung richtig wiederzugeben. Es ist aber zu bedenken, dass der unter den speziellen einachsigen Zugversuchsbedingungen beobachtete Trainingseffekt offenbar nicht nur einen Teil der unter normalen statischen Versuchsbedingungen auftretenden Relaxation vorwegnimmt. Vielmehr wird der Werkstoff offenbar relaxationsbeständiger, so dass die unterstellten Versetzungsreaktionen unter zyklischen Versuchsbedingungen wg. der dabei offenbar ausgeprägteren Versetzungsdynamik komplexer sind, als bei den einfachen statischen Versuchsbedingungen, um sich dementsprechend schließlich in einer verringerten Leitfähigkeit zu zeigen. Anhand der bereits gemachten TEM-Beobachtungen (Kinder et al. 2005), d.h. der Beobachtung, dass der werkvergütete Lieferzustand der industriell hergestellten CuNi2Si-Legierungen in unerwartet starkem Maße seine Festigkeitseigenschaften auf den erhöhten Gehalt an zuvor durch Walzschnitte eingebrachten

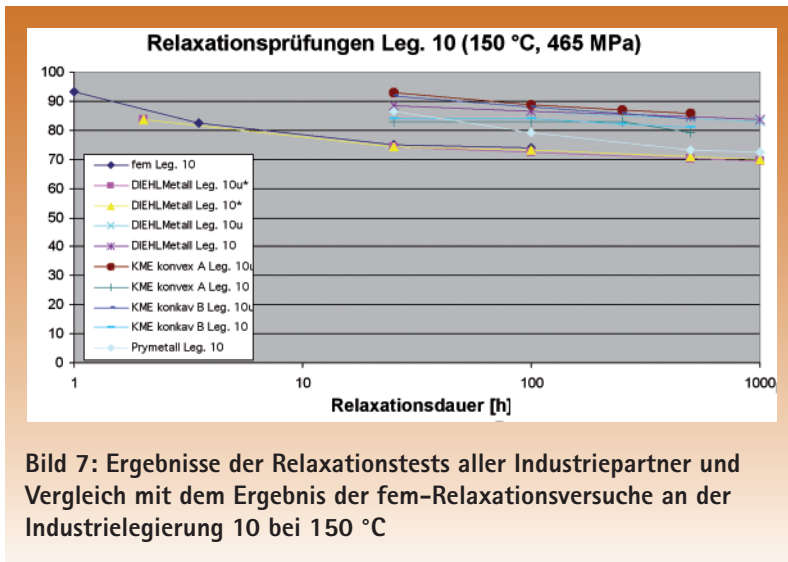


Bild 7: Ergebnisse der Relaxationstests aller Industriepartner und Vergleich mit dem Ergebnis der fem-Relaxationsversuche an der Industrielegierung 10 bei 150 °C

Versetzungen i.S. einer Kaltverfestigung gründet, kann somit postuliert werden, dass die Interaktion dieser im Werkstoff bereits zahlreich vorhandenen Versetzungen mit den Silizid-Ausscheidungen sowie die Änderung dieser Versetzungsstrukturen wesentlich für die Entfestigung der CuNi2Si-Legierungen im Zuge der ablaufenden Spannungsrelaxation ist. Diese Versetzungsstrukturen können bei zyklischer Versuchsführung offenbar beschleunigt in der Art von Netzwerken o.ä. stabilisiert werden, sodass die Relaxationseigenschaften von CuNi2Si-Legierungen zumindest unter den einachsigen Versuchsbedingungen eindeutig verbessert werden können.

Die Forschungsarbeiten, d.h. besonders die zum Nachweis des Postulats der Versetzungsabhängigkeit der Relaxationseigenschaften sowie des wiederholt beobachteten Trainings-effektes zur Erhöhung des Relaxationswiderstandes von CuNi2Si-Legierungen erforderlich erscheinenden TEM-Untersuchungen werden unter den hier dargestellten und diskutierten Aspekten der Spannungsrelaxationsmechanismen im Rahmen des Projektes bis Ende Juni 2007 weiter fortgeführt und vervollständigt werden.

Danksagung

Das im Juni 2004 begonnene Projekt wird für die Laufzeit von drei Jahren

bis Ende Juni 2007 von der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AiF) "Otto von Guericke" e.V. finanziell gefördert (Förder-Nr. 14129N). Das Forschungsinstitut Edelmetalle und Metallchemie (fem) als Zuwendungsempfänger dankt der AiF für die großzügige Finanzierung dieser Forschungsanstrengungen. Unser Dank gilt auch den im Projekt mitwirkenden Halbzeugherstellern DIEHL Metall – Sundwiger Messingwerk, Gebrüder Kemper, KME – Stolberger Metallwerk sowie Prymetall – Norddeutsche Affinerie für die Zurverfügungstellung der jeweiligen Kupferlegierungsbänder in den verschiedenen Herstellungsstufen, für die Durchführung industrieller Relaxationstests und für die stete Diskussionsbereitschaft. Auch der Hottinger Baldwin Messtechnik (HBM) GmbH, Niederlassung Stuttgart, gilt großer Dank für die befristete unentgeltliche Zurverfügungstellung einer PC-gestützten Messbrücke für DMS-Messungen bei erhöhten Temperaturen. Ganz besonderer Dank gilt neben den vielen beteiligten und stets hochmotivierten Mitarbeitern des fem, die mit sehr viel Engagement und Ideenreichtum die zahlreichen Untersuchungen durchführen, den studentischen Mitautoren Carmen Hafner und Gero Fähnle. Beide haben im Rahmen eines Praktikums bzw. einer Studienarbeit durch ihre Kreativität und durch schlichten Fleiß außerordentlich viele Experimente und

Messungen an den Legierungsproben durchgeführt, die Grundlage dieser Veröffentlichung sind.

Literatur

- A. Bögel: „Spannungsrelaxation in Kupferlegierungen für Steckverbinder und Federelemente“, METALL, 48. Jahrgang, 11/94, S. 872 – 876 (1994)
- A. Bögel: „Spannungsrelaxation bei Kupfer und Kupferlegierungen: Verkürzung von Experimenten“, METALL, 52. Jahrgang, 4/98, S. 204 – 209 (1998)
- A. Burhan, T. Helmenkamp, U. Adler, C. Bertin: „Prediction of the Long-Term Relaxation Behaviour of Copper-Base Connective Alloys“, Vortrag von C. Bertin auf der internationalen Konferenz „COPPER'06“ in Compiègne, 12. bis 15. September 2006, als Abstract veröffentlicht in „Copper – Better Properties for Innovative Products“, J.M. Welter (Ed.), SF2M + Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim 2006
- Brush Wellmann: "Connector Engineering Design Guide – Materials Selection in the Design of Spring Contacts and Interconnections", 2. korrigierte Auflage 2000
- DKI-Informationsdruck "Kupferwerkstoffe im Automobilbau", Hrsg. Deutsches Kupfer-Institut Düsseldorf 1999, Bestell-Nr. i.9. 04/99
- G. Fähnle: „Spannungsrelaxationsmessungen in CuNi2Si-Kupferlegierungen“, Studienarbeit HTW Aalen und fem, Sommersemester 2006
- S. Gross: „Spannungsrelaxation von Kupferlegierungen“, METALL, 45. Jahrgang, 11/91, S. 1108 – 1113 (1991)
- T. Helmenkamp, W. Steinkamp, K. Schleicher: „Spannungsrelaxationsmessungen an Bändern aus Kupferlegierungen“, METALL, 43. Jahrgang, 11/89, S. 1057 – 1061 (1989)
- J. Kinder und J. Fischer-Bühner: „Ausscheidungsuntersuchungen an höherfesten und hochleitfähigen CuNi2Si-Legierungen“, METALL 11/05, 59. Jahrgang, S. 722 – 727 (2005)
- J. Kinder und J. Fischer-Bühner: „Investigations on the Precipitation Sequence of CuNi2Si-Alloys“, Vortrag auf der internationalen Konferenz „COPPER'06“ in Compiègne, 12. bis 15. September 2006, veröffentlicht in „Copper – Better Properties for Innovative Products“, J.M. Welter (Ed.), SF2M + Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim 2006

- (1) *Forschungsinstitut Edelmetalle und Metallchemie (fem)*
- (2) *HTW Aalen, Studiengang Oberflächentechnik und Werkstoffkunde*