



# Diplomarbeit

## **Untersuchung von mechanischer Schädigung an LTCC - Materialien**

erstellt von

Markus  
Oberndorfer

Leoben, am 26.09.2013



# Eidesstattliche Erklärung

---

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benützt und mich auch sonst keiner un-erlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Leoben, am 26.09.2013

---

Markus OBERNDORFER

# Danksagung

---

Besonderen Dank möchte ich all meinen Institutskollegen für die wertvolle Zusammenarbeit und Unterstützung sagen. Mein großer Dank gilt O. Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Robert Danzer für seine wertvollen Tipps und Hilfe bezüglich der formalen Gestaltung der Diplomarbeit. Weiters danke ich meinem Betreuer Ao. Univ.-Prof. Dr. mont. Peter Supancic für die hilfreichen Ideen beim experimentellen Teil der Diplomarbeit. Ganz besonders bedanke ich mich bei Dr. Raul Bermejo Moratinos für seinen unermüdlichen Einsatz und seine Geduld.

Der österreichischen Bundesregierung (insbesondere dem Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie und dem Bundesministerium für Wirtschaft, Familie und Jugend) sowie dem Land Steiermark, vertreten durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft mbH und die Steirische Wirtschaftsförderungsgesellschaft mbH, wird für die finanzielle Unterstützung der Forschungsarbeiten im Rahmen des von der Materials Center Leoben Forschung GmbH abgewickelten K2 Zentrums für „Materials, Processing and Product Engineering“ im Rahmen des Österreichischen COMET Kompetenzzentren-Programms sehr herzlich gedankt.

Herzliche Danksagung auch an die Firma TDK-EPC für die bereitgestellten Materialien für die notwendigen Untersuchungen.

# Abstract

---

Low Temperature Co-fired Ceramics (LTCCs) are dielectric (electrically insulating) glass-ceramic composites, which can also contain metallic structures. LTCCs are constituted by a glass matrix in which  $\text{Al}_2\text{O}_3$  particles are embedded. LTCC composites are widely used in the electronics industry – e.g. as a ceramic-based substitute of polymer-based printed circuit boards (PCB). They are characterised – in comparison with polymer materials – by high thermal stability, stiffness and low thermal expansion coefficient. In these ceramic-based PCBs, both high conductive metallic materials as gold and silver and various passive components as capacitors, resistors and coils have to be integrated.

The build-up of the LTCC sheets is multilayered, and is performed by lamination, printing with metal pastes followed by a sintering process. The sintering temperature can be kept low owing to the presence of the glassy phase. Thereby, common sintering of LTCCs with low-cost metals (e.g.: silver) at approximately  $850^\circ\text{C}$  is possible. From the sintered LTCC panels hundreds of elements can be produced by sawing or mechanical breaking; the elements are then end-tested by electric contacting with measuring tips.

Although LTCC modules are electric elements, considerable mechanical stresses can arise during the manufacturing process and during operation. Therefore, failure of the component due to fracture is common. In this diploma work, the strengths of three different LTCC materials depending on various pre-damage modes were investigated. On the one hand, artificial defects in samples were generated by blunt and sharp indenters. On the other hand, cases were investigated where different existing edge-defects caused by cutting processes are present. The strength tests have been performed on plate- and barshaped specimens by using the ball on three balls test and the conventional bending test respectively. In principle in these samples lower strength with respect to the material strength was found. It became evident that each pre-damage mode affects the material in a different way, and it was concluded that the observed trends can be explained by microstructural differences.

# Kurzfassung

---

Low Temperature Cofired Ceramics (LTCCs) sind dielektrische (elektrisch isolierende) Glas-Keramik Verbundwerkstoffe, die auch Metallstrukturen enthalten können. In die Glasmatrix sind  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Partikeln eingelagert. LTCCs finden hauptsächlich Anwendung in der Elektronikindustrie – beispielsweise als keramische Leiterplatten. LTCCs zeichnen sich – verglichen mit polymeren Werkstoffen – durch ihre gute thermische Stabilität, Steifigkeit (Formstabilität) und ihren niedrigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten aus. In diese Leiterplatten werden sowohl metallische, gut leitende Materialien wie Gold und Silber aber auch passive Bauelemente, wie Kondensatoren, Widerstände, Spulen, mitintegriert.

Die Herstellung der Bauteile erfolgt schichtweise durch Laminieren von keramischen Grünfolien, Bedrucken mit Metallpasten und anschließendes Sintern. Die Sintertemperatur wird durch die Glasphase hinreichend niedrig gehalten. Dadurch wird das gemeinsame Sintern mit preiswerten Metallen (z.B. Ag) bei ca.  $850^\circ\text{C}$  ermöglicht. In einem gesinterten Paneel werden gleichzeitig hunderte Bauteile hergestellt, die dann durch Sägen oder Brechen „vereinzelt“ werden. Zur elektrischen Endkontrolle werden die Bauteile mit Nadeln elektrisch kontaktiert.

Obwohl es sich bei LTCC-Modulen um elektrische Bauteile handelt, ist die mechanische Belastung bei der Herstellung und im Einsatz oft beträchtlich und Versagen durch Rissbildung stellt eine der häufigsten Ausfallsarten dar. In dieser Arbeit wird die Festigkeit von drei verschiedenen LTCC-Materialien in Abhängigkeit von unterschiedlichen Vorschädigungen untersucht. Einerseits werden künstliche Defekte durch diverse Eindringkörper (stumpf, spitz) in den Proben erzeugt, andererseits liegen aber schon durch Trennprozesse Kantendefekte in unterschiedlicher Ausprägung vor. Die Festigkeiten wurden an platten- und balkenförmigen Proben mittels dem 4-Kugelttest bzw. dem 3-Punktbiegeversuch bestimmt. Grundsätzlich wurde ein Festigkeitsabfall dieser Proben im Vergleich zur Materialfestigkeit gefunden. Jedoch zeigte sich, dass sich die Vorschädigungen materialabhängig unterschiedlich stark auf die Festigkeiten auswirken. Diese Trends lassen sich qualitativ durch die Unterschiede im Gefüge erklären.

# Inhaltsverzeichnis

---

<b>1</b>	<b>Einleitung.....</b>	<b>1</b>
1.1	Low Temperature Cofired Ceramics .....	1
1.2	LTCC Bauteilherstellung.....	4
<b>2</b>	<b>Aufgabenstellung und Zielsetzung.....</b>	<b>7</b>
<b>3</b>	<b>Materialcharakterisierung .....</b>	<b>8</b>
3.1	Gefügecharakterisierung .....	8
3.2	Ermittlung wichtiger mechanischer Eigenschaften.....	12
3.2.1	Vickershärte $HV$ .....	12
3.2.2	Bruchzähigkeit $K_{Ic}$ .....	13
3.2.3	Festigkeit $\sigma_f$ .....	14
3.2.4	Ergebnisse und Diskussion.....	18
<b>4</b>	<b>Materialschädigung durch Kontaktbelastung.....</b>	<b>22</b>
4.1	Vorschädigung mit stumpfem Kontaktkörper – Kugelindenter .....	22
4.1.1	Hertz'sche Risse in geschädigten LTCC Proben.....	25
4.1.2	Zerstörungsfreie Untersuchung der geschädigten LTCC Proben mit FIB .....	27
4.1.3	Quantifizierung der Schädigung durch Eindrücke .....	31
4.2	Vorschädigung mit spitzem Kontaktkörper - Vickersdiamant .....	41
4.2.1	Durchführung der Experimente .....	41
4.2.2	Festigkeiten von Proben mit Vickerseindrücken.....	42
<b>5</b>	<b>Bauteilschädigung von LTCC-Proben .....</b>	<b>44</b>
5.1	Festigkeit von LTCC-Materialien nach verschiedenen Trennprozessen.....	44
5.1.1	Durchführung der Experimente .....	45
5.1.2	Ergebnisse der Untersuchungen .....	48
5.2	Ermittlung der Kantenfestigkeit .....	57
5.2.1	Durchführung der Experimente .....	57
5.2.2	Ergebnisse des Kantenabbruchversuches .....	59
5.2.3	Zusammenfassung und Conclusio .....	63
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Diskussion.....</b>	<b>64</b>
<b>7</b>	<b>Weitergehende Forschungsarbeiten .....</b>	<b>65</b>
<b>8</b>	<b>Anhang.....</b>	<b>66</b>
8.1	Blockprogramierung.....	66
8.2	Charakteristische Festigkeiten und Weibullmoduli.....	67
<b>9</b>	<b>Literatur.....</b>	<b>68</b>

# Abkürzungsverzeichnis

---

3PB	3-Punkt-Biegung
4PB	4-Punkt-Biegung
A3	DIN-Format A3
Abb.	Abbildung
B3B	Vierkugelversuch
bzw.	beziehungsweise
ca.	circa
d. h.	das heißt
e.g.	for example
engl.	englisch
FIB	Focused Ion Beam
ISFK	Institut für Struktur und Funktionskeramik
KI	Konfidenzintervall
KMD	Kraftmessdose
LTCC	Low Temperature Co-fired Ceramics
	Nd: YAG laser Neodym-dotierter Yttrium-Aluminium-Granat-Laser
PCB	printed circuit boards
REM	Rasterelektronenmikroskop
S&B	Scribe and Break
SEVNB	Single Edge V-Notched Beam
Tab.	Tabelle
u. Ä.	und Ähnliches
Vol.-%	Volumprozent
vs.	versus
z. B.	zum Beispiel

# Symbolverzeichnis

---

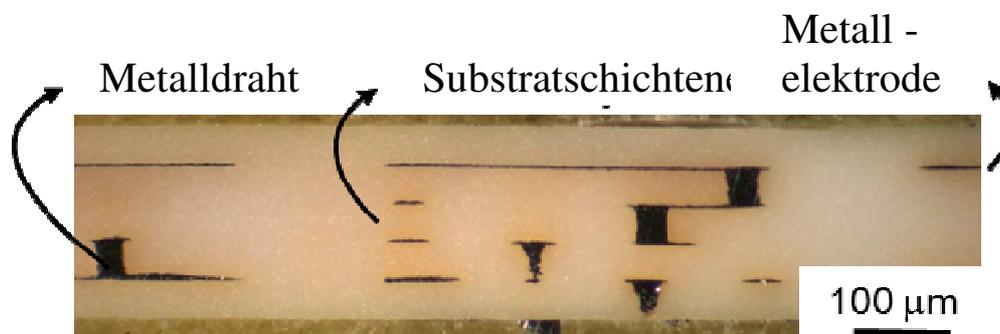
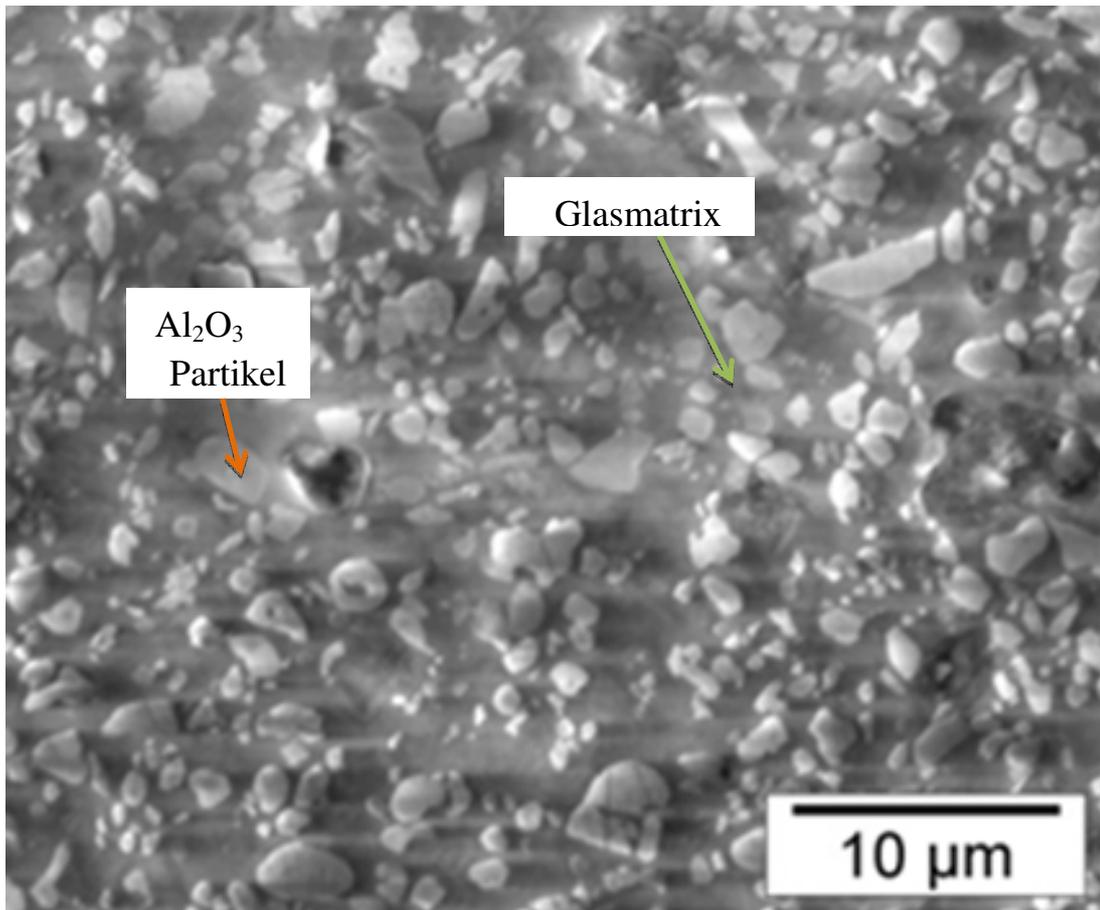
$a$	[m]	Hertz'scher Kontaktradius
$a_0$	[m]	Startrisslänge einer gekerbten 4-PB-Probe
$a_c$	[m]	Kritische Rissgröße
$a_f$	[m]	Risslänge beim Versagenszeitpunkt
$d$	[m]	Diagonale des Vickershärteeindrucks
$E$	[GPa]	E- Modul des Probenmaterials
$E'$	[GPa]	E- Modul des Indentermaterials
$F$	[-]	Versagenswahrscheinlichkeit
$f$	[-]	Vorfaktor bei Spannungsermittlung (B3B)
$g(a)$	[m <sup>-4</sup> ]	Defektgrößenverteilungsfunktion
HK	[GPa]	Knoophärte
HV	[GPa]	Vickershärte
$k$	[N/m]	Steigung (entspricht Kantenzähigkeit)
$K$	MPa $\sqrt{m}$	Spannungsintensitätsfaktor
$K_{Ic}$	MPa $\sqrt{m}$	Bruchzähigkeit, Mode I
$m$	[-]	Weibullmodul
$N_c$	[-]	Anzahl der Defekte kritischer Größe
$P$	[kg]	Last bei der Vickers-Härteprüfung
$P^*$	[N]	Kraft beim Kantenabbruchversuch
$P_c$	[N]	Kritische Last bei der Hertz'schen Theorie
$r$	[m]	Hertz'scher Radius
$R$	[m]	Kugelradius
$t$	[m]	Probendicke
$\nu$	[-]	Querkontraktionszahl des Probenmaterials
$V$	[m <sup>3</sup> ]	Probenvolumen
$\nu'$	[-]	Querkontraktionszahl des Indentermaterials
$V_0$	[m <sup>3</sup> ]	Charakteristisches Volumen
vol %	[-]	Volumenprozent
$w$	[m]	Probenhöhe der 4 PB Probe
$Y$	[-]	Geometriefaktor
$\sigma_0$	[MPa]	Charakteristische Festigkeit

# 1 Einleitung

## 1.1 Low Temperature Cofired Ceramics

Low Temperature Cofired Ceramic (LTCC) Material ist ein Glas – Keramikverbundwerkstoff. Bei der Herstellung liegen Glaspartikel und Keramiktteilchen nebeneinander vor und bilden erst durch den Sinterprozess den eigentlichen Werkstoff. Bei der Sinter Temperatur von etwa 850°C liegt nur die Glasphase (*Abb. 1*) in niedrig viskoser Form vor. Dadurch wird das Sintern des Komposites bei für Keramiken relativ niedrigen Temperaturen ermöglicht. Die Glasübergangstemperatur und damit auch die Viskosität der Glasphase bestimmen das entstehende Gefüge entscheidend. Wird beispielsweise über die Glasübergangstemperatur erwärmt, so liegt das Glas flüssig vor.

LTCC's sind wichtige Vertreter der keramischen Werkstoffe, angewandt hauptsächlich in der Elektronikindustrie. Vor allem aufgrund der Temperaturstabilität und der geringen thermischen Ausdehnung kommen LTCC's in der Herstellung (*Abb. 2*) von Leiterplatten zur Anwendung. Zwischen den zahlreichen Bauelementen wie Kondensatoren, Spulen u.Ä. muss der elektrische Kontakt gewährleistet sein. Hierzu kommen gutleitende Metalldrähte (engl. „wires“) wie Gold und Silber zum Einsatz, die wiederum durch das LTCC Material geschützt werden.



Typische innere Struktur einer LTCC-Komponente

**Abb. 1:** Oben: Eine LTCC-Glaskeramik besteht aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Teilchen, eingelagert in eine Glasmatrix. Unten: Verschiedenste Komponenten und Bauteile können in LTCC eingebracht werden. Beide Abbildungen stammen aus institutseigenen Arbeiten.

Die Glasphase hat mehrere Aufgaben:

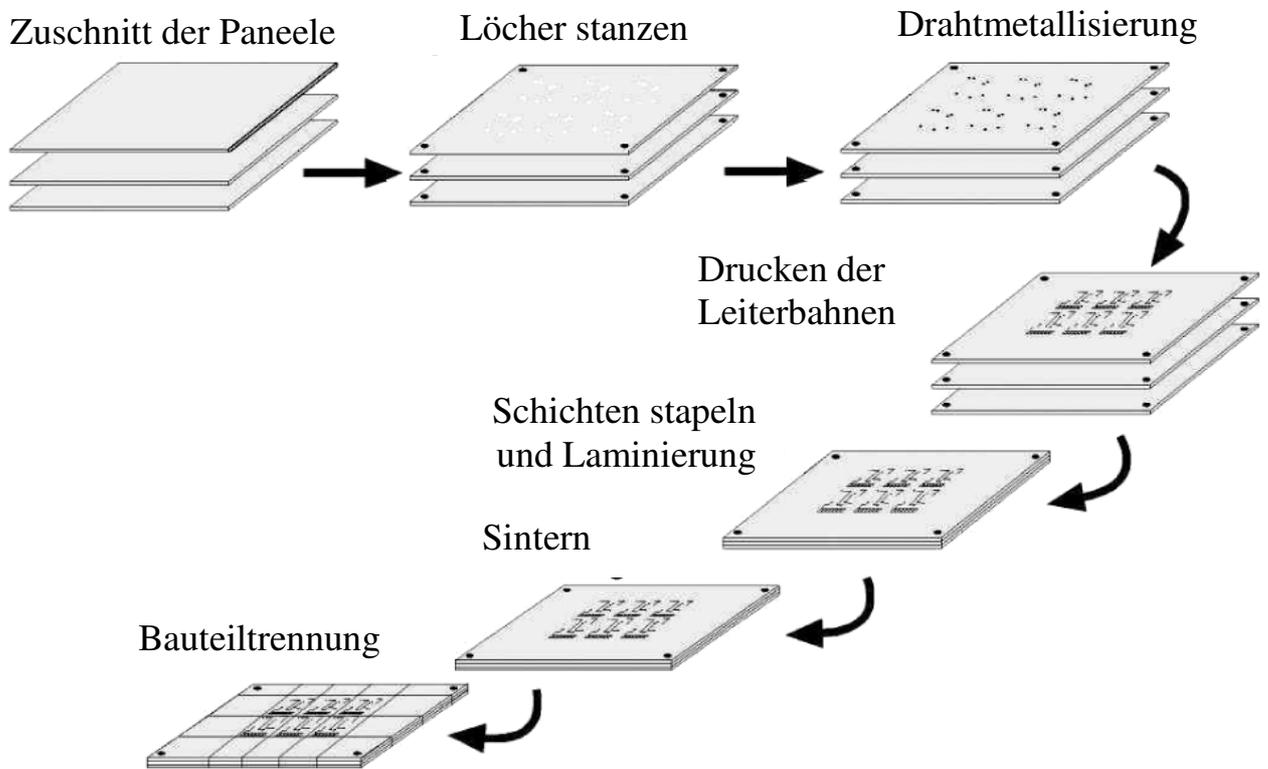
- Senkung der Sintertemperaturen und teilweises Kristallisieren nach der Verdichtung des Komposites Glas – Keramik. Durch das Auskristallisieren des in amorpher Form vorliegenden Glases kommt es vor allem zur Verbesserung der elektrischen und mechanischen Eigenschaften [Mak\_2013].
- Sintermechanismen des Flüssigphasensinterns treten auf.

Dieser Glasphase werden auch verschiedenste Verbindungen – meist als Oxide – zugelegt, die beispielsweise die Verdichtung des Werkstoffes fördern oder auch die mechanischen Eigenschaften stark verändern können. Als wichtigste Beispiele werden genannt:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{BaO}$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Im Folgenden wird der Herstellungsprozess von LTCC's kurz dargestellt.

## 1.2 LTCC Bauteilherstellung

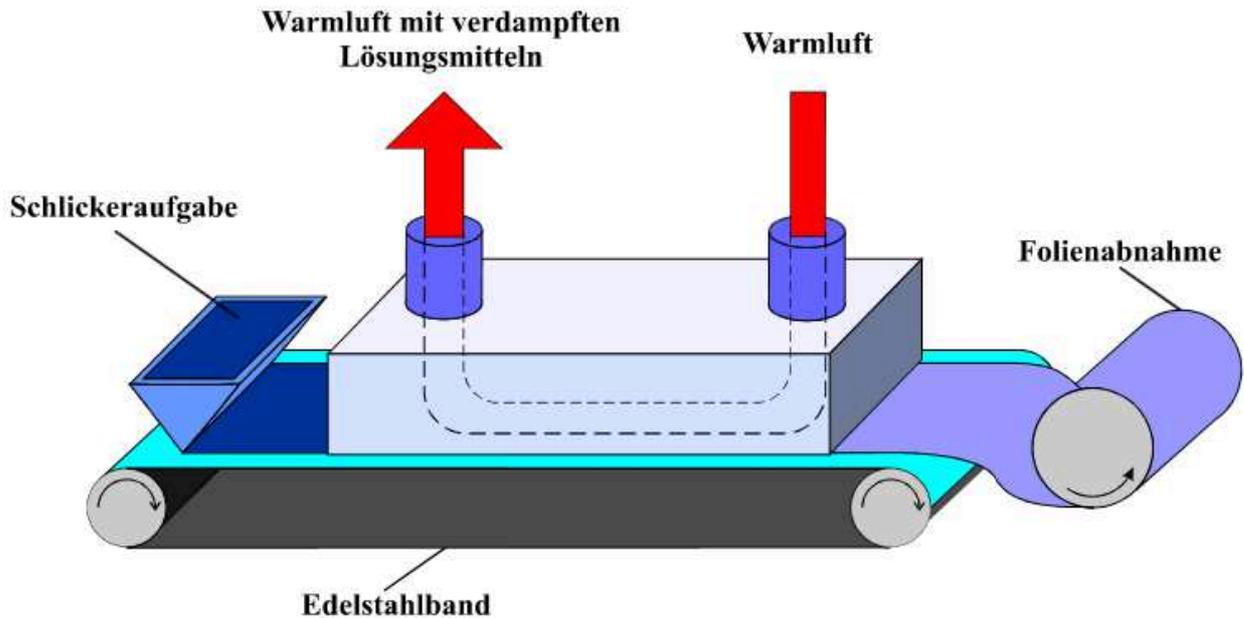
In *Abb. 2* sind schematisch die typischen Herstellungsschritte von LTCC dargestellt.



**Abb. 2:** Prozessschema der Herstellung von keramischen Leiterplatten aus LTCC [A].

Beim **Foliengießprozess** wird ein keramischer Schlicker (Mischung aus Keramikteilchen, meist mit Wasser als Dispergator) durch einen Füllschuh auf ein Band aufgetragen (*Abb. 3*). Die Dicke des keramischen Grünkörpers (nicht gebranntes Material) kann mit Klingen (engl.: „doctor blades“) eingestellt werden. Der keramische Grünkörper wird anschließend getrocknet und kann dann weiterverarbeitet werden.

Das Verfahren ist relativ kostengünstig und eignet sich besonders zur Herstellung von großflächigen, dünnen keramischen Produkten. Die mit der Anlage hergestellten LTCC-Folien werden zu Paneelen auf die Größe einer A 3-Seite (*Abb. 2*) zugeschnitten. Die daraus erhaltenen, noch ungesinterten Paneele können so weiterverarbeitet werden.



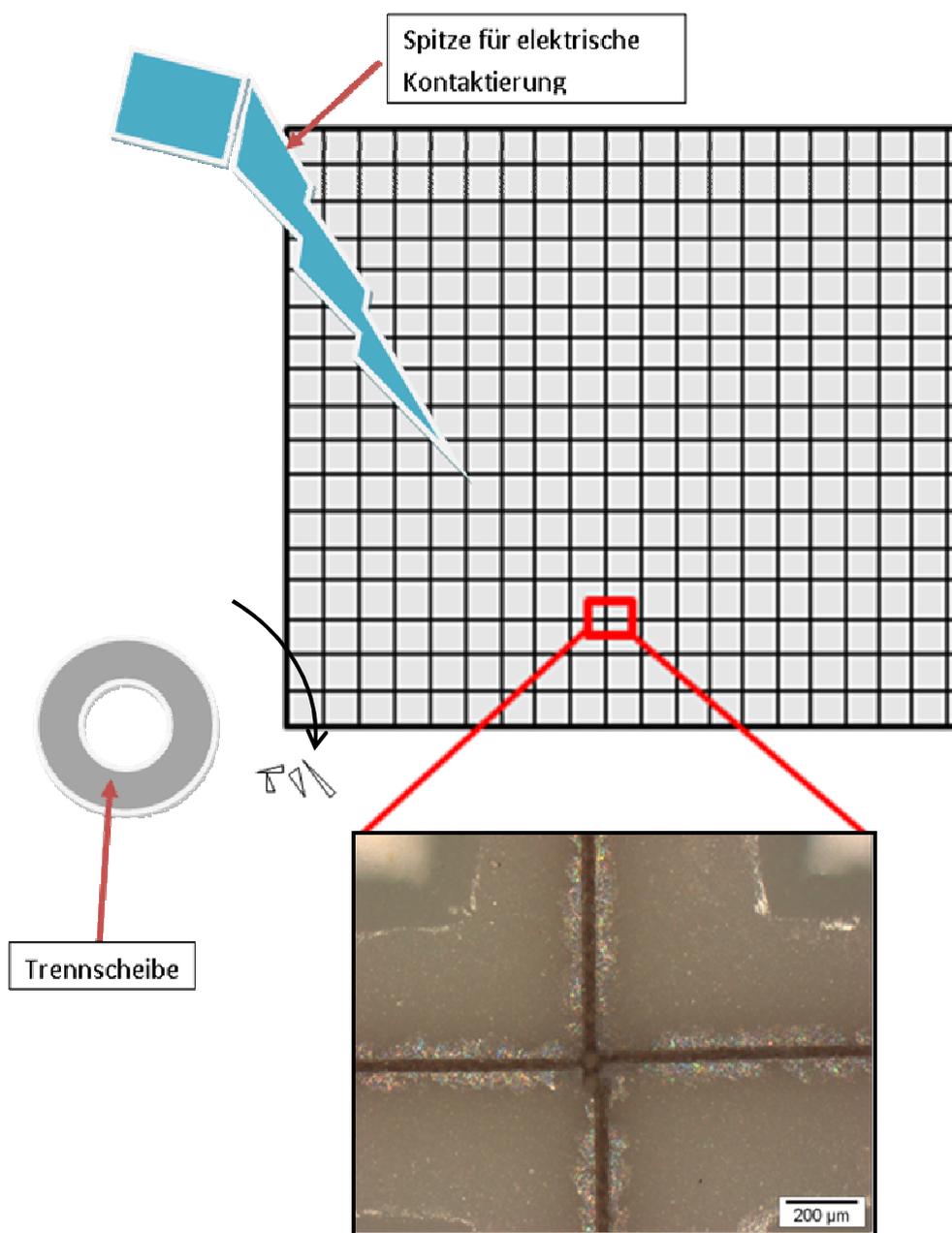
**Abb. 3:** Aufbau einer Foliengießanlage [B].

Beim Foliengießen können keramische Bänder kontinuierlich hergestellt werden.

Um eine Multilayer-Struktur zu erzeugen, werden in jede einzelne Schicht **Löcher** gestanzt. Die Löcher werden später mit einer **Metallpaste** gefüllt, um elektrischen Kontakt zwischen den Schichten zu ermöglichen. Im nächsten Schritt erfolgt das **Bedrucken mit Elektroden** und der elektrisch leitenden **Leiterbahnen** durch einen Drucker in der „Screen Printing Technology“ [C]. Die einzelnen **Schichten** werden schließlich manuell oder automatisch **gestapelt**. Zur Laminierung werden unter Druck und höheren Temperaturen die gestapelten Schichten uniaxial oder auch isostatisch miteinander verpresst. Es erfolgt nun das **Sintern** der LTCC's. Die Grundschritte eines Sinterprozesses bestehen grundsätzlich aus dem Ausbrennen der organischen Phasen, Aufheizen (typischerweise bis 850 °C), dem Sintern und dem Abkühlen. Das Sintern ist bereits nach wenigen Stunden abgeschlossen. Durch die Sinterbedingungen können die sich einstellenden Materialeigenschaften stark beeinflusst werden. Die gewählte Aufheizrate hängt z. B. von der Glasviskosität und den Reaktionen der Glasphase mit dem keramischen Füller ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ab. Makarovic [Mak\_2013] beschreibt ausführlich den Ablauf und die Einflüsse des Sinterns von Glas-Keramik-Komposites. Dabei ist die Herstellung von dichten Bauteilen stark abhängig vom Glasgehalt.

Die bereits gesinterten Paneele müssen nun in die Bauteile (Leiterplatten) **separiert** werden. Zur Endkontrolle werden elektrische Kontaktierungen mit spitzen Nadeln durchgeführt, um die Funktionalität (elektrische Verbindungen) zu überprüfen. Es wird befürchtet, dass die Trennvorgänge und das Kontaktieren Bauteilschäden verursachen können (Abb. 4).

Im Prozess wurden oftmals Ausbrüche an den Trennkanten als auch Rissbildung beobachtet.



**Abb. 4:** Das Separieren der Komponenten mit einer Trennscheibe kann zu Bauteilschädigungen führen. Beim Kontaktieren werden mit Spitzen Funktionskontrollen an den Bauteilen durchgeführt. Das kleine Bild zeigt durch das Trennen hervorgerufene Kantendefekte.

## 2 Aufgabenstellung und Zielsetzung

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Quantifizierung der entstehenden Schädigung beim elektrischen Prüfen und Vereinzeln von LTCC-Bauteilen. Durch diese Vorgänge kommt es unweigerlich zur Erzeugung von Defekten. Grundsätzlich wurde das Thema Schädigung in zwei Aufgabenteilbereiche gegliedert:

### **I. Materialschädigung durch Kontaktbelastung**

- Vorschädigung mit stumpfem Kontaktkörper – Kugelindenter
- Vorschädigung mit spitzem Kontaktkörper – Vickersdiamant

### **II. Bauteilschädigung von LTCC-Proben**

- Festigkeit von LTCC-Materialien nach verschiedenen Trennprozessen
- Ermittlung der Kantenfestigkeit

# 3 Materialcharakterisierung

Es wurden drei verschiedene LTCC-Materialien – MKE100, HS und S39 – untersucht, welche unterschiedliche Zusammensetzungen aufweisen. Bei MKE 100 (nachfolgend als MKE bezeichnet) handelt es sich um eine Pb-hältige LTCC-Masse, während HS und S39 Pb-freie LTCC-Materialien der Firma TDK sind.

In diesem Kapitel werden einige wesentliche mechanische Eigenschaften der Materialien, wie Härte, Zähigkeit und Festigkeit, beschrieben. Diese dienen zur Einordnung und Unterscheidung der Materialien.

Der Einfluss von Schädigung auf die Festigkeiten wird zu einem späteren Zeitpunkt (Kapitel 4 und 5) untersucht.

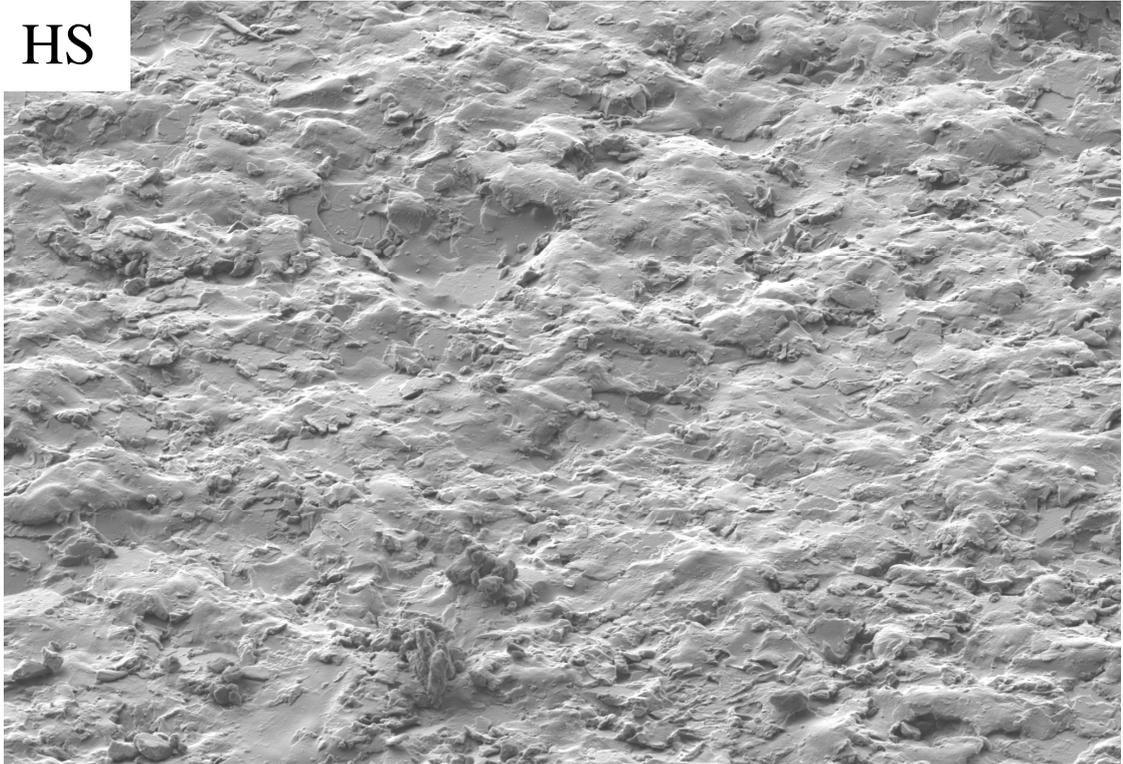
## 3.1 Gefügecharakterisierung

Die physikalischen und mechanischen Eigenschaften von LTCC's hängen bedeutend von den sich bildenden Phasen ab [Mak\_2013]. Es ist deswegen wichtig, das Gefüge der LTCC zu kennen. Hierzu wurde zunächst versucht, die Gefüge anhand von kristallographischen Schliften sichtbar zu machen. Allerdings zeigten sich Ausbrüche beim Polieren, die eine sinnvolle Gefügebetrachtung verhinderten. Deshalb wurde anhand von Focused Ion Beam-(FIB)-Schnitten versucht, die Gefüge der Materialien MKE, HS und S39 im REM sichtbar zu machen. In *Abb. 5* bis *Abb. 7* sind FIB-Schnitte dargestellt, die das Gefüge von MKE, HS und S39 LTCC-Materialien zeigen.

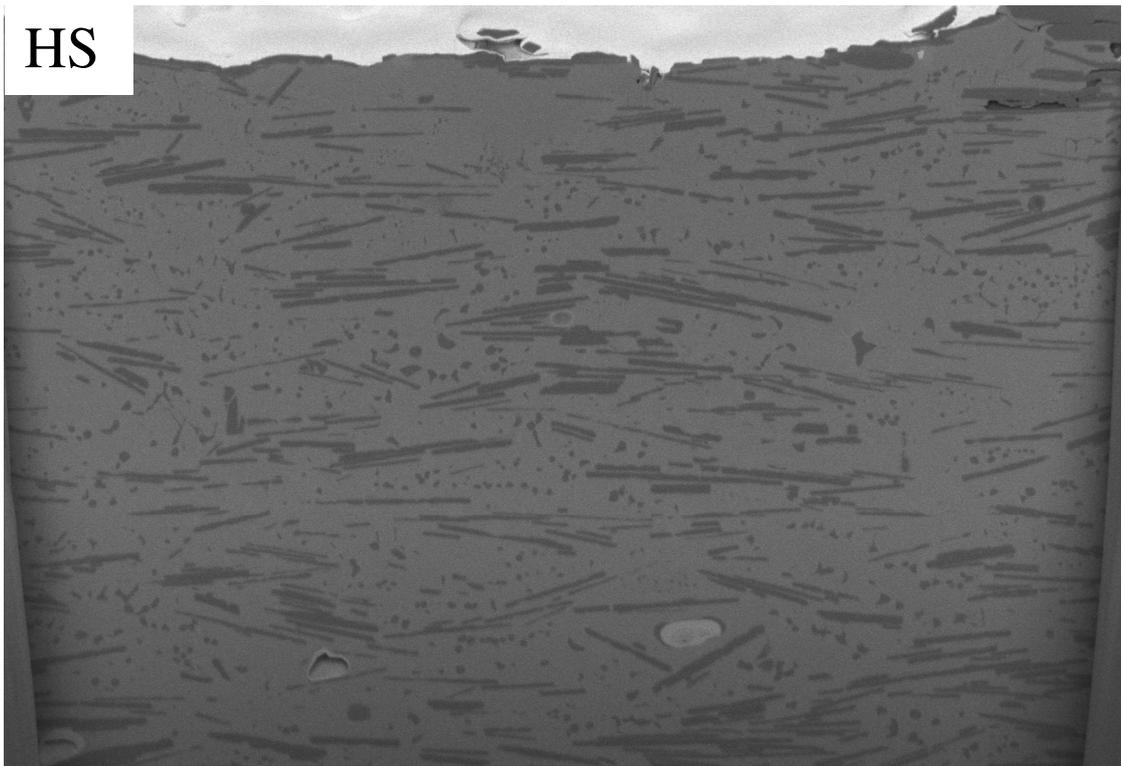
Bei MKE handelt es sich um ein LTCC Material mit ca. 40 vol %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (runde Partikel) eingebettet in eine Glas-Matrix, wobei der Großteil des Glases während des Sinterns rekristallisiert wurde. Das Gefüge von S39 ist dem von MKE ähnlich, allerdings liegt das Glas hauptsächlich in amorpher Form vor. HS hat einen ähnlich hohen Glasanteil wie der von S39, jedoch haben die  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Partikel eine längliche Form.

Alle Angaben zu den Gefügebestandteilen gehen auf institutseigene Unterlagen zurück.

HS

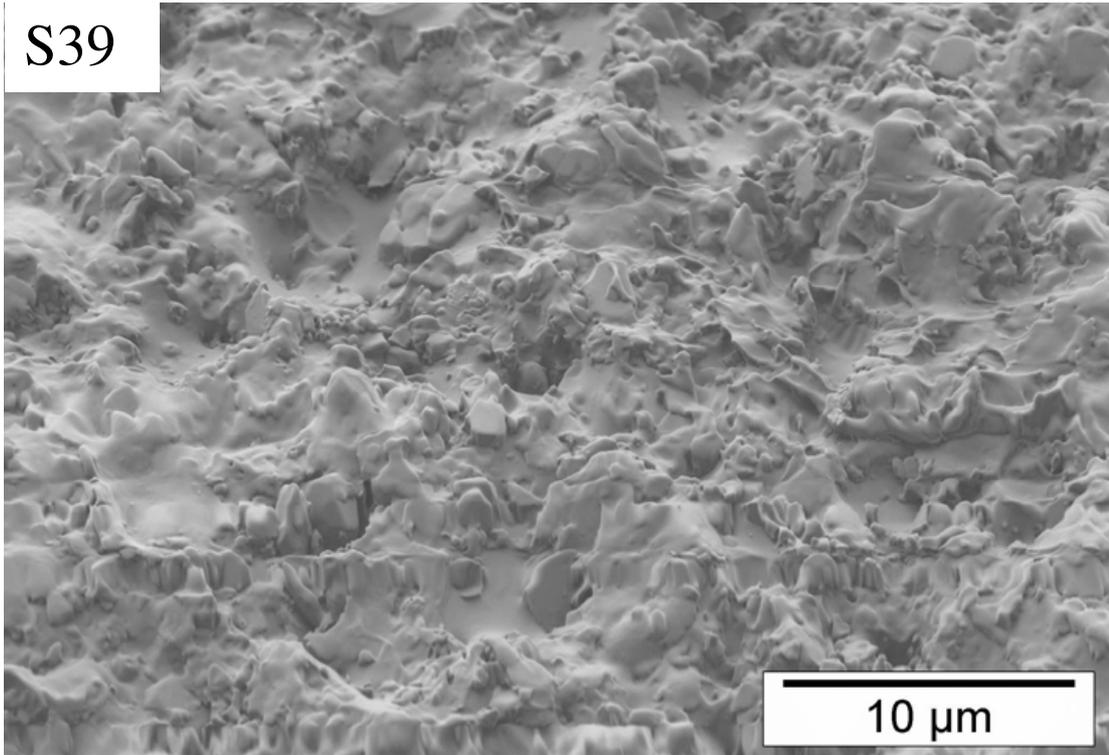


HS

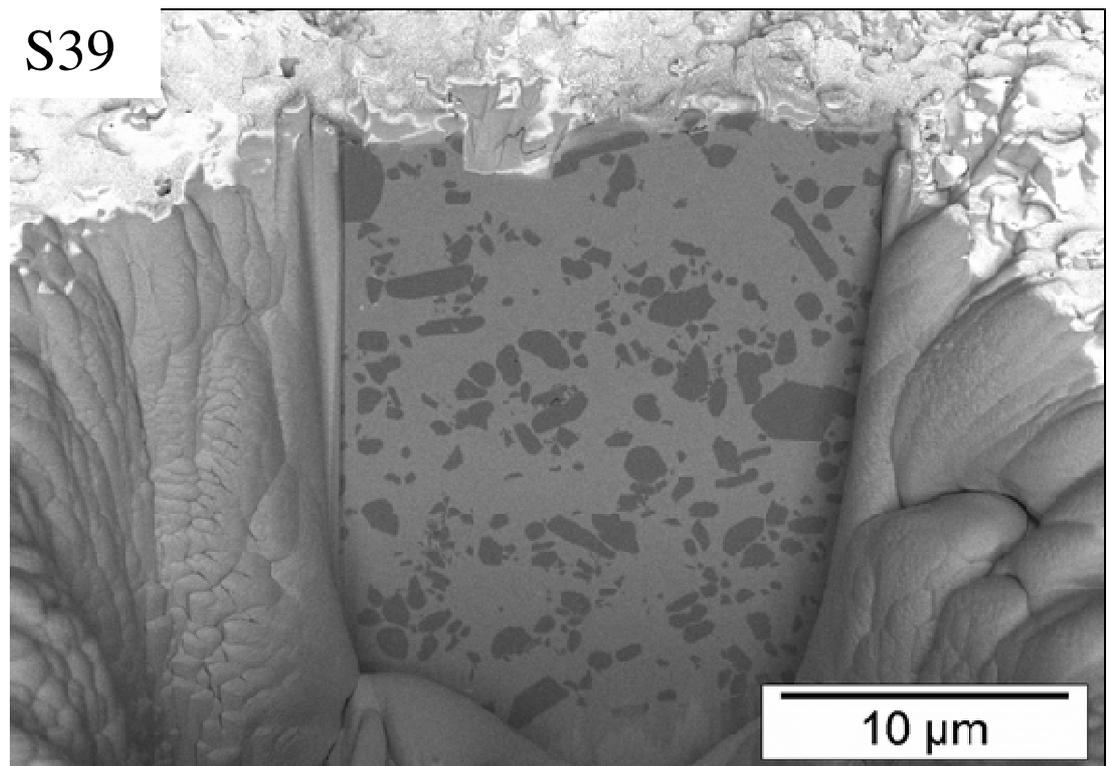


**Abb. 5:** Im oberen Bild ist die gesinterte Oberfläche vom LTCC-Material HS gezeigt. Unten ist der FIB-Schnitt dargestellt. Deutlich sind die länglichen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Partikel zu erkennen.

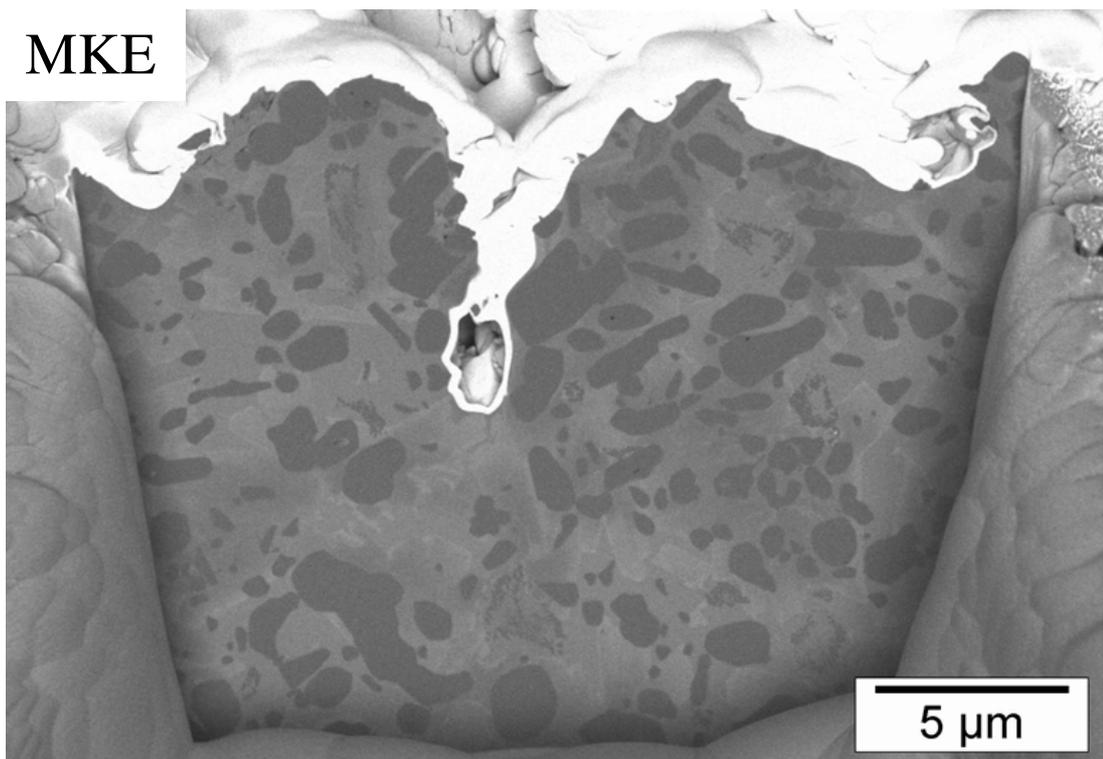
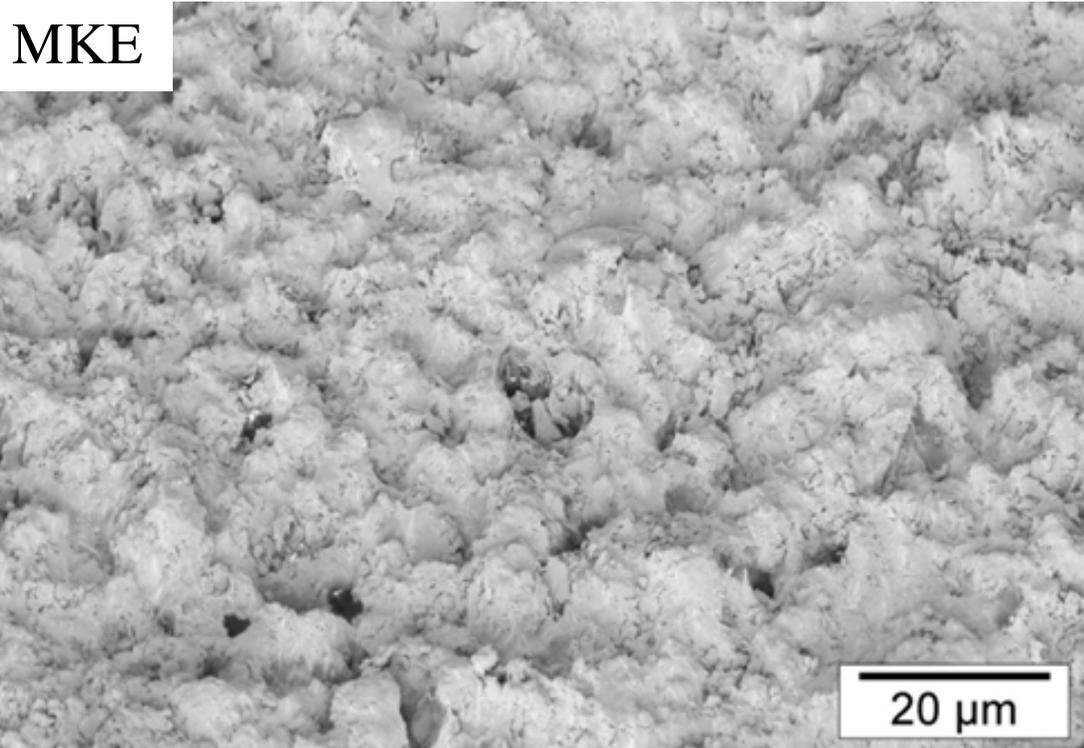
S39



S39



**Abb. 6:** Das obere kleine Bild zeigt die Oberflächentopographie des Materials S39. Unten der FIB-Schnitt durch das Material.



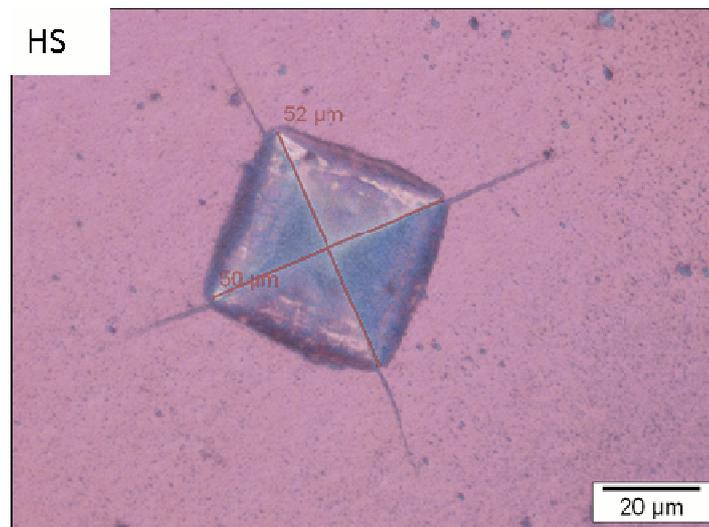
**Abb. 7:** Im oberen Bild ist die Oberfläche von MKE gezeigt. Unten ist das mittels eines FIB-Schnittes sichtbar gemachte Gefüge abgebildet.

## 3.2 Ermittlung wichtiger mechanischer Eigenschaften

### 3.2.1 Vickershärte $HV$

Die Härte ist eine technologische Kenngröße und beschreibt den Widerstand eines Materials gegen seine plastische Verformung bei einem Eindruckversuch. Die häufigste Methode, um die Härte von Keramiken zu ermitteln, ist die Härteprüfung nach Vickers (HV) mit einem spitzen, pyramidenförmigen Eindringkörper [EN\_843 - 4]. Bei den Untersuchungen wurde der Härteprüfer Zwick<sup>®</sup> 3212B mit einer Prüflast von 9,81 N (entspricht 1 kg Belastung) verwendet. Pro Material wurden jeweils zehn Härteeindrücke gemacht. *Abb. 8* zeigt einen Härteeindruck in eine polierte Oberfläche des Materials HS.

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (1.1)$$



**Abb. 8:** Vickers-Härteeindruck in das Material HS

Die Auswertung erfolgt dabei nach *Gleichung (1.1)* mit der beaufschlagten Last  $P$  und dem mittleren Diagonalenwert  $d$  (*Abb. 8*) eines quadratischen Härteeindruckes [Gon\_2002]. Die erhaltenen Vickershärten sind prinzipiell einheitenlos, können aber durch Division mit einem Umrechnungsfaktor (ca. 100) in GPa umgerechnet werden.

### 3.2.2 Bruchzähigkeit $K_{Ic}$

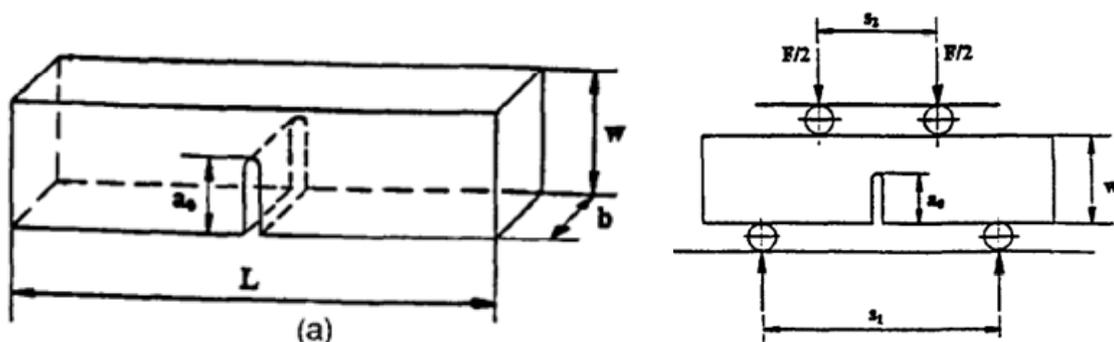
Die Bruchzähigkeit gibt den Widerstand eines Materials gegen Rissausbreitung an. In LTCC's sind die Bruchzähigkeiten bedingt durch den hohen Glasanteil als Matrixmaterial niedrig. Sie liegen typischerweise zwischen 1 und 2  $\text{MPa}\sqrt{m}$  [Mak\_2013]. Mit Hilfe der SEVNB-Methode [ISO 23146] wurden die Bruchzähigkeiten aller untersuchten Materialien ermittelt. Dabei werden in balkenförmigen Proben ( $45 \times 2 \times 1,5 \text{ mm}^3$ ) Kerben eingebracht. *Abb. 9* zeigt die Probenform. Üblicherweise beträgt die Kerbtiefe  $a_0$  ca. die Hälfte der Probenhöhe  $w$  (1,5 mm). Mittels Rasierklingen wird ein Riss mit der Startlänge  $a_0$  einpoliert. Wird der Balken mit der in *Abb. 9* gezeigten 4PB- [EN\_843 - 1] Konfiguration geprüft, so beginnt Risswachstum bei der gefertigten Kerbe an einem Defekt in der Nähe der Rissspitze. Die Kerbradien  $r$  betragen ca. 5  $\mu\text{m}$ .

Wird vorausgesetzt, dass das weitere Risswachstum bis zum Versagen im Vergleich zu  $a_0$  gering ist – es gilt:  $\delta a \ll a_0$  – kann die gesamte Risslänge beim Versagenszeitpunkt  $a_f$  mit  $a_0$  angenommen werden [Dam\_1996].

$$K_I = \frac{F}{b\sqrt{w}} \frac{S_1 - S_2}{w} \frac{3\sqrt{\alpha}\Gamma_M}{2(1-\alpha)^{3/2}} \quad (1.2)$$

$$\Gamma_M = 1,9887 - 1,326\alpha - \frac{(3,49 - 0,68\alpha + 1,35\alpha^2)\alpha(1-\alpha)}{(1+\alpha^2)}$$

Mit der abgebildeten *Gleichung (1.2)* wird die Bruchzähigkeit  $K_I$  berechnet.



**Abb. 9:** Links ist die Probengeometrie gezeigt; rechts die Prüfanordnung im Vierpunkt- Biegeversuch (4PB) [Dam\_1996].

### 3.2.3 Festigkeit $\sigma_f$

Die Bestimmung der Festigkeit  $\sigma_f$  der LTCC-Proben erfolgte mit dem Vierkugelversuch (B3B) [Dan\_2007] an plattenförmigen, nicht polierten Proben (11 x 9,7 x 0,5 mm<sup>3</sup>). Üblicherweise wird nach der Festigkeitsbestimmung die Auswertung nach Weibull vorgenommen, welche die Parameter der Weibull'schen Festigkeitsverteilung liefert. Daher wird zunächst auf die Grundlagen der Weibull-Theorie eingegangen:

Weibull, ein schwedischer Ingenieur und Mathematiker, war einer der ersten, dem es gelang, eine statistische Theorie des spröden Bruches aufzustellen. Diese Theorie stützt sich auf empirische Zusammenhänge.

Die wesentlichen Aussagen seiner Beobachtungen sind, dass sich mit zunehmendem

- Probenvolumen bzw.
- steigender Last

die Versagenswahrscheinlichkeit erhöht. Bei der Weibull-Theorie wird angenommen, dass das Bauteil versagt, wenn Versagen in einem Volumenelement auftritt („Weakest Link Hypothese“). Es ist wichtig zu verstehen, dass bei spröden Materialien – z. B. Keramiken – die Bruchausgänge hauptsächlich von Defekten ausgehen und somit diese auch die Festigkeit determinieren [Dan\_1996]. Bei einem größeren Prüfvolumen ist daher auch die Wahrscheinlichkeit, mehr kritische Defekte zu finden, viel größer und folglich die Versagenswahrscheinlichkeit höher.

Die Summenhäufigkeitsfunktion (engl.: Cumulative distribution function CDF) dieser Verteilung hat folgende Form:

$$F(\sigma, V) = 1 - \exp \left[ \frac{V}{V_0} \cdot \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (1.3)$$

*Gleichung (1.3)* gilt für den uniaxialen, homogenen Spannungszustand (z. B. Zugproben).  $F$  bezeichnet die Versagenswahrscheinlichkeit,  $V$  das Probenvolumen,  $V_0$  ist das charakteristische Volumen,  $\sigma$  die angelegte Spannung und  $\sigma_0$  die charakteristische Festigkeit des Materials. Insbesondere wird auf die Volumenabhängigkeit der Versagenswahrscheinlichkeit hingewiesen. Je größer das untersuchte Volumen, d. h. das Bauteil, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit, einen Fehler kritischer Größe zu finden.

Ein Maß für die Streuung ist der so genannte Weibull-Modul  $m$ . Dieses Streuverhalten kann besonders gut bei der Betrachtung der CDF visualisiert werden:

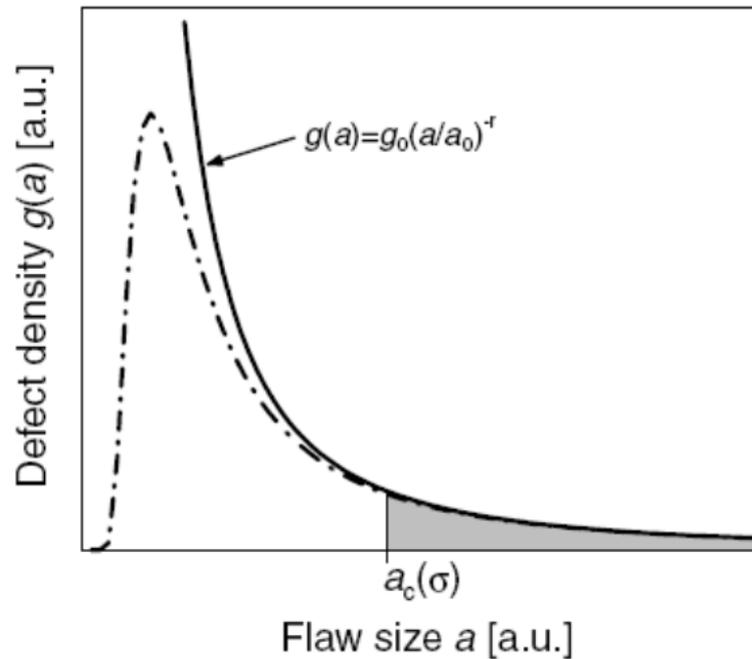
Danzer [Dan\_1996] beschreibt anschaulich, wie es zur Anwendung der Weibull-Theorie in keramischen Werkstoffen kam. Zudem werden auch wichtige Annahmen genannt, damit nach Weibull ausgewertet werden kann:

- i. Es darf keine Interaktion zwischen den vorhandenen Defekten stattfinden.
- ii. Das Material versagt, wenn der größte (kritischste) Defekt versagt („Weakest link Hypothese“).
- iii. Definition einer Defektdichte (Anzahl der Defekte pro Volumen).
- iv. Bei den Defekten handelt es sich um Volumendefekte (im Inneren der Probe), die homogen im Material verteilt sind.
- v. Es handelt sich dabei um rissartige Defekte, die normal zur angelegten Spannung orientiert sind, und durch eine *Risslänge*  $a$  charakterisiert werden können.
- vi. Definition einer Defektgrößen-Verteilungsfunktion  $g(a)$ .

Eine typische Verteilung ist in *Abb. 10* gezeigt.

*Gleichung (1.4)* [Jay\_1977] beschreibt die mittlere Anzahl der Defekte pro Volumen und im Intervall  $a$ ,  $a + \delta a$  (Einheit: # Defekte /  $m^4$ ).  $g_0$ ,  $a_0$  und  $r$  sind materialabhängige Größen.

$$g(a) = g_0 \left( \frac{a}{a_0} \right)^{-r} \quad (1.4)$$



**Abb. 10:** Eine typische Defektgrößenverteilungsfunktion  $g(a)$ . Als  $a_c$  wird die bei einer Spannung  $\sigma$  kritische Defektgröße bezeichnet [Jay\_1977].

- vii. Anwendung des Griffith-Kriteriums (linear elastische Rissbruchmechanik - LEBM) bei spröden Materialien, um den Zusammenhang Spannung  $\sigma$  und Defektgröße  $a$  zu erhalten:

$$K = \sigma Y \sqrt{\pi a} \geq K_{Ic} \quad (1.5)$$

$K$  beschreibt den Spannungsintensitätsfaktor,  $\sigma$  die angelegte Spannung,  $Y$  den Geometriefaktor und  $a$  die Rissgröße (z. B. Defektgröße) und  $K_{Ic}$  die Bruchzähigkeit. Die Gleichung (1.5) beschreibt diesen Zusammenhang.

- viii. Druckspannungen bewirken kein Versagen, d. h. lediglich die Zugspannungen führen zu Versagen [Dan\_1996].

Die Gleichung (1.5) zeigt besonders deutlich den Zusammenhang zwischen der Festigkeit  $\sigma_f$  und der Defektgröße  $a$ . Versagen erfolgt nach Griffith, wenn  $K$  größer als  $K_{Ic}$  wird. Die Bruchzähigkeit muss nicht notwendigerweise konstant sein, sie kann auch beim Risswachstum sukzessive steigen (R-Kurven-Verhalten). Der wichtige Zusammenhang zur Weibull-Theorie besteht nun darin, dass eine Festigkeit einer Defektgröße zugeordnet werden kann. D. h. ist in einem beliebigen spröden Material die Festigkeit hoch, sind die versagensauslösenden Defekte klein. Umgekehrt sind bei einem Material mit großen Defekten auch die Festigkeiten geringer. Ad conclusio hängt die Festigkeit von weibullverteilten Materialien - jene Materialien, die der Weibull-Verteilung genügen - von den im Material vorhandenen Defekten ab. Die Weibull-Auswertung erfolgte dabei nach der Norm [EN\_843 - 5].

Die Festigkeit von LTCC-Materialien wurde mithilfe des Vier-Kugel-Versuchs gemessen (siehe *Abb. 11*). Dazu wurden eine Universalprüfmaschine der Marke ZWICK® mit der Bezeichnung Z010 und eine 10 kN Kraftmessdose verwendet.

Alle Versuche wurden an Luft mit einer Prüfgeschwindigkeit von 0,1 mm/min durchgeführt. Zur Prüfung wurden 15 Proben pro Serie verwendet, um eine statistische Aussage treffen zu können. Zur Versuchsdurchführung wurde das Auflager 41 W – 8 (ISFK) verwendet.

Die Probe wird im Auflager positioniert, die drei Kugeln daraufgesetzt, und der Keil (besitzt zwei Höhenstufen) auf die niedrigste Stufe gesetzt. Der Bereich um die Probe wird mit destilliertem Wasser gefüllt. Die Probe kann nun in der Prüfmaschine mit der Vorkraft  $P_0$  belastet werden (ca. 5N, was etwa einige Prozente der zu erwartenden Bruchkraft entspricht). Bevor die eigentliche Prüfung beginnt, muss noch der Keil entfernt werden, was die Führungsschablone absenkt, damit die Kugeln frei beweglich sind und bei der Durchbiegung der Probe rollen können. Die genaue Probenpositionierung im Auflager ist in *Abb. 11* ersichtlich.

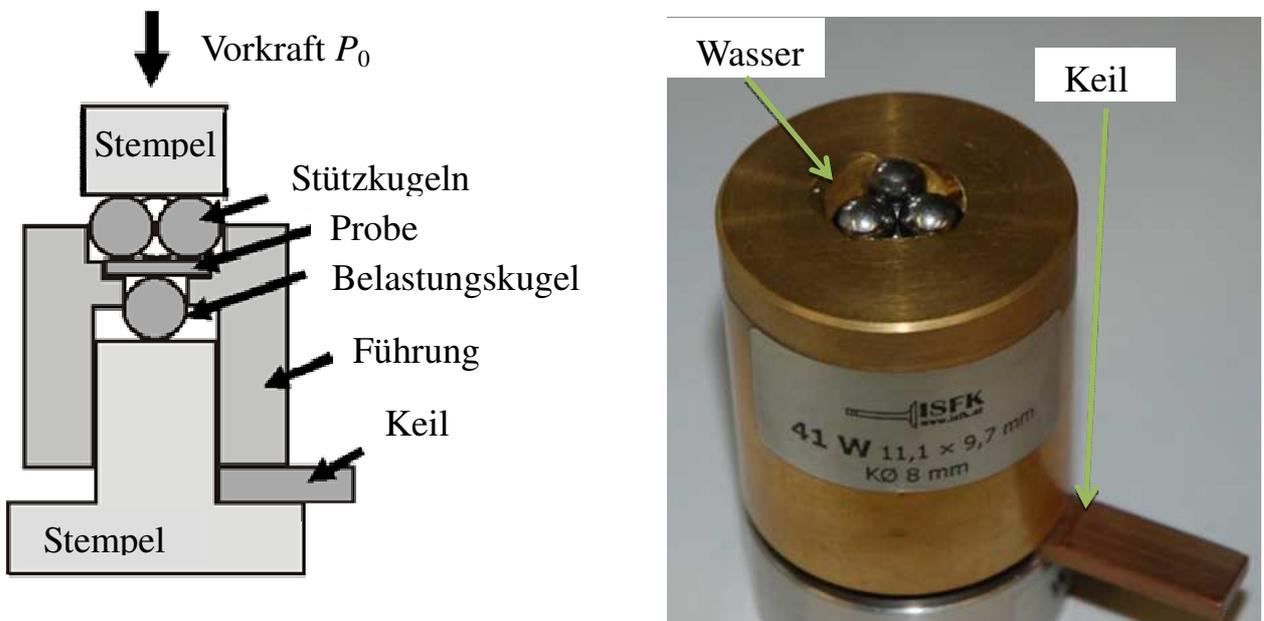
Im Vierkugelversuch wird in der Probe ein biaxiales Spannungsfeld aufgebaut. Die Maximalspannung  $\sigma_{\max}$  errechnet sich mit aus einem geometrieabhängigen Vorfaktor  $f$  aus FEM-Rechnungen [Ber\_2013], der Bruchkraft  $P$  und der Probendicke  $t$ :

$$\sigma_{\max} = f \frac{P}{t^2} \quad (1.6)$$

Die Maximalspannung nach *Gleichung (1.6)* wird in der Probe lokal in der Mitte der Deckfläche erreicht und garantiert damit auch nur eine örtliche Festigkeitsbestimmung von Bauteilen. In der wissenschaftlichen Publikation von Bermejo [Ber\_2013] sind die auftretenden Spannungsfelder dargestellt. Versagen ist prinzipiell auch in den anderen spannungsbeaufschlagten Bereichen möglich (farblich hervorgehoben), wenn auch mit deutlich reduzierter Wahrscheinlichkeit.

### 3.2.4 Ergebnisse und Diskussion

In oberen Teil von *Abb. 12* sind die Ergebnisse von plattenförmigen Proben aus dem



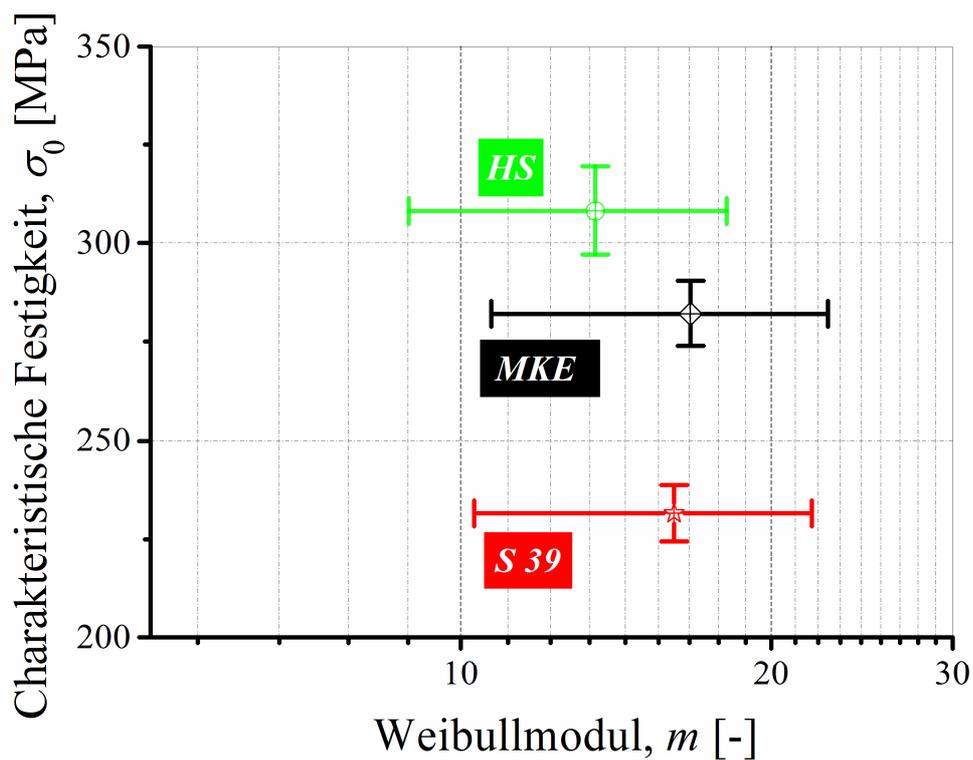
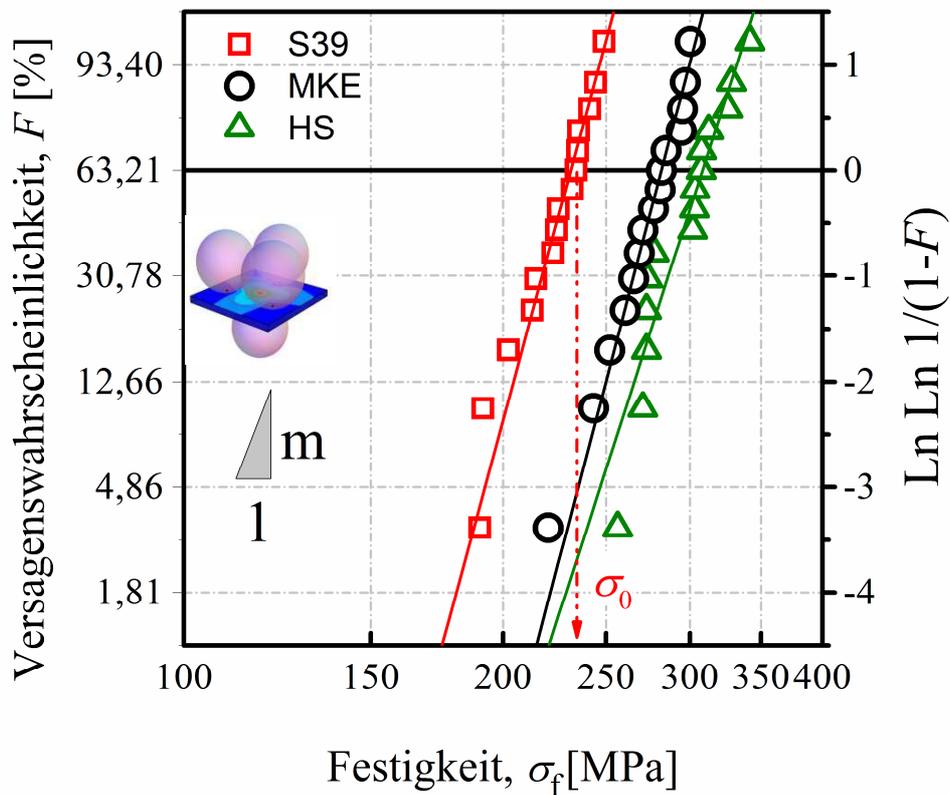
**Abb. 11:**

*Links:* Schematischer Aufbau der Prüfanordnung im Vierkugelversuch.

*Rechts:* Das verwendete Auflager mit eingefülltem destilliertem Wasser. Der Aufbau kann so wie gezeigt mit der Vorkraft  $P_0$  in der Prüfmaschine belastet werden.

Vierkugerversuch in einer Weibull-Auftragung dargestellt. Die Festigkeit bei 63 % der Versagenswahrscheinlichkeit heißt „charakteristische Festigkeit  $\sigma_0$ “. Von den drei LTCC's hat S39 mit ca. 240 MPa die geringste charakteristische Festigkeit. Jene von HS und MKE liegen deutlich höher. Es zeigt sich deutlich, dass alle Materialien auf der Weibull-Geraden liegen. Dadurch könnte angenommen werden, dass die untersuchten LTCC's auch mit der Weibull-Theorie beschrieben werden können.

In unteren Teil von *Abb. 12* ist in der doppeltlogarithmischen Auftragung die charakteristische Festigkeit gegen den Weibull-Modul aufgetragen. Ebenfalls eingezeichnet sind die 90 % Konfidenzintervalle (KI) der Messwerte.



**Abb. 12:** Oben: Versagenswahrscheinlichkeit vs. Bruchspannung von drei LTCC-Materialien (z. B. MKE, S39 und HS) in einem Weibull-Diagramm. Die geraden Linien zeigen den besten Fit der Datenpunkte nach „Maximum Likelihood“ [EN\_843 - 5].

Unten: Charakteristische Festigkeit vs. Weibull Modul für MKE-, S39- und HS-Materialien in einem „Log - Log Plot“. Ebenfalls eingetragen sind die 90 % Konfidenzintervalle der Messwerte. Die LTCC's unterscheiden sich klar in den Festigkeiten.

In *Tab. 1* sind die ermittelten Materialkennwerte abgebildet. Sie unterscheiden sich am stärksten in den Festigkeiten - es gibt aber Unterschiede in den Härtewerten. Die Bruchzähigkeiten der Materialien können als gleichwertig angesehen werden können. Die Ergebnisse der Materialkennwerteermittlung gehen allerdings auf institutseigene Untersuchungen zurück.

**Tab. 1:** Zusammenfassung und Gegenüberstellung der ermittelten mechanischen Kennwerte der LTCC-Materialien S39, HS und MKE. Die Materialien unterscheiden sich vor allem in den Festigkeiten.

	Härte	Bruchzähigkeit	Festigkeit	
	$HV1 /$ [GPa]	$K_{Ic} /$ [MPa * m <sup>0.5</sup> ]	$\sigma_0 /$ [MPa]	$m / [-]$
S39	7,4 ± 0,1	1,8 ± 0,1	279 [274 - 284]	28 [18 - 36]
HS	8,1 ± 0,1	1,8 ± 0,1	346 [338 - 355]	21 [13 - 27]
MKE	7,1 ± 0,1	1,8 ± 0,1	271 [266 - 276]	19 [14 - 23]

Wie bereits erwähnt, handelt es sich bei den angegebenen Eigenschaften um Materialkenndaten (z. B.: Materialfestigkeit).

So wurden die Festigkeiten an ungeschädigten Proben im B3B geprüft, sodass auch der Einfluss der Trennkanten vernachlässigbar ist. Durch die Bauteilherstellung werden oft weitere Defekte eingebracht, was die mechanischen Eigenschaften - besonders die Festigkeit - beeinflusst. Dieser Aspekt wird im Folgenden genauer untersucht.

In den anschließenden Kapiteln wird versucht, den Einfluss von Kontaktschädigung (Kapitel 4) und Trennens (Kapitel 5) auf die mechanischen Eigenschaften zu quantifizieren.

## 4 Materialschädigung durch Kontaktbelastung

In diesem Kapitel wird das Verhalten der LTCC-Materialien bei Kontaktschädigung untersucht. Die Proben wurden mit einem stumpfen Kontaktkörper belastet (Kugel), um das Verhalten bei Bauteilkontakt im Prozess (Aneinanderstoßen) zu simulieren. Weiters wurde mit einem spitzen Kontaktkörper (Vickersdiamant) das Verhalten bei der elektrischen Kontaktierung (durch nadelförmige Spitzen) nachgestellt. Es wurden bei der Vorschädigung ausschließlich plattenförmige Proben (11 x 9,7 x 1 mm<sup>3</sup>) verwendet, die auf der zu vorschädigenden Seite mit einer 3 µm Diamant-Suspension poliert wurden.

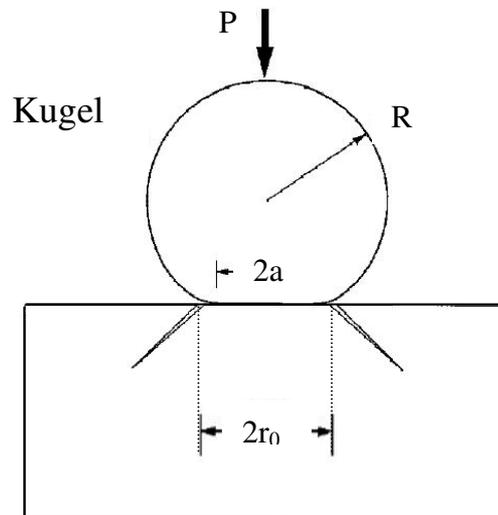
### 4.1 Vorschädigung mit stumpfem Kontaktkörper – Kugelindenter

Die zum Verständnis notwendige Hertz'sche Kontakttheorie [Her\_1896] wird im Folgenden kurz erläutert.

In spröden Materialien werden die Spannungsfelder beim Kugelkontakt durch die so genannte Hertz'sche Kontakttheorie beschrieben. Unterhalb des Kugelkontaktes sind die tangentialen Druckspannungen und die radialen Zugspannungen  $\sigma_{rr}$ :

$$\sigma_{rr} = \left(\frac{1-2\nu}{2}\right) \left(\frac{P}{\pi a^2}\right) \left(\frac{a}{r_0}\right)^2. \quad (1.7)$$

$\nu$  ist die Querkontraktionszahl des Probenmaterials,  $P$  die Kraft,  $a$  der Kontaktradius und  $r_0$  der Radius, bei welchem bei hinreichend großer Kraft ringförmige Risse entstehen. [Ses\_1984]. Mit *Gleichung (1.7)* können die maximal auftretenden Zugspannungen berechnet werden.



**Abb. 13:** Die Belastung mit einer Kugel führt bei spröden Materialien ab einer kritischen Last  $P_c$  zum Wachstum von „cone cracks“ [Law\_1998]. Die Risse entstehen etwas außerhalb der Kontaktfläche im Bereich der größten auftretenden Zugspannungen.

Ausgehend vom Hertz'schen Riss breitet sich der Riss in Richtung einer Spannungstrajektorie (*Abb. 14*) in Kegelform in die Tiefe aus (*Abb. 13*).

Der Kontaktradius  $a$  errechnet sich mit dem Kugelradius  $R$ :

$$a = \sqrt[3]{\frac{4kPR}{3E}} \quad , \quad (1.8)$$

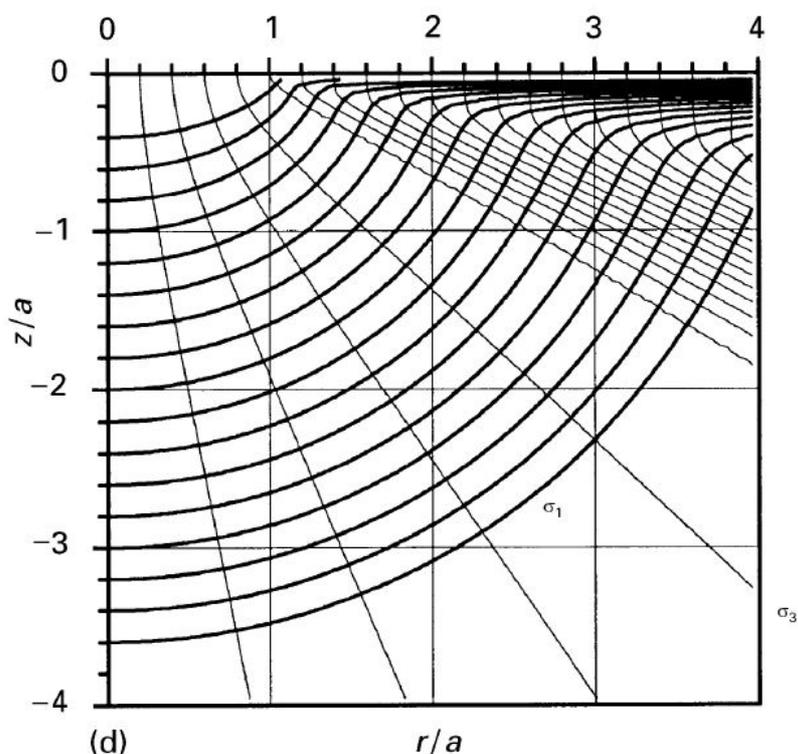
mit der Konstante  $k$ , die von den elastischen Eigenschaften der Materialien abhängt:

$$k = \frac{9}{16} [(1-\nu'^2) + (1-\nu^2)] \frac{E}{E'} \quad , \quad (1.9)$$

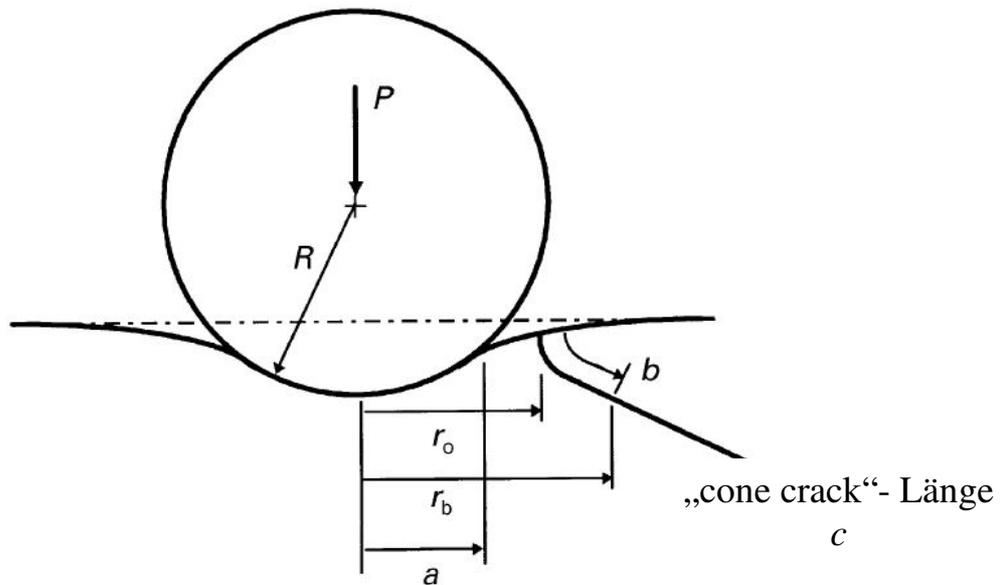
$\nu' / \nu$  und  $E' / E$  sind die Querkontraktionszahlen bzw. die E-Moduli des Kugel- bzw. Probenmaterials. Üblicherweise ist der Radius des Hertz'schen Ringes größer als der Kontaktradius  $a$ . Aus diesem Grund gilt *Gleichung (1.7)* auch nur für den Fall  $r_0 \geq a$ .

Allerdings gilt die Hertz'sche Kontakttheorie nur unter folgenden Annahmen [Her\_2004]:

- i. Beide Kontaktkörper sind homogen und isotrop, ihr Verhalten ist linear elastisch.
- ii. Die Kontaktkörper berühren sich über eine kreisförmig berandete Kontaktfläche.
- iii. Es können nur Kräfte innerhalb der Kontaktfläche wirksam werden. Alle Kraftkomponenten wirken parallel zur einwirkenden Kraft.
- iv. Das ganze System ist reibungslos, d. h. es treten keinerlei Reibungskräfte zwischen Indenter und Probenoberfläche auf.



**Abb. 14:** Ausbreitung der „cone cracks“ entlang der Spannungstrajektorien. Diese Trajektorien sind Kurven, deren Tangenten die Richtung einer der Hauptnormalspannungen angeben [Fis\_1997].



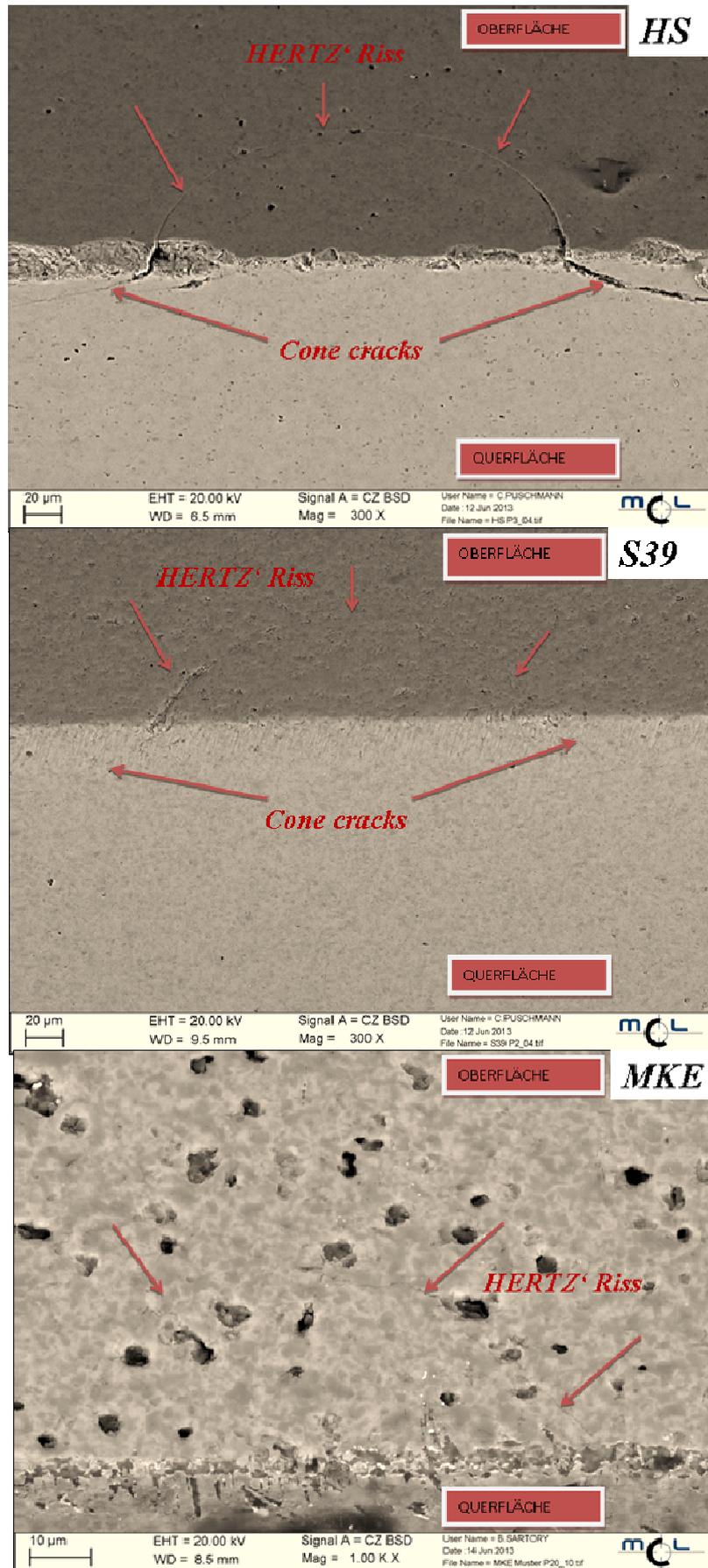
**Abb. 15:** Risswachstum in Form von „cone cracks“. Mit  $a$  ist der Kontaktradius gemeint. Der Hertz'sche Riss entsteht bei  $r_0$  und verläuft ein Stück gerade in die Tiefe, bevor er unter einem definierten Winkel als „cone crack“ weiterverläuft [Fis\_1997].

#### 4.1.1 Hertz'sche Risse in geschädigten LTCC Proben

Um das unterschiedliche Materialverhalten zu verstehen, ist es interessant herauszufinden, wie sich die „cone cracks“ im Material ausbreiten. Es wird vermutet, dass die  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Partikel, die in die Glasphase eingebettet sind, starken Einfluss auf den Rissverlauf ausüben und deshalb die Zähigkeit des Materials beeinflussen. Zu diesem Zwecke wurden Querschliffe angefertigt.

Zur Sichtbarmachung der „cone cracks“ wurden Proben mit einer Stahlkugel (Durchmesser 0,5 mm) und einer maximalen Kraft von 200 N vorgeschädigt und bis zur Mitte der Hertz'schen Risse poliert. Durch solche Querschliffe wird somit die Betrachtung der Hertz'schen Risse auf der Oberfläche als auch der „cone cracks“ auf der polierten Querfläche möglich. Ebenfalls ist der Einfluss der Partikel auf den Rissverlauf interessant und könnte mit dieser Methode eingesehen werden. Die *Abb. 16* zeigt für alle Materialien die entsprechenden Aufnahmen aus dem REM.

Die Aufnahmen zeigen zwar deutlich die „cone cracks“ und die Hertz'schen Risse auf der Probenoberfläche, allerdings konnte der erwartete Einfluss der Partikel auf den Rissverlauf nicht beobachtet werden.



**Abb. 16:** Sichtbarmachung der „cone cracks“ durch das Querschleifen in den drei Materialien. Nur bei MKE war es nicht möglich, die „cone cracks“ zu finden.

Um den Verlauf der „cone cracks“ im Gefüge sichtbar zu machen, wurde je Material eine Probe mit 600 N maximaler Kraft und einer Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Kugel (Durchmesser 3 mm) vorgeschädigt. Mit der FIB Technik kann im REM lokal das Gefüge untersucht werden.

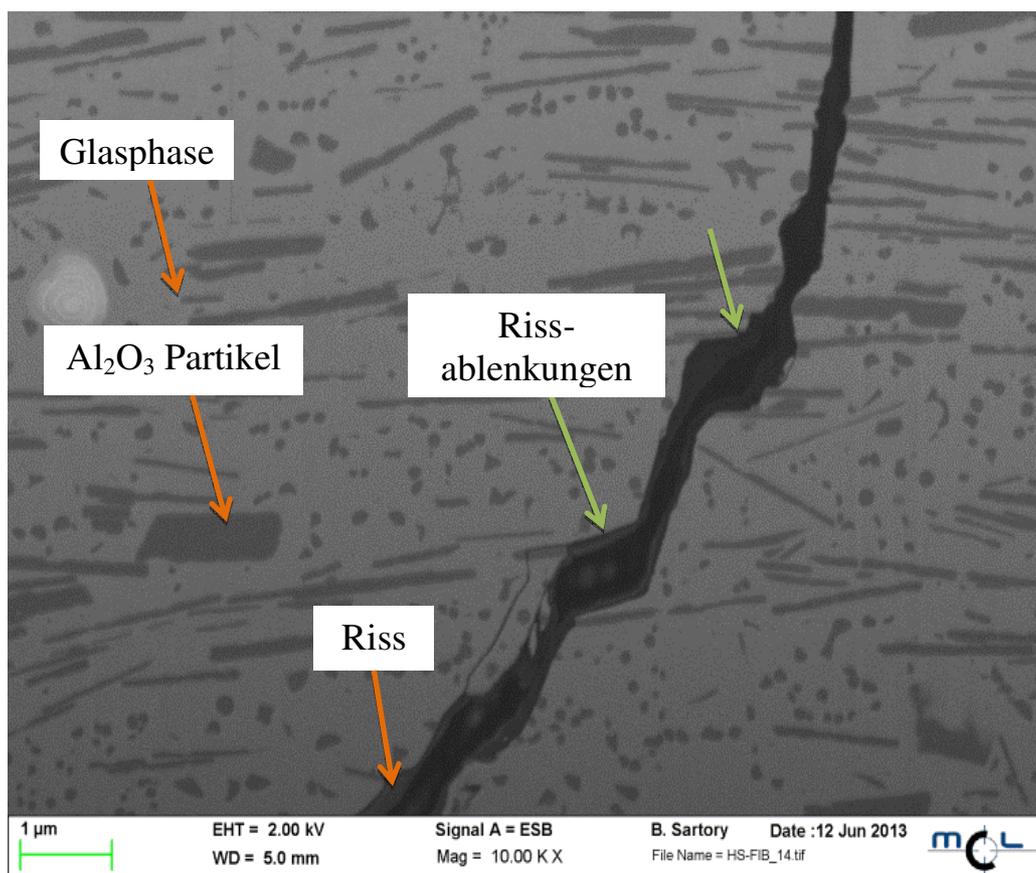
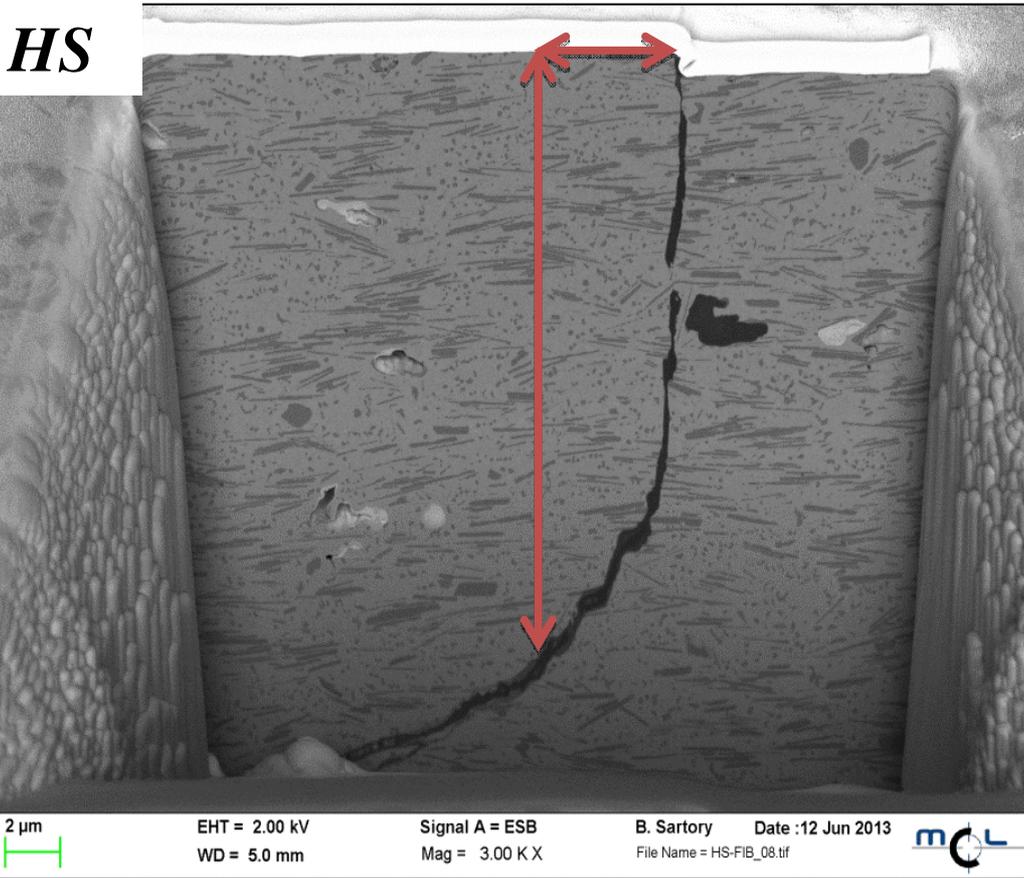
#### 4.1.2 Zerstörungsfreie Untersuchung der geschädigten LTCC Proben mit FIB

Die FIB Methode wurde gewählt, um aus dem Bereich der Schädigung gezielt Material herauszuarbeiten und um die „cone cracks“ sichtbar zu machen. Beim FIB wird mit einem Ionenstrahl Material sehr lokal abgetragen, was somit Einblicke in feine Strukturen– wie jene der „cone cracks“ beim Material - MKE erlaubt. MKE zeigt als einziges aller drei Materialien kaum Hertz'sche Rissbildung bzw. ist diese nur sehr schwer zu erkennen. Selbst mit dem Querschliff im REM sind keinerlei „cone cracks“ sichtbar.

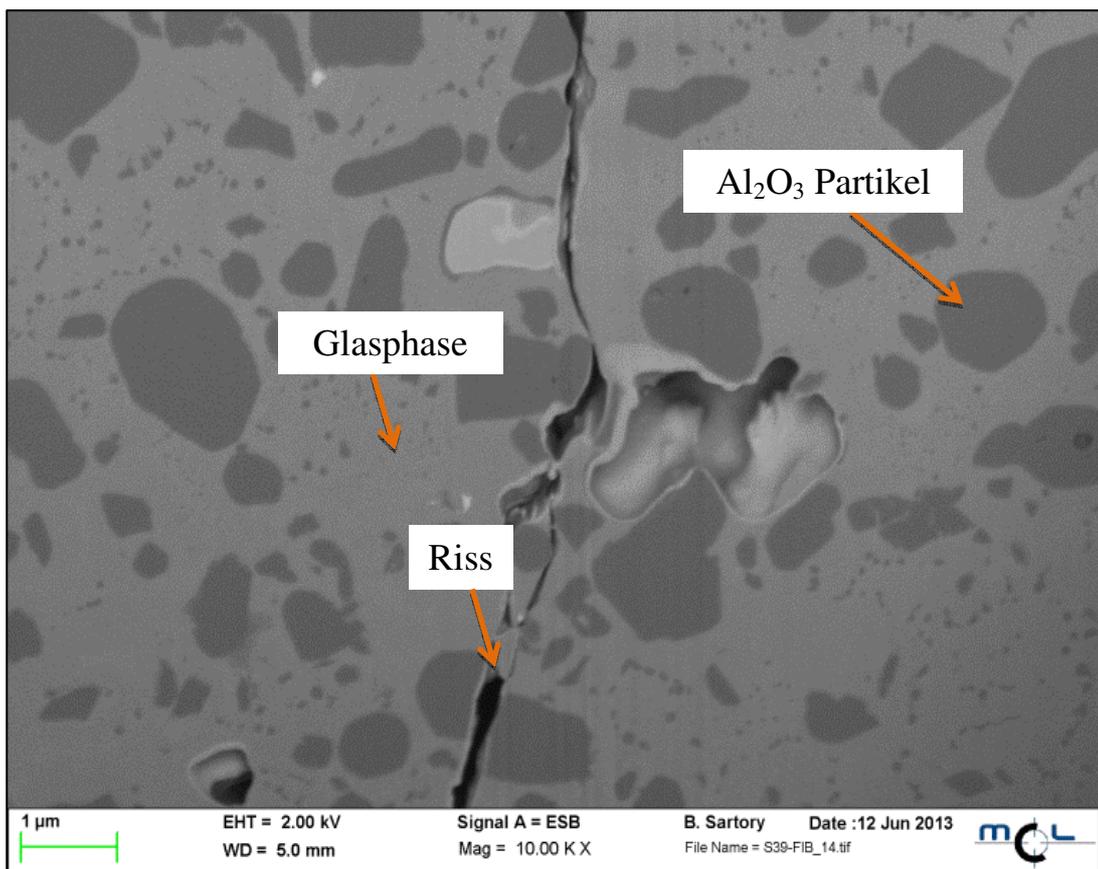
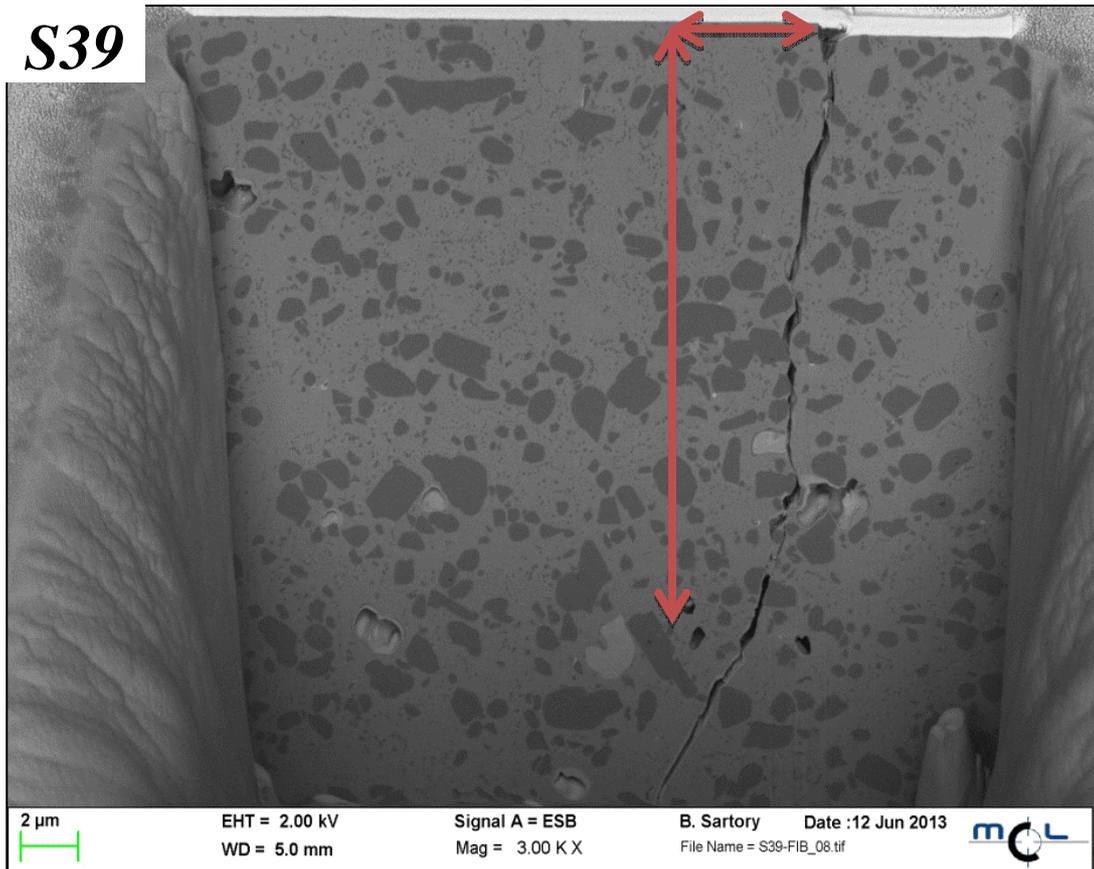
Die Ergebnisse machen den Einfluss der Partikel auf den Rissverlauf deutlich. Es stellte sich heraus, dass bei HS die länglichen Plättchen den Riss ablenken können (*Abb. 17*). In der Detailaufnahme erkennt man einige solche Stellen, an denen der Riss entlang der Plättchen verläuft (angedeutet mit einem grünen Pfeil).

Die rundlichen Partikel des Materials S39 (*Abb. 18*) haben hingegen kaum Einfluss auf den Rissverlauf. Im Material MKE (*Abb. 19*) wird der Rissverlauf ebenfalls stark durch die Partikel beeinflusst. Zum Vergleich der LTCC-Materialien untereinander wurden rote Pfeile in die jeweils großen Übersichtsbilder gelegt. Sie zeigen anschaulich, dass bei HS und MKE die Rissverläufe relativ rasch von der Belastungsrichtung im Material abweichen und nicht lange gerade verlaufen. Bei S39 verläuft der Riss praktisch im gesamten Bild in Richtung der Belastungsrichtung bei der Vorschädigung.

Bekannterweise gibt es bei den keramischen Materialien den zähigkeitssteigernden Mechanismus der Rissablenkung. Rein von der Beobachtung des Rissverlaufes könnte die qualitativ höhere Zähigkeit von HS durch das oftmalige Ablenken erklärt werden. Nach diesem Kriterium sind die Materialien in der Reihenfolge  $K_{Ic} (HS) > K_{Ic} (MKE) > K_{Ic} (S39)$  zu reihen.

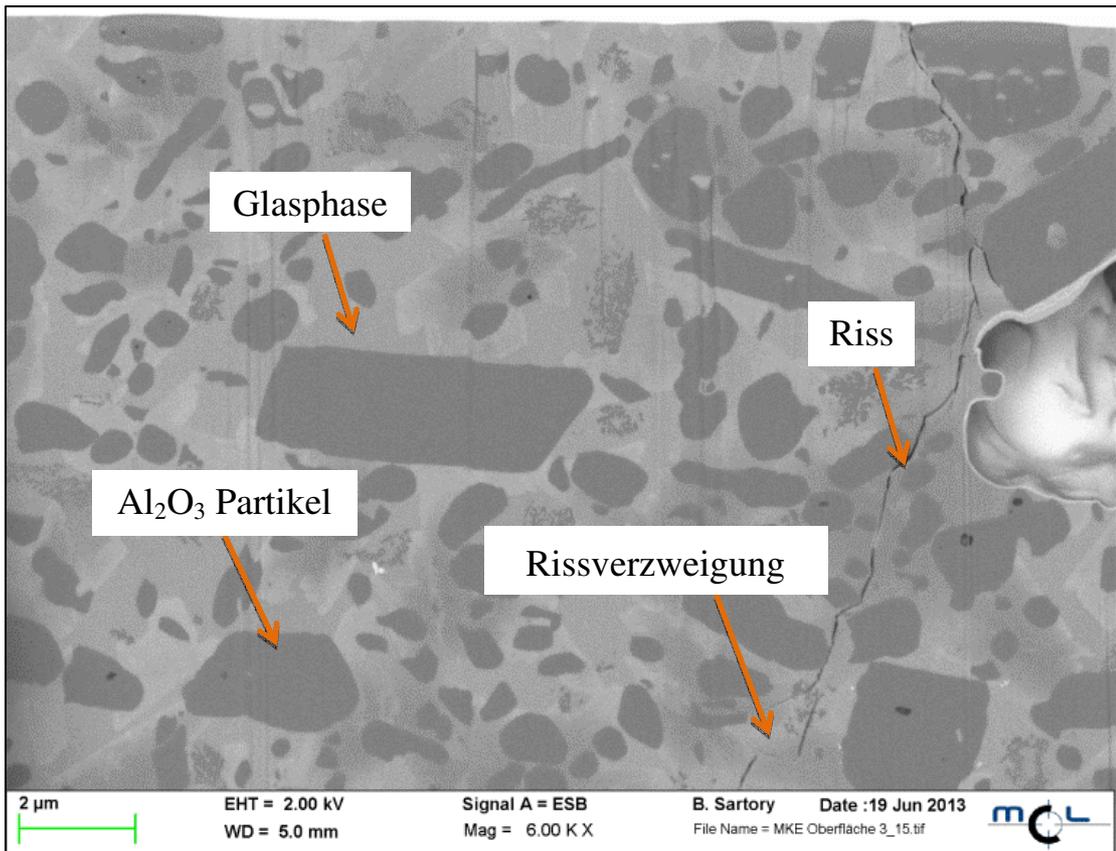
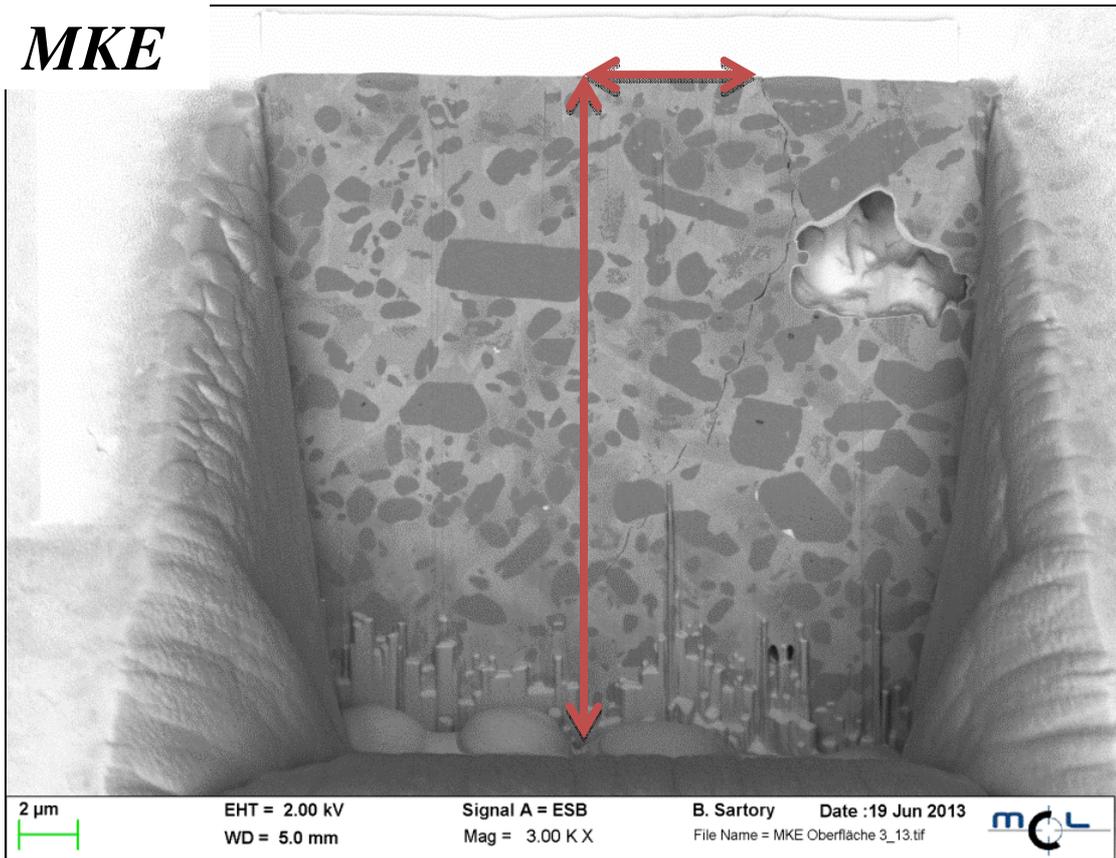


**Abb. 17:** Der FIB-Schnitt ermöglichte das Sichtbarmachen des Rissverlaufes im Gefüge. Manchmal konnte das Ablenken des Risses durch längliche Partikel beobachtet werden (grüne Pfeile).



**Abb. 18:** Der FIB-Schnitt zeigt, dass der Einfluss der rundlichen Partikel auf die Ausbreitung der „cone cracks“ gering ist. In einigen Fällen „spaltet“ der sich ausbreitende Riss sogar die Partikel.

**MKE**



**Abb. 19:** Bei MKE verzweigt sich der Riss manchmal in der Matrixphase.

### 4.1.3 Quantifizierung der Schädigung durch Eindrücke

Die Materialien wurden mit verschiedenen Kugeln (Durchmesser 7; 5; 3; 1; 0,5 mm – Stahl,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) und Kräften mit der Zug/Druck-Prüfmaschine der Firma Messphysik MIDI<sup>®</sup> (Bezeichnung 10-5/6x11) vorgeschädigt. Dabei wurde folgendermaßen vorgegangen:

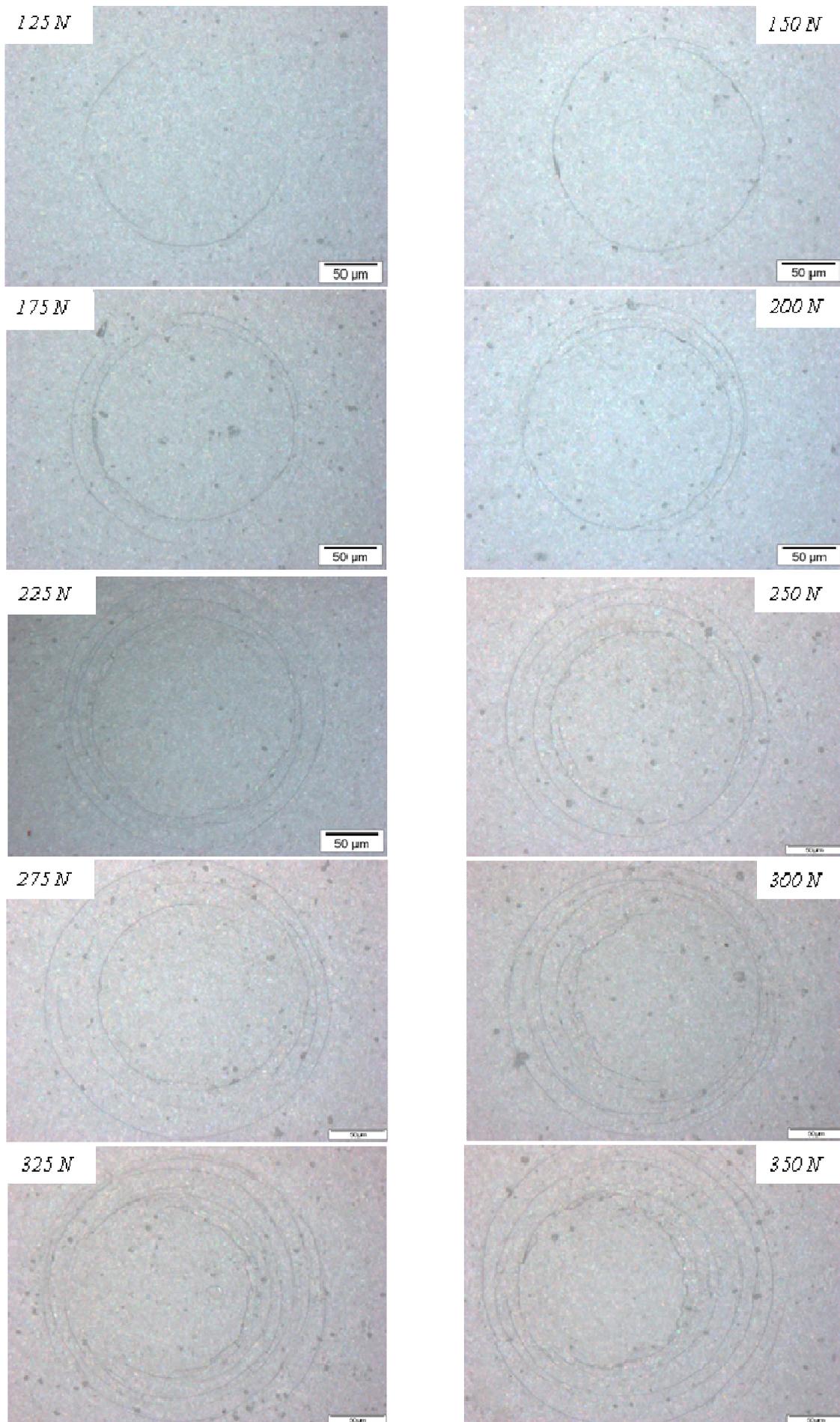
In der Prüfmaschine MIDI<sup>®</sup> wurde mittels einer Vorrichtung (Prisma) die Kugel exakt in der Mitte der Probe positioniert. Der verwendete Programmablauf wird im Kapitel 8 gezeigt. Der bei der Kontaktbelastung entstehende Hertz'sche Ring wurde mit einem Lichtmikroskop ausgemessen und sein Radius  $r_0$  bestimmt (siehe 4.1). Die Zerstörung der vorgeschädigten Proben wurde per Vierkugelversuch (B3B) (siehe 3.2.3) mit der Universalprüfmaschine der Marke ZWICK<sup>®</sup> Z010 durchgeführt. Die Versuche wurden in Wasser bei einer Prüfgeschwindigkeit von 0,1 mm/min und einer 10 kN Kraftmessdose (KMD) gemacht. Mit den erhaltenen Bruchkräften können mit der Gleichung (1.6) die Bruchspannungen ermittelt werden.

#### Vorschädigung von HS

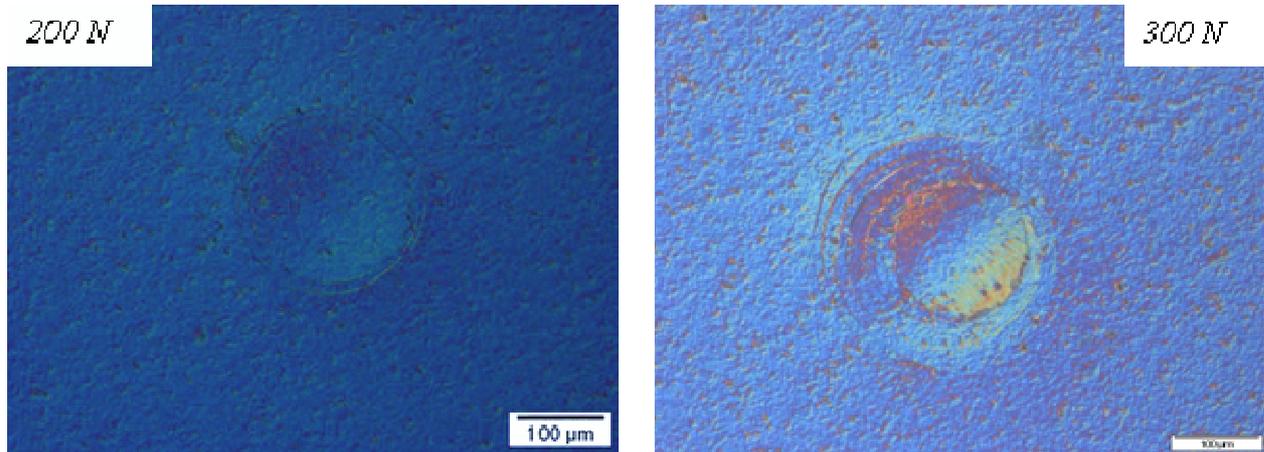
Plattenförmige Proben aus dem Material HS wurden mit einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Kugel (Durchmesser 1 mm) vorgeschädigt. Die maximale Kraft wurde in kleinen Schritten sukzessive gesteigert. Ab einer bestimmten Last wird plastische Verformung möglich.

Allgemein gelten Keramiken als spröde und kaum bzw. nur sehr lokal plastisch verformbar. Liegen die lokalen Kontaktspannungen allerdings über der Fließgrenze  $\sigma_y$  des Materials, kann plastische Verformung (Versetzungsbewegung) auftreten. Es konnte beobachtet werden, dass bei den größeren Kugeldurchmessern keine plastische Verformung auftritt. Bei sehr geringen Kontaktradien (kleine Kugeln) sind die Spannungen lokal sehr hoch – plastische Verformung erfolgt. Die aufgebrachte Verformungsenergie wird einerseits benötigt, um die plastische Zone (*engl.* „imprint“) als auch die Hertz'schen Ringe zu erzeugen. Als „imprint“ wird die durch den Kugelkontakt entstehende plastische Verformungszone bezeichnet.

Bei sukzessiver Lasterhöhung zeigt sich, dass mehr Hertz'sche Ringe auftreten bzw. sie auch bei größeren Radien entstehen (*Abb. 20*). In *Abb. 21* ist die besprochene plastische Verformung gezeigt.



**Abb. 20:** Bei Erhöhung der Last steigt die Anzahl der Hertz'schen Ringe.



**Abb. 21:** Ab einer gewissen Grenzlast wurde plastische Verformung des Materials beobachtet. Die Hertz'schen Ringe liegen nun neben der plastischen Zone vor. Das bedeutet, dass ein spröder Schädigungszustand (Hertz) neben einem duktilen Zustand (plastische Zone) vorliegt. Aus diesem Grund nennt man ein solches Material auch **quasiplastisch**. Für weitere Literatur zur Quasiplastizität sei auf die angegebene Publikation verwiesen [Rhe\_2001].

*Abb. 21* zeigt die plastische Zone, umgeben von Hertz'schen Ringen. Bereits ab 200 N zeigt sich nennenswerte plastische Verformung. Allerdings ist aus den Versuchen bekannt, dass bei 80 N und Kugeln mit dem Durchmesser 0,5 mm noch keine Hertz'schen Ringe auftraten. Dies entspricht gemäß der Hertz'schen Theorie einer maximalen Zugspannung von ca. 185 MPa. Dies bedeutet, dass das Material zumindest makroskopisch nicht geschädigt wurde und daher auch die Festigkeit einer unbeschädigten Probe haben sollte.

In folgender Versuchsserie wurden Proben mit verschiedenen Kugeldurchmessern (3, 1 und 0,5 mm) und unterschiedlich hohen Kräften vorgeschädigt. Zur besseren Kennzeichnung wurden die aufgetragenen Festigkeitswerte farblich den dahinterstehenden Kugelgrößen zugeordnet. Standardmäßig wurden die Messungen mit der 3 mm Kugel durchgeführt.

Die Festigkeiten (Bruchspannungen) in *Abb. 22* zeigen voneinander abzugrenzende Abschnitte und wurden deshalb in zwei Bereiche unterteilt:

## **Bereich I – Keine feststellbare Schädigung von HS**

In diesen Bereich fallen auch jene Proben, die nicht vorgeschädigt wurden und Festigkeiten um 400 MPa aufweisen. Schädigt man Proben vor, so hat dies zunächst offenbar wenige Auswirkungen auf die Festigkeit. Bis zumindest 50 MPa Hertz'scher Spannung gibt es keine Festigkeitsabfälle. Diese Beobachtung deckt sich ebenfalls mit der Hertz'schen Theorie, nach der eine kritische Kraft zur Rissbildung notwendig ist.

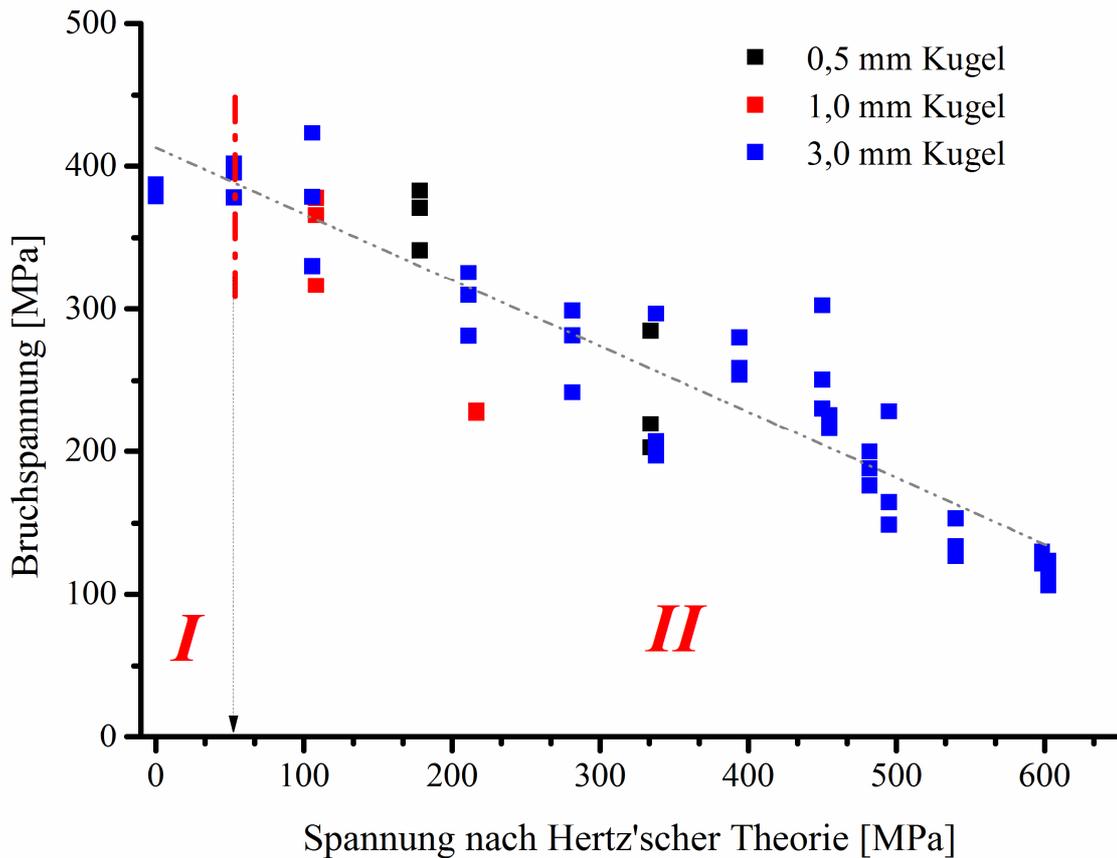
## **Bereich II – Festigkeitsabfall**

Während es im ersten Bereich zu keinem Festigkeitsverlust durch Vorschädigung kam, kann nun ein deutlicher Abfall festgestellt werden. Die strichlierte Gerade in *Abb. 22* soll den besten linearen Fit durch die Datenpunkte repräsentieren.

Das relativ ausgeprägte Streuen der Festigkeitswerte kann aufgrund mehrerer Umstände zusammenkommen:

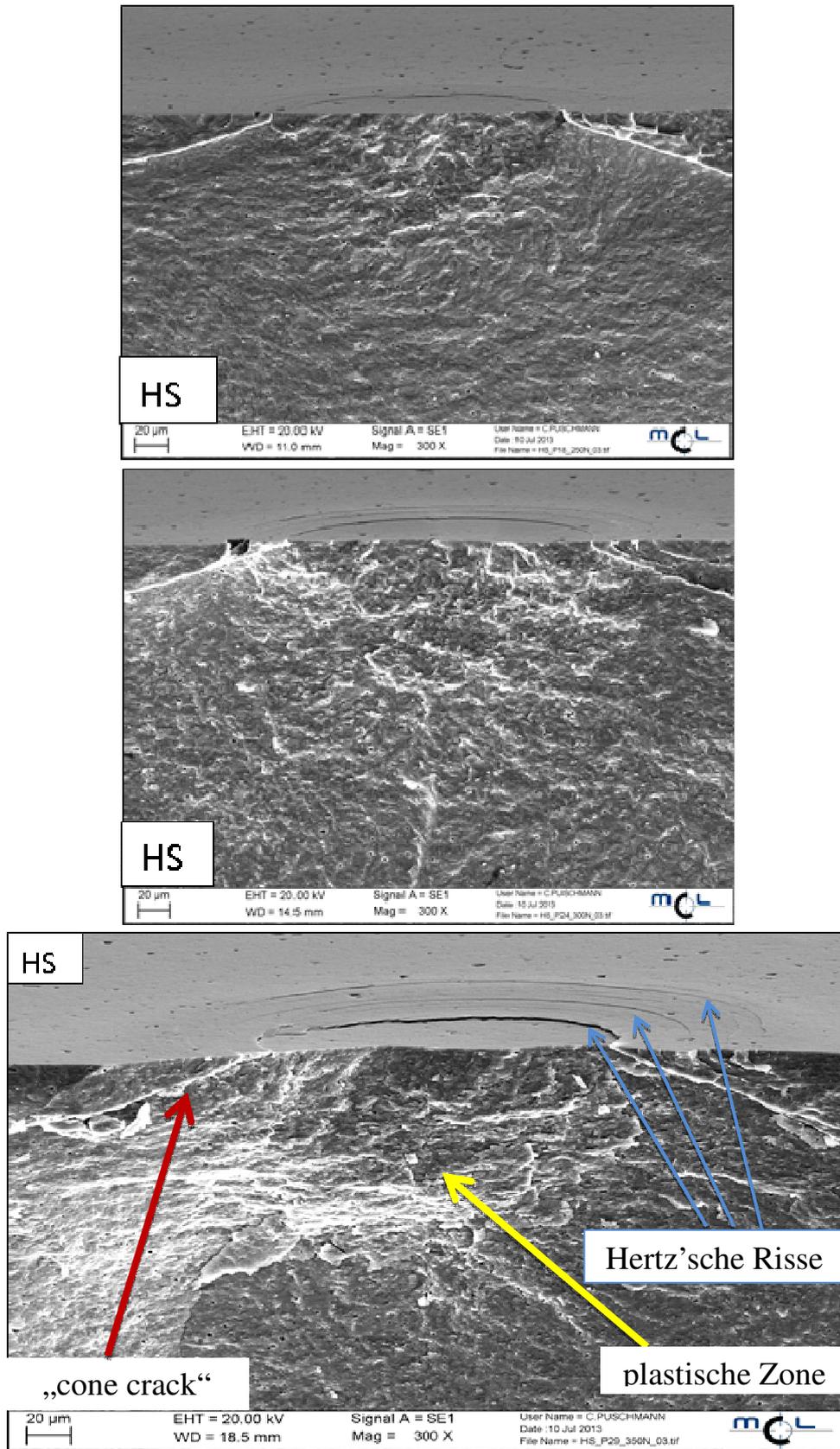
- Ungenaueres Ausmessen der Hertz'schen Ringe
- Nicht geeignete Methode (B3B) zum Bestimmen des Festigkeitsabfalles

An dieser Stelle soll kurz die Eignung des Vierkugelversuches zur Festigkeitsbestimmung der vorgeschädigten Proben diskutiert werden. An sich eignet sich dieser Test hervorragend zur Festigkeitsbestimmung von plattenförmigen Proben. Allerdings ist das Spannungsfeld dieses Tests unter Umständen eher ungeeignet, um das gleichmäßige Prüfen aller vorgeschädigten Proben zu ermöglichen. Falls nämlich die Schädigung nicht immer an der exakt gleichen Stelle der Probe erfolgt, kann unweigerlich mit Abweichungen in der Festigkeit gerechnet werden.



**Abb. 22:** Abfall der Festigkeit (Bruchspannung) von HS bei zunehmender Schädigung, die durch die Hertz'sche Zugspannung charakterisiert werden kann. Die strichlierte Linie kennzeichnet den besten linearen Fit durch die Messpunkte. Das Diagramm kann in die zwei Bereiche I und II unterteilt werden. Im Bereich I erfolgt noch keine merkliche Schädigung; erst bei stärkerer Vorschädigung (Bereich II) ist der Festigkeitsverlust deutlich.

Es wurden zusätzlich einige ausgewählte Proben vom Material HS mit einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Kugel (Durchmesser 1 mm) bei verschiedenen Kräften vorgeschädigt und im Vierkugelversuch geprüft. Die Bruchflächen wurden im REM betrachtet.

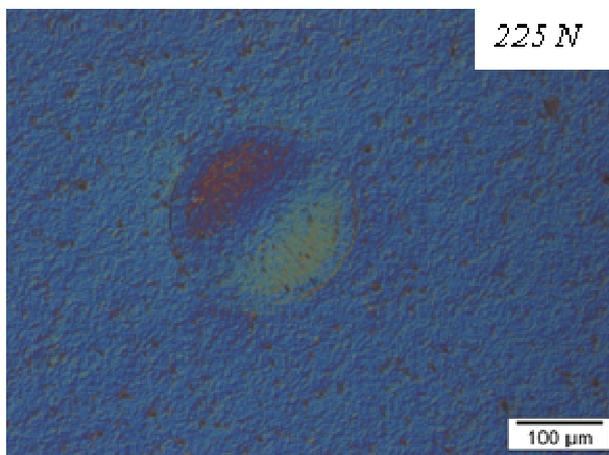
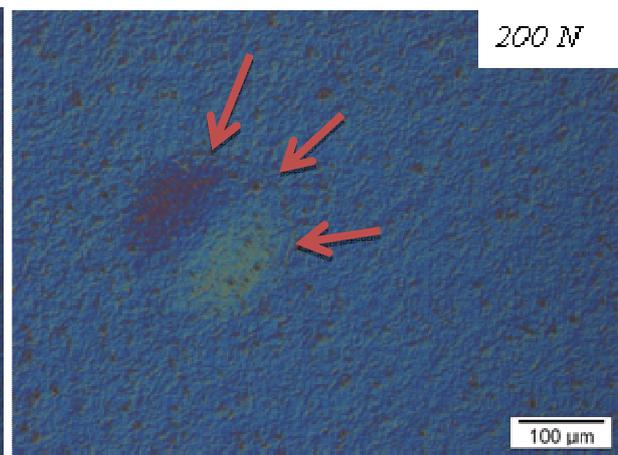
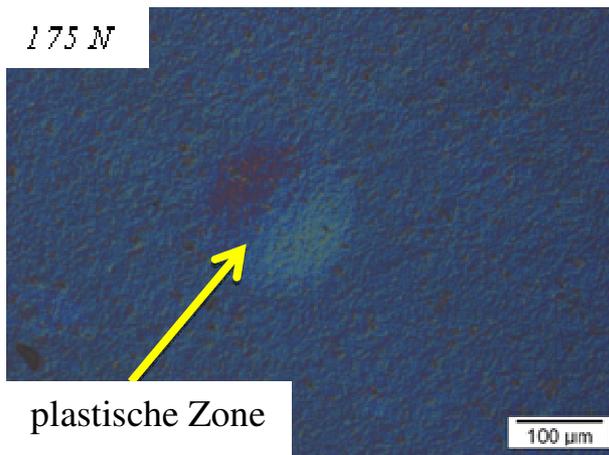
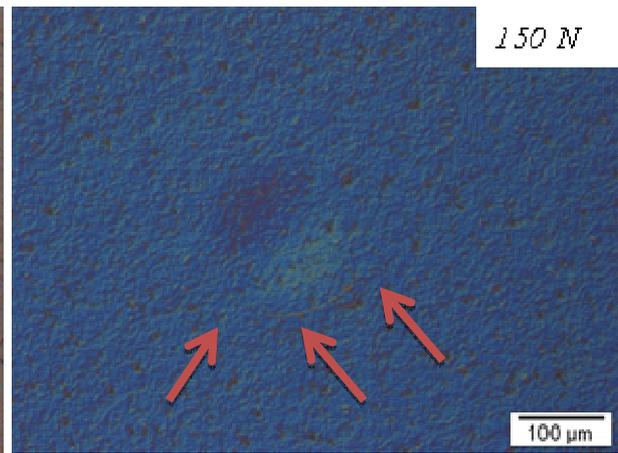
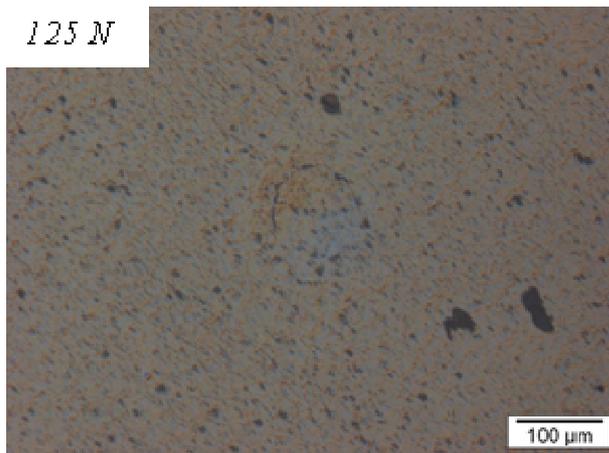


**Abb. 23:** Oben: Schädigung bei 250 N mit einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Kugel  $\varnothing$  1 mm; Mitte: Die Kraft wurde auf 300 N erhöht. Unten: Erhöhung der Kraft auf 350 N. Deutlich ist die plastische Verformung (gelber Pfeil) zu erkennen. Die Hertz'schen Risse sind mit blauen Pfeilen gekennzeichnet. Der „cone crack“ ist mit einem roten Pfeil angedeutet.

Die REM-Bilder (*Abb. 23*) zeigen eindeutig die plastische Zone unterhalb des Eindruckes mit der Kugel. Wie bereits von Lawn [Law\_1998] untersucht, ist es möglich, dass spröde (Hertz'sche Risse) und duktile Mechanismen (plastische Zone) nebeneinander vorliegen. Es wurde allgemein beobachtet, dass bei ausreichend großen Kugeldurchmessern (Durchmesser 5 mm und 7 mm) die Schädigung hauptsächlich durch Hertz Risse bestimmt wird. Bei kleineren Kugeln (Durchmesser 1 bzw. 0,5 mm) überwiegt die plastische Schädigung.

### **Vorschädigung von S39**

Im direkten Vergleich mit HS verhält sich S39 bei sonst identen Prüfbedingungen (Kugel-Durchmesser 1 mm,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) insofern anders, als bereits bei geringen Kräften plastische Verformung möglich ist. Betrachtet man bei der Bilderserie in *Abb. 24* das Einzelbild mit dem Eindruck bei einer Kraft von 150 N, so erkennt man einen Teil des Hertz'schen Risses (mit Pfeilen gekennzeichnet), während bei 175 N noch kein Riss entstanden ist. Erst ab 200 N tritt wieder ein nahezu vollständig ausgebildeter Hertz'scher Riss auf. Möglicherweise befindet sich das Material in einem Übergangszustand zwischen spröde und quasiplastisch bzw. könnte das Material die notwendigen Zugspannungen zur Rissentstehung noch nicht erreicht haben. In allen Fällen erfolgt plastische Verformung (*Abb. 24*) durch den Kugeleindruck. Dieses Ergebnis kann mit der geringeren Festigkeit bzw. Härte von S39 erklärt werden.

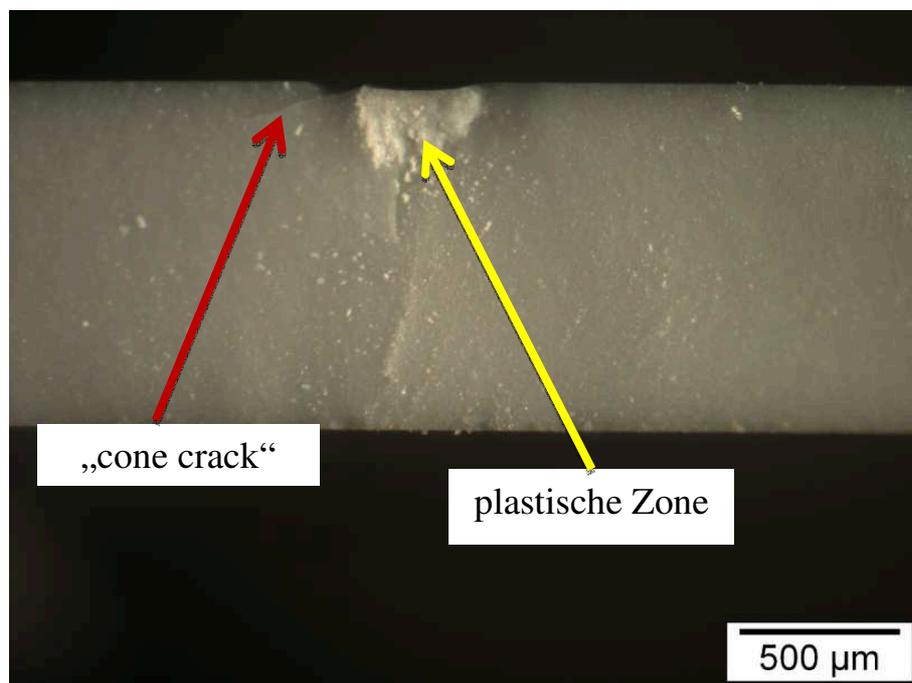


**Abb. 24 - Bilderserie:** Versuchsreihe ähnlich zu HS. Sukzessive Steigerung der Last mit einer  $\varnothing$  1 mm  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Kugel. Das untersuchte Material S39 zeigt bereits bei geringen Lasten plastische Verformung.

## Vorschädigung von MKE

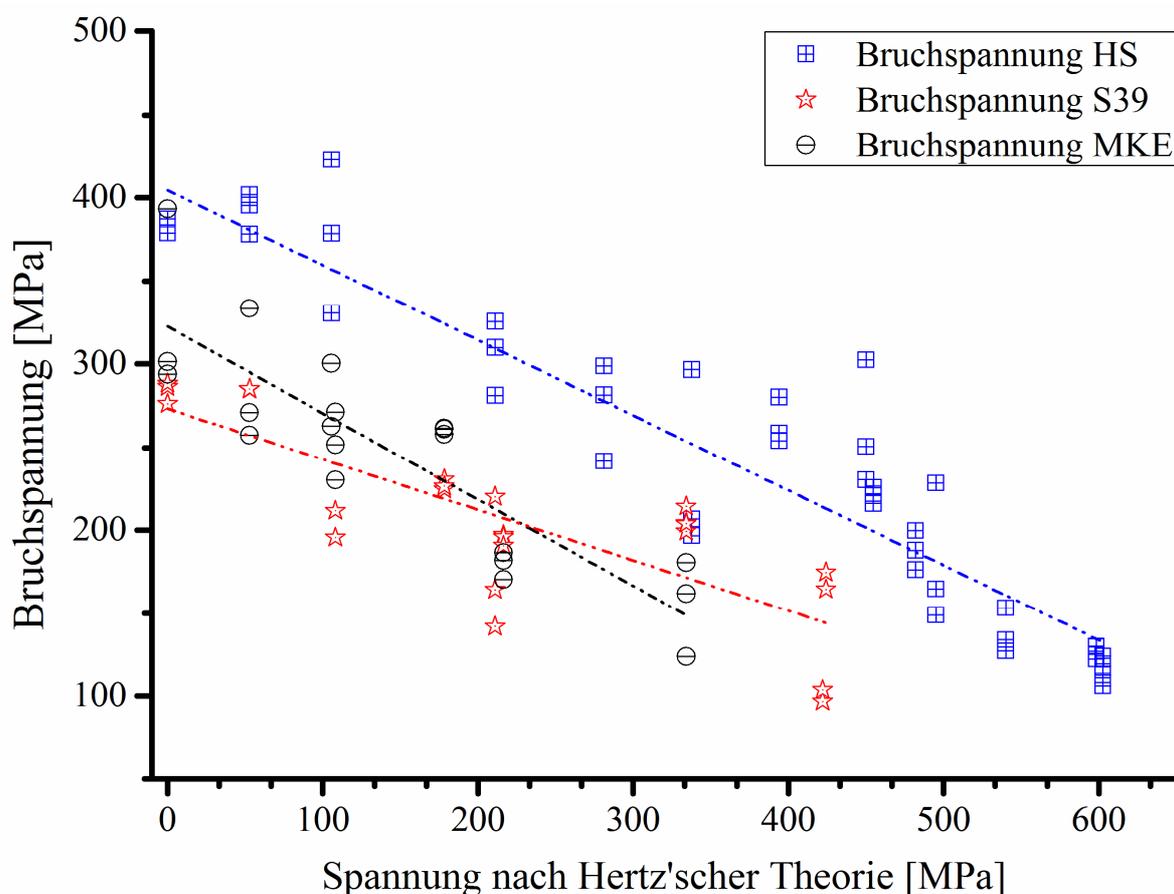
In praktisch allen Fällen der Untersuchungen mit MKE zeigte sich bei Vorschädigung mit den Kugeln nie ein Hertz'scher Ring. Bei zu geringer Last entstand keine Schädigung. Wenn Schädigung auftrat, äußerte sich dies in Form einer plastischen Zone – eines „imprints“. Das Bild in *Abb. 25* zeigt deutlich die plastische Zone. Die Probe wurde mit einer Kugel im Durchmesser 1 mm bei einer max. Kraft von ca. 470 N belastet und mit dem Vierkugelversuch geprüft. Die Bruchfläche in der Aufnahme wurde mit einem Stereomikroskop gemacht. In manchen Fällen ist es bei MKE dennoch möglich, „cone cracks“ oder Hertz'sche Ringe zu beobachten.

All diese Erkenntnisse zeigen deutlich, dass sich MKE plastisch verformen lässt. Dieses Material enthält neben der teilweise rekristallisierten Glasphase und den  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Partikeln geringe Mengen an Pb. Die *Abb. 26* zeigt die Ergebnisse der Vorschädigung aller LTCC-Materialien.



**Abb. 25:** Deutlich zeigt die Bruchfläche im Stereomikroskop die plastische Zone (siehe gelber Pfeil) unterhalb der Kugeleindruckstelle. Links dieser Zone breitete sich ein „cone crack“ (roter Pfeil) in die Tiefe aus.

Die graphische Darstellung in *Abb. 26* zeigt die Bruchspannungen im Vierkugelversuch von vorgeschädigten Proben, aufgetragen gegen die maximale Zugspannung nach Hertz.



**Abb. 26:** Festigkeitsverlust der LTCC-Materialien HS, S39 und MKE bei Schädigung mit Kugelkontakt.

Interessanterweise zeigt nicht nur HS ein gewisses Plateau – d. h. einen Bereich, wo noch keine wesentliche Schwächung auftritt, sondern auch das Material MKE.

Bis ca. 170 MPa ist der Festigkeitsabfall durch die Schädigung nicht nennenswert. Dagegen scheint S39 sehr sensibel gegenüber Schädigung zu sein, da schon geringe Belastungen zu einem merklichen Abfall führen. Während bei 100 MPa Hertz'scher Spannung HS noch hohe Festigkeiten aufweist, hat MKE deutlich reduzierte und S39 nur noch die Hälfte der Festigkeiten von HS.

## 4.2 Vorschädigung mit spitzem Kontaktkörper - Vickersdiamant

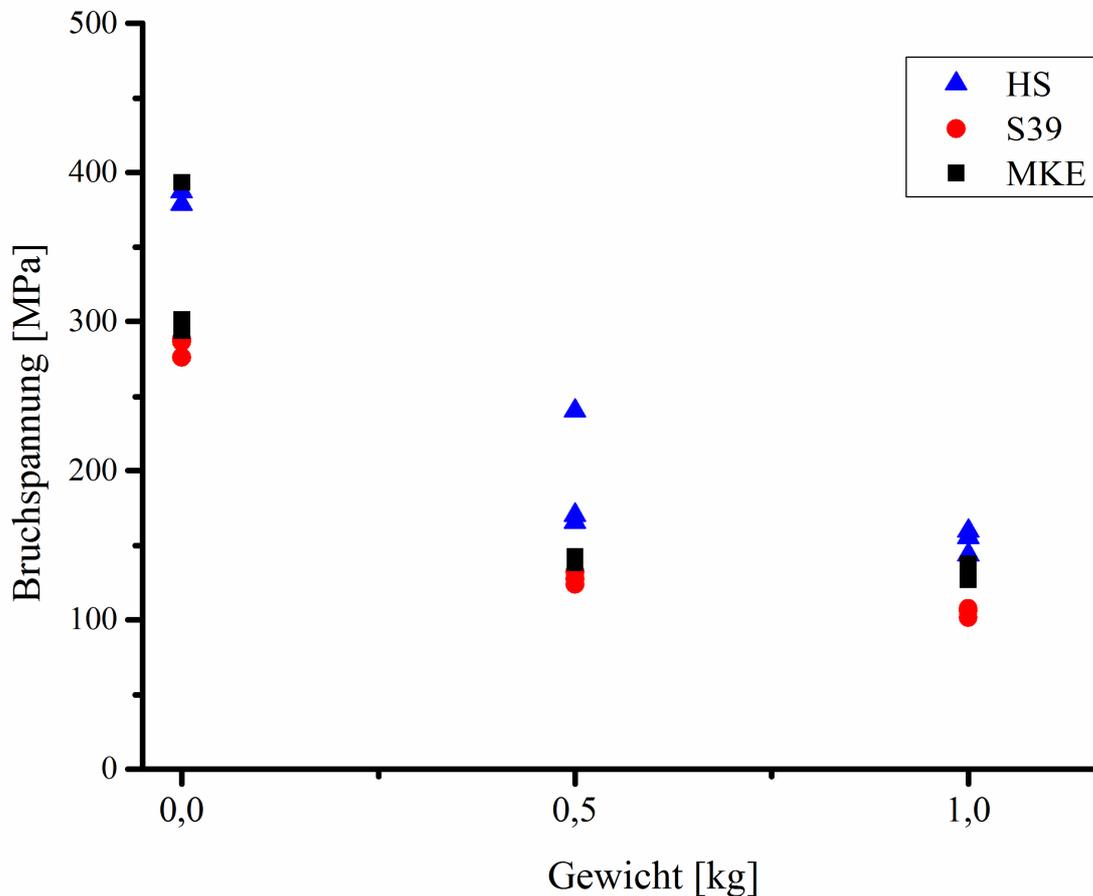
Die Proben wurden mit einem Vickersdiamanten im Härteprüfer der Firma ZWICK® 3212B mittig geschädigt. Der dabei verwendete Programmablauf ist im Kapitel 8 gezeigt. Die Zerstörung der vorgeschädigten Proben erfolgte per Vierkugelversuch (B3B) (siehe 3.2.3) mit der Universalprüfmaschine der Marke ZWICK® Z010. Die Versuche wurden in Wasser bei einer Prüfgeschwindigkeit von 0,1 mm/min und einer 10 kN Kraftmessdose (KMD) gemacht. Mit den erhaltenen Bruchkräften wurden mit *Gleichung (1.6)* die Bruchspannungen ermittelt.

### 4.2.1 Durchführung der Experimente

Um das Materialverhalten gegenüber sehr spitzen Eindringkörpern zu charakterisieren, wurden Härteeindrücke mit Vickerseindringkörper (i.e. Diamant) erzeugt. Mit dieser Art der Schädigung kann die „Kontaktierung mit Spitzen“ bei der Herstellung der LTCC-Leiterplatten nachgestellt werden. Dabei wurden Lasten von 0,5 und 1 kg gewählt und die Festigkeiten der geschädigten mit denen der nicht vorgeschädigten Proben verglichen.

## 4.2.2 Festigkeiten von Proben mit Vickerseindrücken

Die Auftragung Bruchspannung vs. Last (*Abb. 27*) zeigt eindeutig den starken Einfluss der Schädigung mit spitzen Eindringkörpern auf die Festigkeit.



**Abb. 27:** Die Bruchspannung (B3B) wurde gegen die Last bei den Härteeindrücken (Vorschädigung) aufgetragen. Der starke Festigkeitsverlust ist gut ersichtlich.

Bereits 0,5 kg Last bewirkt praktisch bei allen Materialien eine Halbierung der Festigkeit. Wird die Last weiter erhöht, so ist der daraus resultierende Festigkeitsabfall gering. Ähnlich wie bei der Kugelschädigung ist S39 wiederum gegenüber Schädigung empfindlicher als die anderen Werkstoffe.

Auffallend sind ebenfalls die geringeren Streuungen der Festigkeiten im Vergleich zur Vorschädigung mit Kugelkontakt (*Abb. 26*). Diese können durch die – hinsichtlich der Größe - definierten Eindrücke erklärt werden. An diesen folgt zumeist der Bruchausgang.

## Zusammenfassung und Conclusio

- + Es wurde beobachtet, dass HS und S39 bei ausreichend hohen Kräften deutliche Hertz'sche Risse (i.e. „cone cracks“) zeigen. Bei MKE waren die „cone cracks“ oft schlecht bis gar nicht optisch erkennbar.
- + Bei Schädigung mit spitzen Eindringkörpern (Vickersdiamant) erfolgt mit zunehmender Last ein sukzessiver Festigkeitsabfall. Unter allen LTCC's ist bei S39 der beobachtete relative Festigkeitsabfall am stärksten.
- + Der Einfluss von in der Glasmatrix eingelagerten  $Al_2O_3$ -Partikeln auf den Rissverlauf konnte eindeutig mit dem FIB-Schnitt festgestellt werden. Durch die länglichen Partikel (HS-Material) werden sich ausbreitende Risse merklich abgelenkt. Dies kann sich auf die Bruchzähigkeit positiv auswirken.

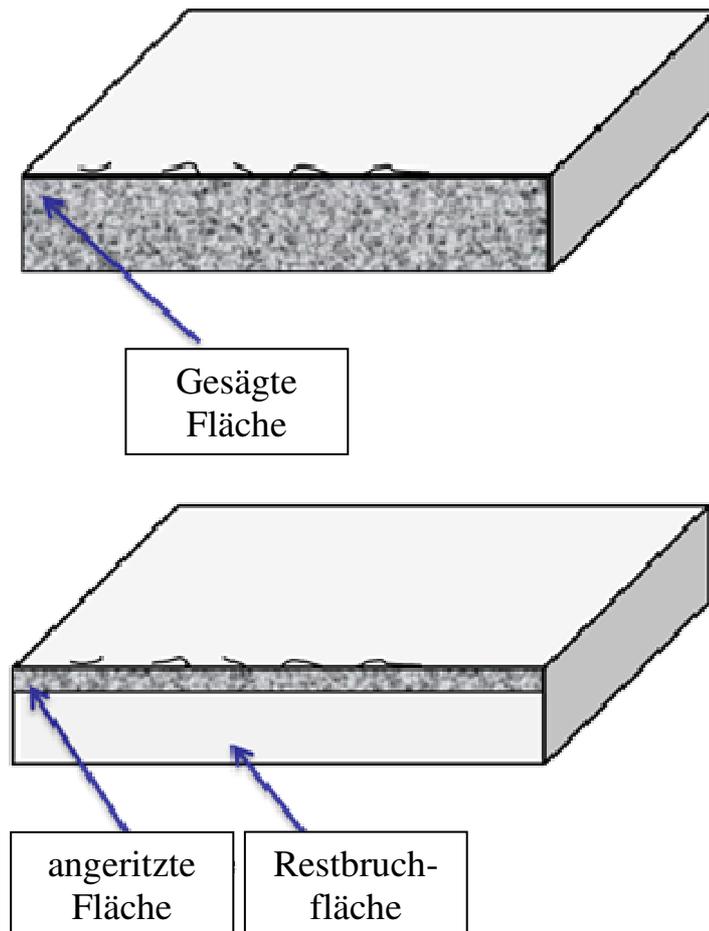
# 5 Bauteilschädigung von LTCC-Proben

Beim Heraustrennen der Teile aus den Paneelen kann es zur Bildung von Rissen und merklichen Schäden an den Bauteilen bzw. Bauteilkanten kommen. Derartige Schäden beeinflussen die Bauteilfestigkeiten und lassen sich durch geeignete Festigkeitsmessungen quantifizieren. Konkret werden in diesem Kapitel (i) die Festigkeiten von LTCC-Bauteilen nach verschiedenen Trennprozessen mit einem Dreipunktbiegetest und (ii) die Kantenfestigkeit von LTCC-Proben beschrieben. Ziel dieser Untersuchungen ist die qualitative Erfassung der Anfälligkeit von LTCC-Materialien gegen Kantenschädigung.

## 5.1 Festigkeit von LTCC-Materialien nach verschiedenen Trennprozessen

Bei der Herstellung der untersuchten Leiterplatten-Materialien kommen im Wesentlichen zwei Trennverfahren zur Anwendung. Die Bauteile werden entweder mittels „Sägen“ (*Trennschleifen*) oder durch *Ritzen und Brechen* („*Scribe and Break - S&B*“) Verfahren getrennt.

Beim Sägen werden die LTCC-Platten mittels einer diamantbesetzten Trennscheibe durchgeschnitten. Beim S&B-Verfahren wird die Keramik von einer Seite angeritzt (Scribe) und anschließend mechanisch gebrochen (Break). Wie in [Mak\_2013] beschrieben, werden beim Trennen von LTCC's alternativ auch Laser – z. B. Nd:YAG Laser – eingesetzt. Allerdings zeigten mit Laser geschnittene Teile vielfach unsaubere Kanten und zahlreiche Ausbrüche (siehe *Abb. 3*, Bild unten). Um entstehende kantennahe Schäden zu vermeiden, gibt es bereits Lasersysteme, die unter dem Begriff „water-jet guided laser“ oder dergleichen zu finden sind. *Abb. 28* zeigt schematische Skizzen der Schnittflächen von beiden in dieser Arbeit behandelten Trennverfahren



**Abb. 28:** Beim Sägen (oben) wird durch die gesamte Dicke durchgetrennt. Bei S&B (unten) wird nur ein Teil angeritzt und der Rest dann mechanisch gebrochen. Die entstehenden Risse sind schematisch angedeutet.

### 5.1.1 Durchführung der Experimente

Zur experimentellen Untersuchung wurden balkenförmige Proben ( $25 \times 2,5 \times 0,5 \text{ mm}^3$ ) mit jedem der beiden Trennverfahren hergestellt und diese im 3 Punkt-Biegeversuch (3PB) in Luft ( $22^\circ\text{C}$ , 50% RH) mit einer Zug/Druckprüfmaschine der Firma Messphysik  $\mu\text{-strain}^\circledR$  (Bezeichnung ME 30/1) geprüft. Um den Einfluss des Trennens zu quantifizieren, wurden die Festigkeiten in 3-Punkt-Biegung bestimmt. Als Prüfgeschwindigkeit wurde 1 mm/min gewählt. Nebenbei sind auch wärmebehandelte Proben beider Probengeometrien produziert worden. Diese sind drei Mal bei einer maximalen Temperatur von  $850^\circ\text{C}$  eingebrannt und mit jedem der beiden Verfahren getrennt worden. Dadurch wird der Einfluss des Einbrennens der Metallpasten simuliert. Da diese Einbrenntemperaturen im Bereich der Sintertemperaturen liegen,

ist eine Gefügeänderung mit einer entsprechenden Festigkeitsänderung nicht auszuschließen.

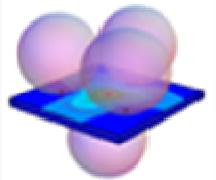
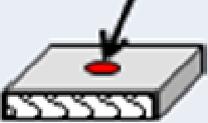
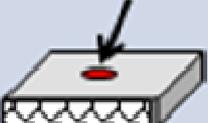
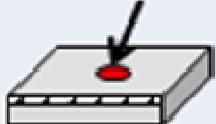
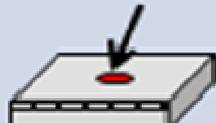
Für Vergleichszwecke wurden plattenförmige Proben ( $11 \times 9,7 \times 1 \text{ mm}^3$ ) mit dem Vierkugelversuch (B3B) an Luft ( $22^\circ\text{C}$ ; 65% RH) geprüft pro Serie jeweils 15 Proben mit der Prüfgeschwindigkeit von 0,25 mm/min.

Die Festigkeit der beiden Probenserien wurde mit der Zug/Druckprüfmaschine  $\mu$ -strain<sup>®</sup> ermittelt. Die hierzu verwendeten Programmabläufe sind im Kapitel 8 zu finden.

Durch Vergleich der Festigkeiten (Platten und Balken) sollte ein allfälliger Einfluss der Trennverfahren sichtbar gemacht werden können. Da im B3B – Test an den Kanten der Proben keine Zugspannungen auftreten, beim Biegeversuch aber schon, sollte durch Vergleich der Ergebnisse ein Einfluss der Kanten dargestellt werden können. Wenn daher die Festigkeitswerte der Balken niedriger als die der Platten liegen, wurde auf jeden Fall der Einfluss der Kanten erfasst. Somit sollte dann der Vierkugelversuch tatsächlich die Festigkeiten des Bulkmaterials (reine Materialeigenschaft, nicht durch Kanteneffekte beeinflusst) wiedergeben können. Neben dem Einfluss der Verfahren soll ebenfalls die Wirkung von Einbrennprozessen (Sintern) festgestellt werden. Zusätzlich werden beide Probenseiten untersucht.

In *Abb. 29* sind sämtliche Prüfanordnungen abgebildet. Es wurden alle LTCC-Materialien HS, S39 und MKE untersucht. Da pro Serie jeweils 15 Proben geprüft wurden, ergeben sich daraus  $8 \times 15 \times 3 = 360$  geprüfte Balken und  $4 \times 15 \times 3 = 180$  geprüfte Balken. Insgesamt wurden somit 540 Proben geprüft.

Da die Prüfung der Balken mit 3-Punkt-Biegung erfolgt, tritt die maximale Biegespannung immer in der Mitte der gegenüberliegenden Seite der einzelnen Rolle auf. Diese Zone ist mit Rot markiert. Alle Defekte, die in dieser Zone liegen, erfahren die höchste Spannung; der größte unter ihnen ist bruchauslösend. Beim Vierkugelversuch (B3B) ist der geprüfte Bereich mit einem Pfeil und einem roten Punkt gekennzeichnet.

Verfahren	Übersicht der untersuchten Zusammenhänge		
Prüfmethode	<p style="text-align: center;">3 PB</p> 		<p style="text-align: center;">B3B</p> 
Gesägt			
Gesägt und 3 x Eingebraunt			
S&B			
S&B und 3 x Eingebraunt			

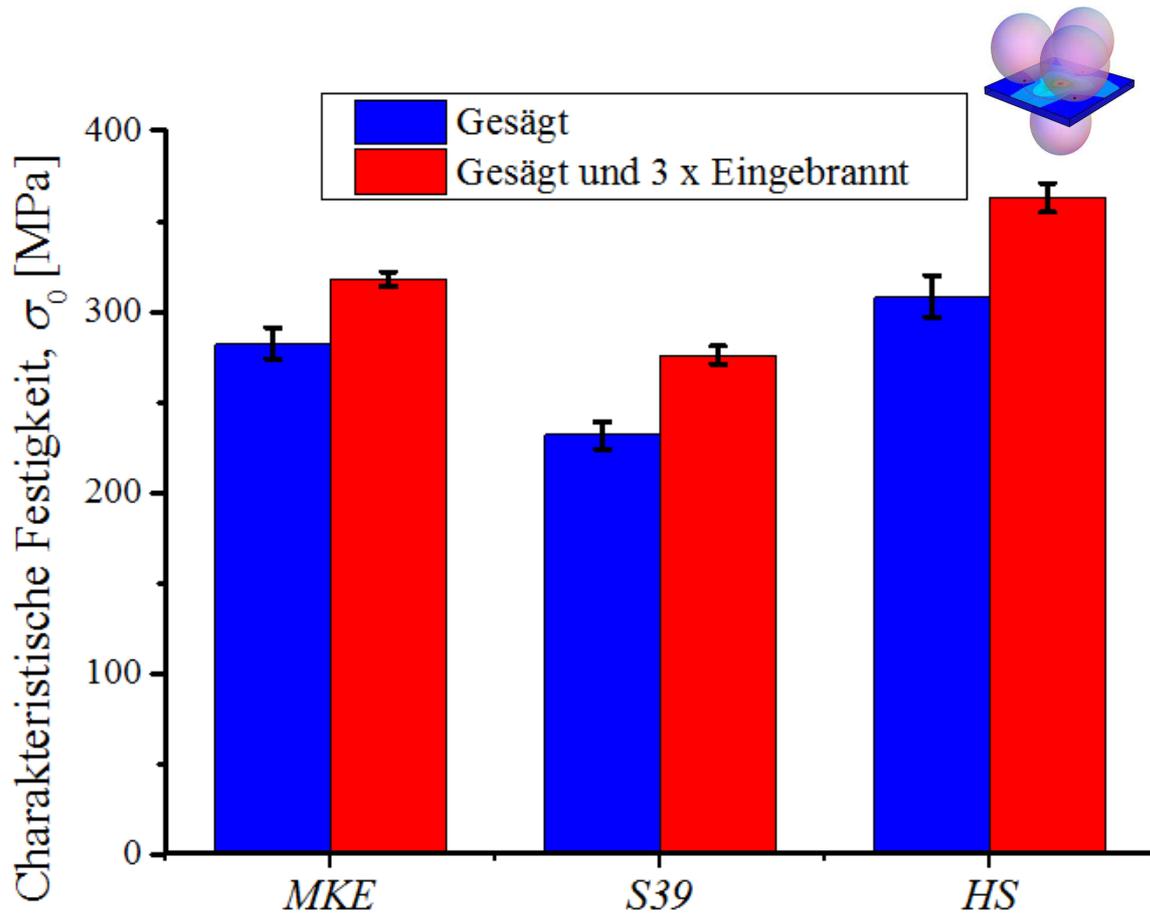
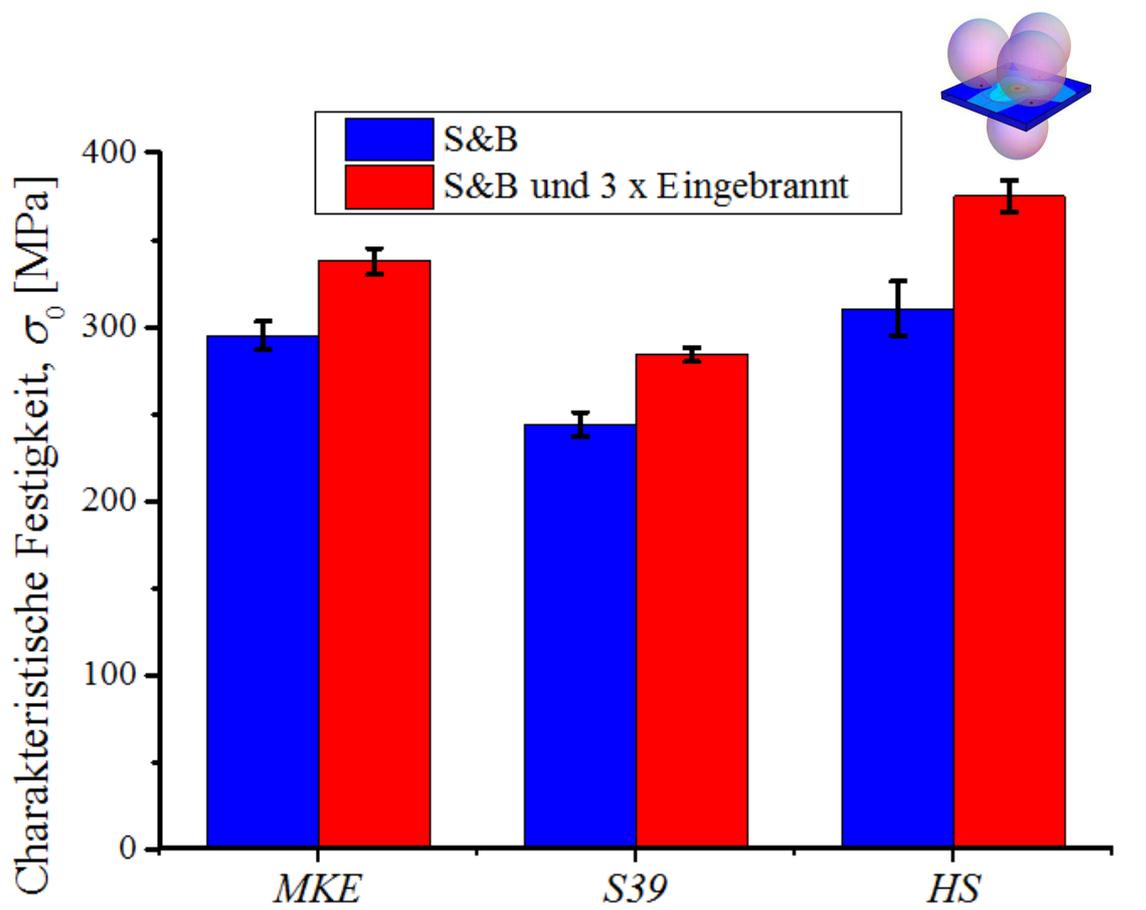
**Abb. 29:** Durchgeführte Prüfungen zur Klärung des Einflusses des Trennverfahrens auf die Festigkeit von LTCC-Bauteilen. Es wurden balkenförmige Proben mit Dreipunktbiegung und Platten mit dem Vierkugelversuch geprüft. Die Balken der Herstellart „Gesägt“, „Gesägt und 3 x Eingebraunt“, „S&B“ und „S&B und 3x Eingebraunt“ wurden an beiden Probenseiten geprüft.

## 5.1.2 Ergebnisse der Untersuchungen

### I. Festigkeitsbestimmung der Platten mittels Vierkugelversuch

Abb. 30 zeigt die mit dem Vierkugelversuch ermittelten charakteristischen Festigkeiten mit dem 90 % Konfidenzintervall (KI) der mittels Sägen und S&B getrennten Platten. Das Einbrennen hat einen positiven Einfluss auf die Festigkeit. Auch die Streuung der Festigkeiten wird reduziert. Vermutlich bewirkt das Einbrennen ein teilweises Auffüllen von etwaigen Rissen durch die Glasphase und ein Abrunden der Rissspitzen, sodass diese nicht mehr so scharf sind und die Spannungsspitzen abgebaut werden. Ähnliche Mechanismen gibt es auch bei einer flüssigphasen-gesinterten Keramik (LPS - Liquid Phase Sintered). Die Glasphase kann fließen – d. h. sie wird mobil – und bewirkt das Schließen von Defekten. Das Einbrennen verändert sozusagen die Defektpopulation – sowohl in der Anzahl als auch in der Größe der Defekte. Denkbar wären allerdings auch Veränderungen der aufgetretenen Eigenspannungen durch den Einbrandprozess. Damit würden sich die höheren Festigkeiten im Vergleich zu den nicht-eingebrannten Proben erklären lassen.

Makarovic [Mak\_2013] hat in seiner Dissertation in *Figure 48* Festigkeiten von Vierkugelversuch und Dreipunktbiegung bei verschiedenen Sintertemperaturen miteinander verglichen und graphisch dargestellt. Dabei zeigte sich eine klare Festigkeitszunahme bei höheren Sintertemperaturen.



**Abb. 30:** Ergebnisse der geprüften Platten. Die Fehlerbalken zeigen das 90 % KI.

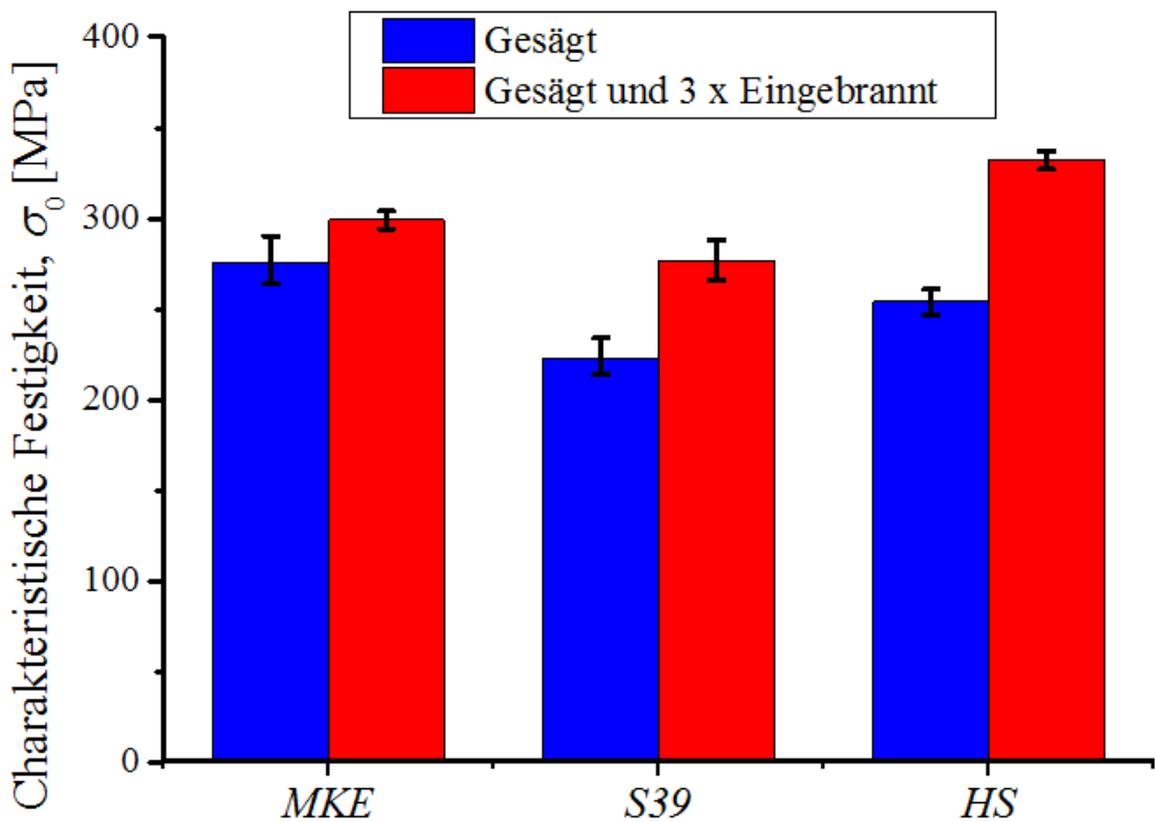
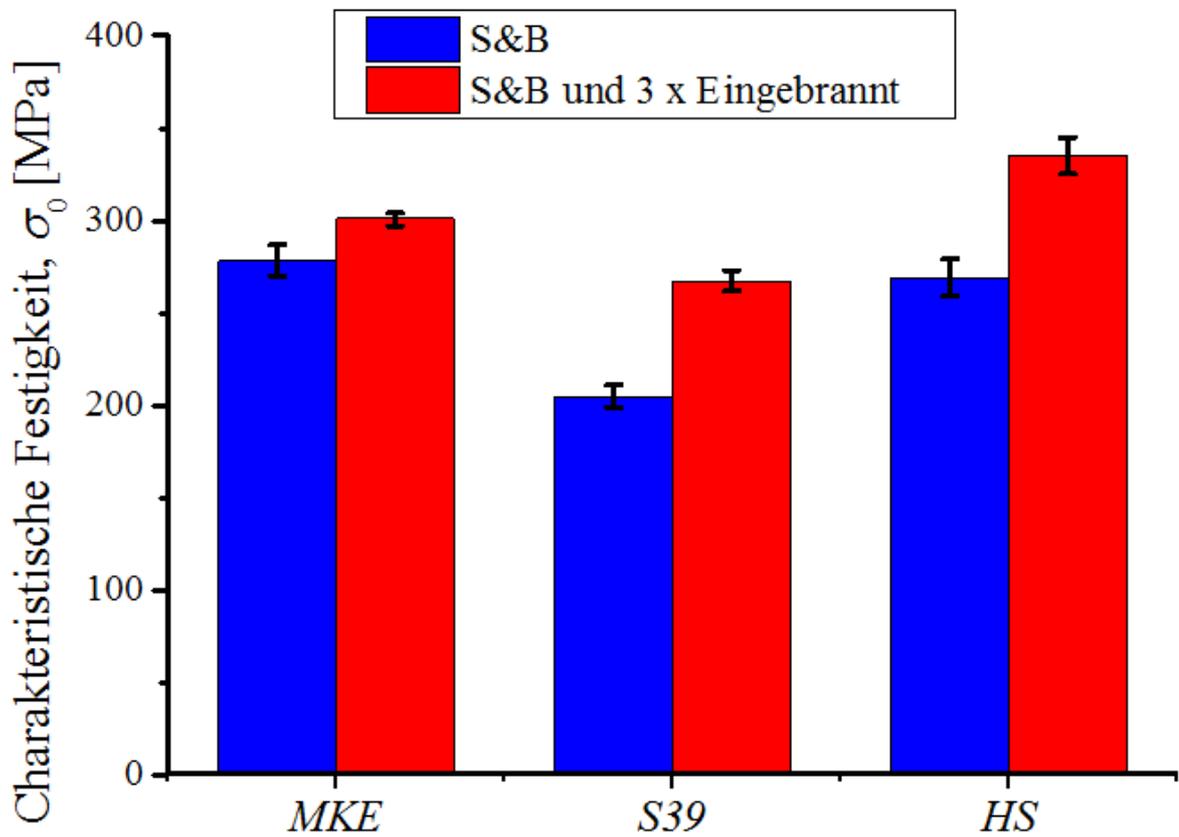
Wie bereits an den gesägten Platten beobachtet, bewirkt das Einbrennen auch bei den mit S&B (*Abb. 30*) separierten Platten eine deutliche Festigkeitssteigerung. Durch den „Scribe & Break“-Prozess liegen die Bereiche von MKE und HS sehr nahe beieinander. Verursacht durch die Wärmebehandlung wird der Festigkeitsbereich von HS wieder deutlich über den von MKE gehoben.

S39 erfährt durch das Einbrennen nicht nur eine leichte Festigkeitssteigerung, sondern vor allem eine erhebliche Erhöhung des Weibullmoduls  $m$ . Dieser steigt von 17 auf 36 (entspricht einer Verdoppelung). Das Einbrennen wirkt daher bei S39 stärker als bei allen anderen Materialien (siehe *Tab. 3* im Kapitel **7.4**).

## **II. Festigkeitsermittlung der Balken mit dem 3-Punkt-Biegeversuch**

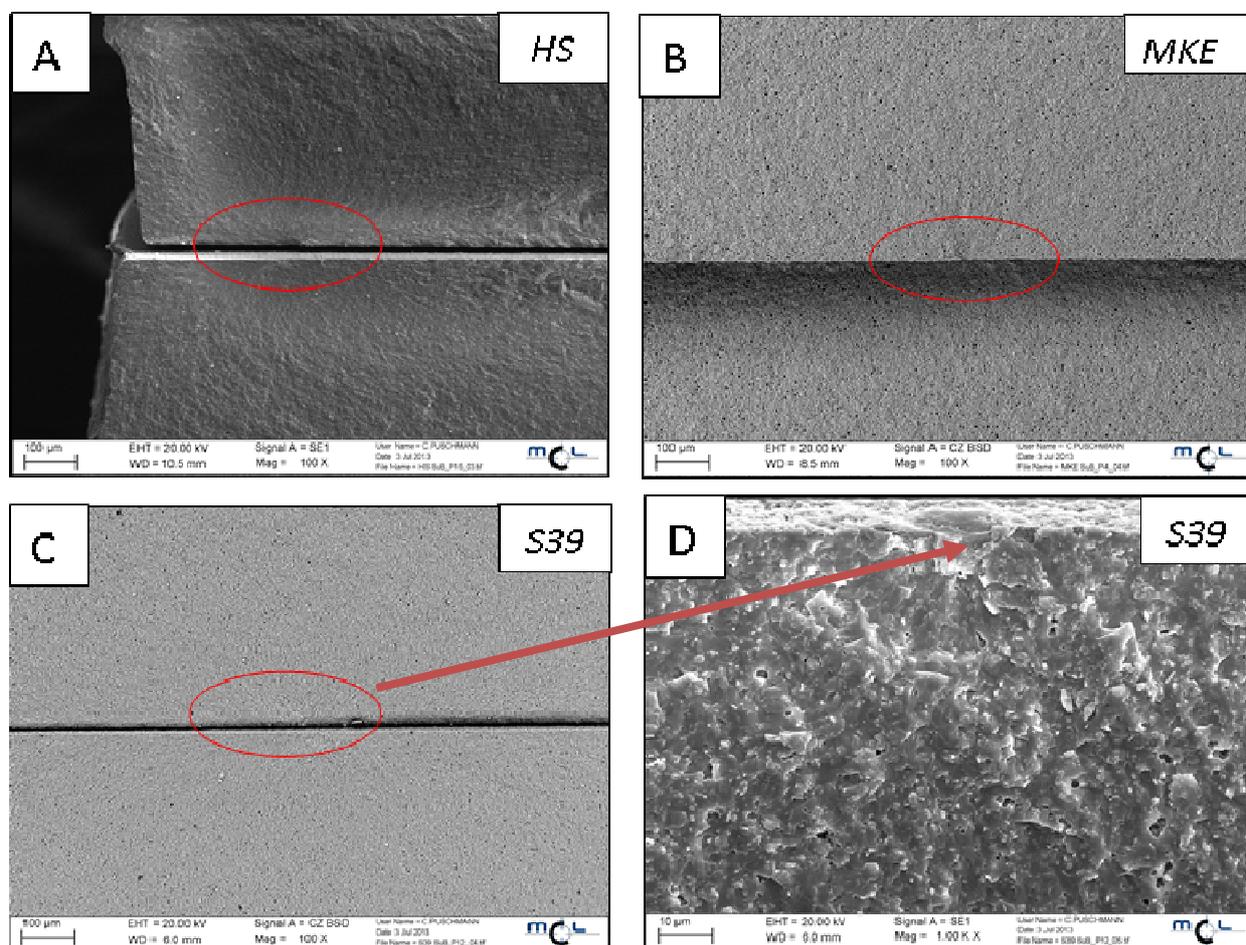
Zuerst werden die Ergebnisse aus der linken Spalte von *Abb. 29* betrachtet. Dabei wurde stets die „gescribte“ bzw. die „gesägte“ Kante geprüft. Damit ist jene Kante gemeint, die als erste angeritzt („gescribt“) bzw. angesägt („gesägt“) wurde.

In *Abb. 31* sind die Festigkeiten der geprüften Balken graphisch dargestellt. Wie bereits bei den Platten beobachtet werden konnte, zeigen sich auch hier stets Festigkeitssteigerungen durch das Einbrennen. Es gibt auch keinen wesentlichen Unterschied der Festigkeitswerte zwischen den durch „Sägen“ und „S&B“ getrennten Proben. Anders formuliert bedeutet dies für die Praxis, dass – falls diese Probenseite beansprucht würde – es unerheblich ist, welches Trennverfahren zur Anwendung kommt.



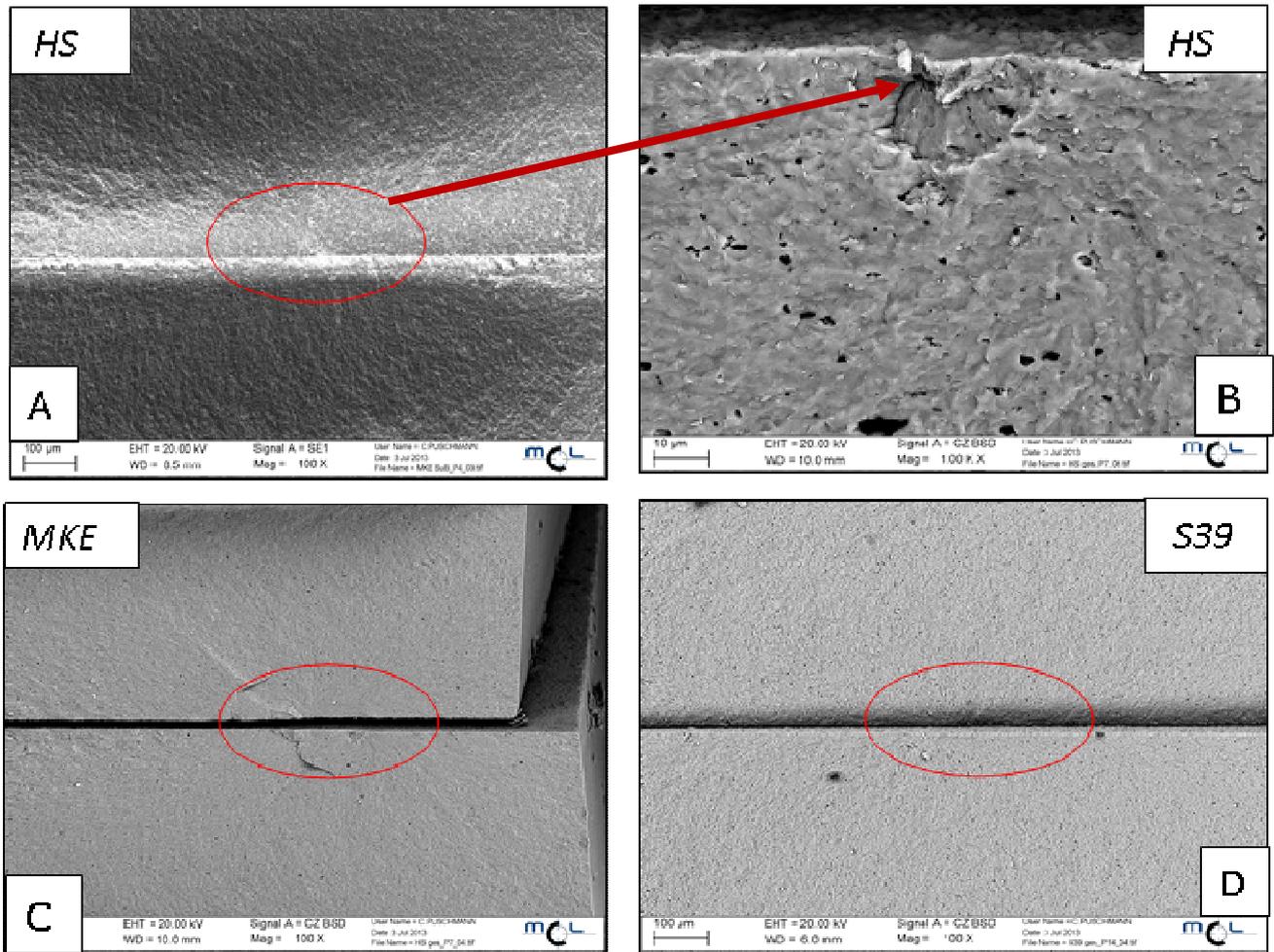
**Abb. 31:** Charakteristische Festigkeiten der „gescribten“ und „gesägten“ Balken. In allen Fällen ist der Festigkeitsgewinn durch den Einbrennprozess erkennbar.

Es wurden auch einige ausgewählte gebrochene Balken im REM fraktographisch untersucht. Die Bruchflächen der Balken in *Abb. 32* stammen aus Proben, welche mit S&B getrennt wurden. Es ist eindeutig erkennbar, dass der Bruchausgang in allen Fällen in der Mitte der Balken lag und nie vom Rand ausging. Das heißt, das Trennverfahren war nicht festigkeitsrelevant!



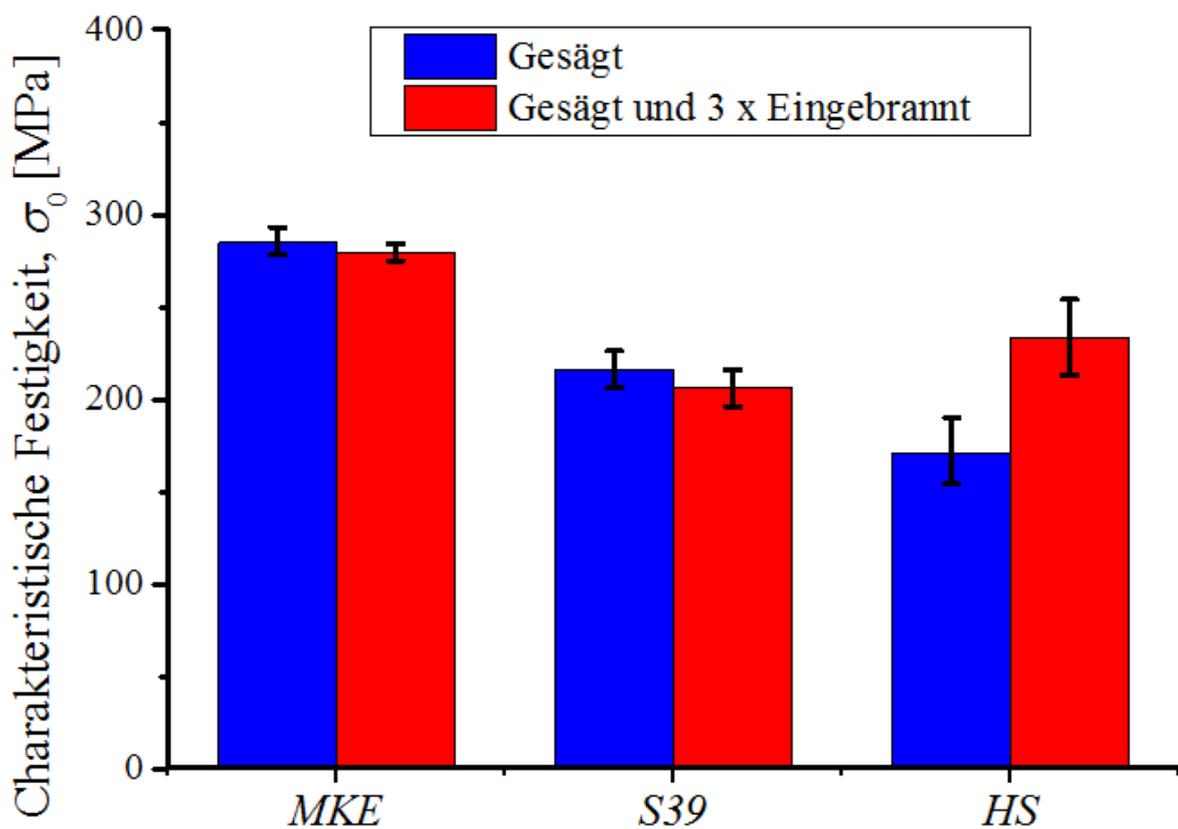
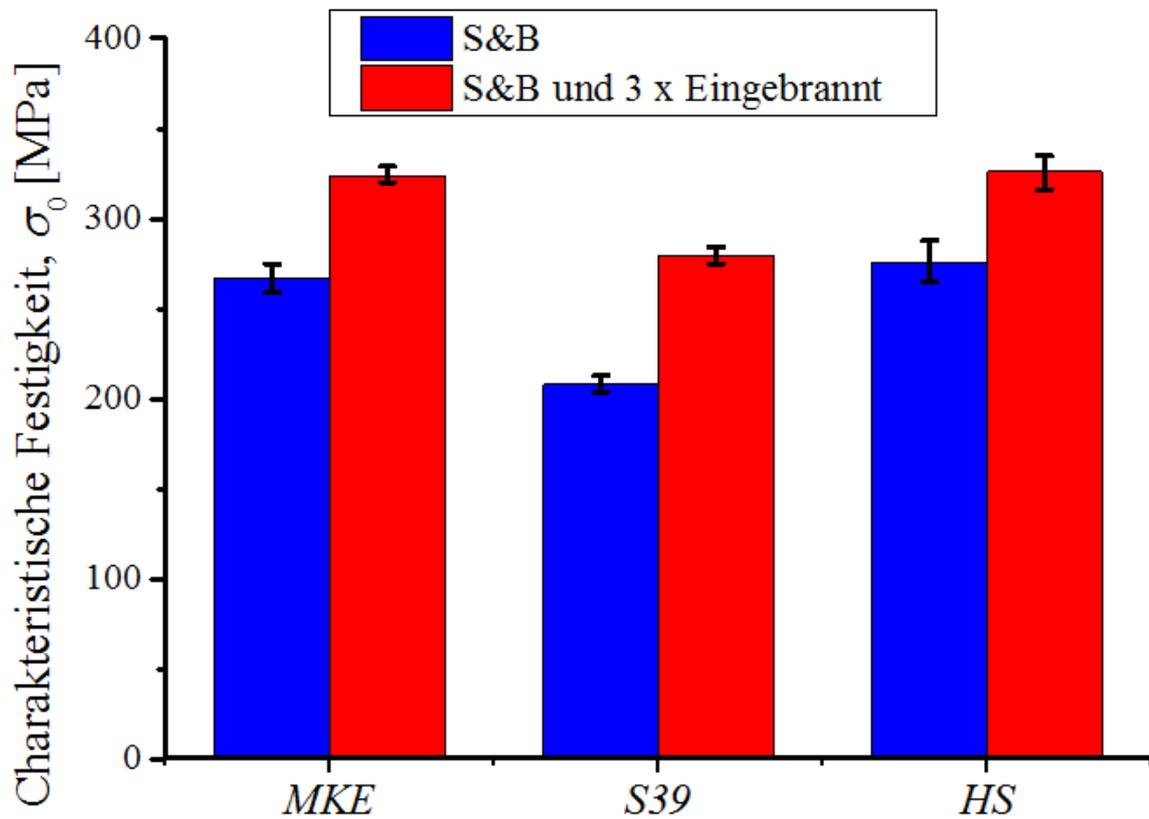
**Abb. 32 - Bilderserie:** Bruchausgänge der Balken. Der auslösende Defekt lag bei den untersuchten Proben stets in der Probenmitte.

In *Abb. 33* sind Bruchflächen von geschnittenen Balken abgebildet. Auch hier liegt der bruchauslösende Defekt in der Balkenmitte. An den Bruchausgängen einiger HS- und S39- Proben zeigen sich Bereiche, wo unterkritisches Risswachstum vermutet werden kann (siehe z. B. *Abb. 33 B*). Mit unterkritischem Risswachstum in LTCC-Materialien hat sich besonders [Kra\_2012] in seiner Diplomarbeit beschäftigt. Auch in [Ber\_2013] finden sich wichtige Zusammenhänge und Untersuchungsergebnisse. Diese Beobachtung wurde erst mittels der 3PB Versuche an Luft gemacht.



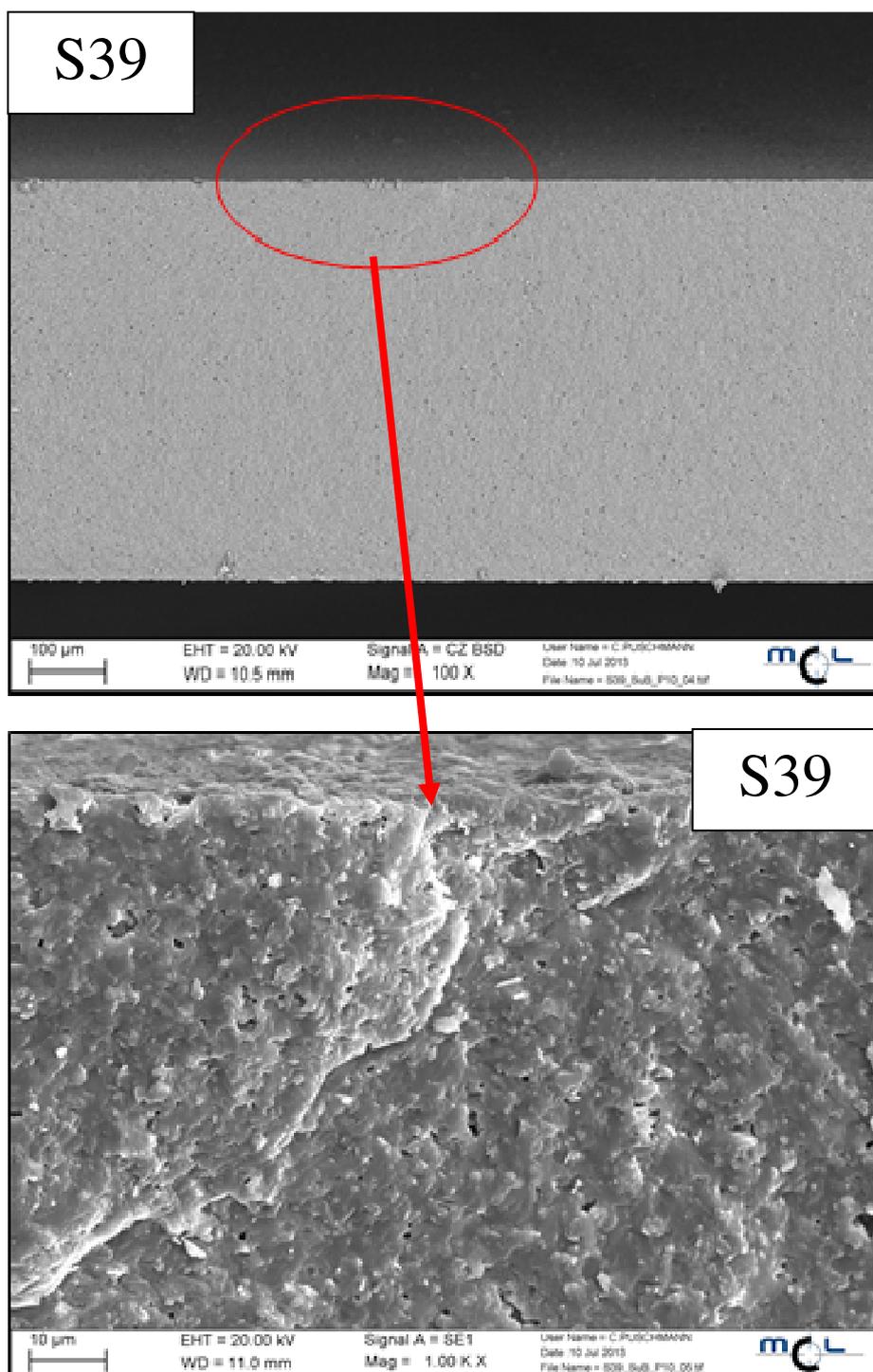
**Abb. 33:** Auch bei den gesägten Balken erfolgt der Bruchausgang immer in der Probenmitte. Bei HS in *Bild B* zeigte sich ein Bruchausgang, (mit rotem Pfeil gekennzeichnet), dessen Erscheinung sehr stark auf unterkritisches Risswachstum schließen lässt.

Nun werden die Festigkeitsergebnisse der zweiten Spalte von *Abb. 29* diskutiert. Dabei wurde im Vergleich zur ersten Spalte lediglich die Probenseite umgedreht. *Abb 34* zeigt deutlich die Festigkeitszunahme aller Materialien, wenn die Proben mit S&B separiert wurden. Allerdings scheint das Sägen auf das Material HS eindeutig negativ zu wirken. Während bei S&B die Festigkeit bei ca. 270 MPa liegt, reduziert sich diese durch das Sägen auf beinahe die Hälfte.



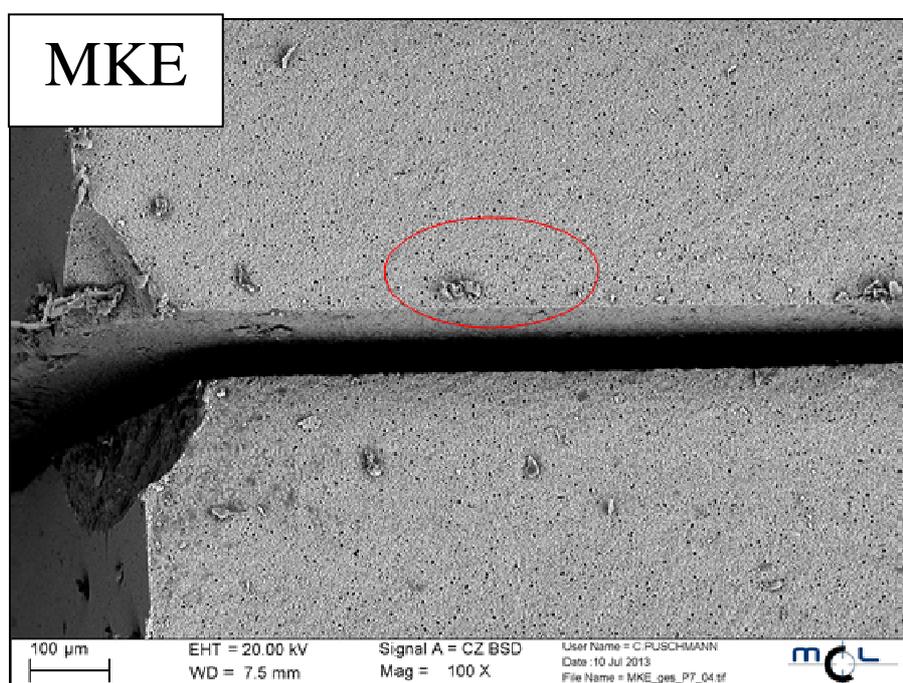
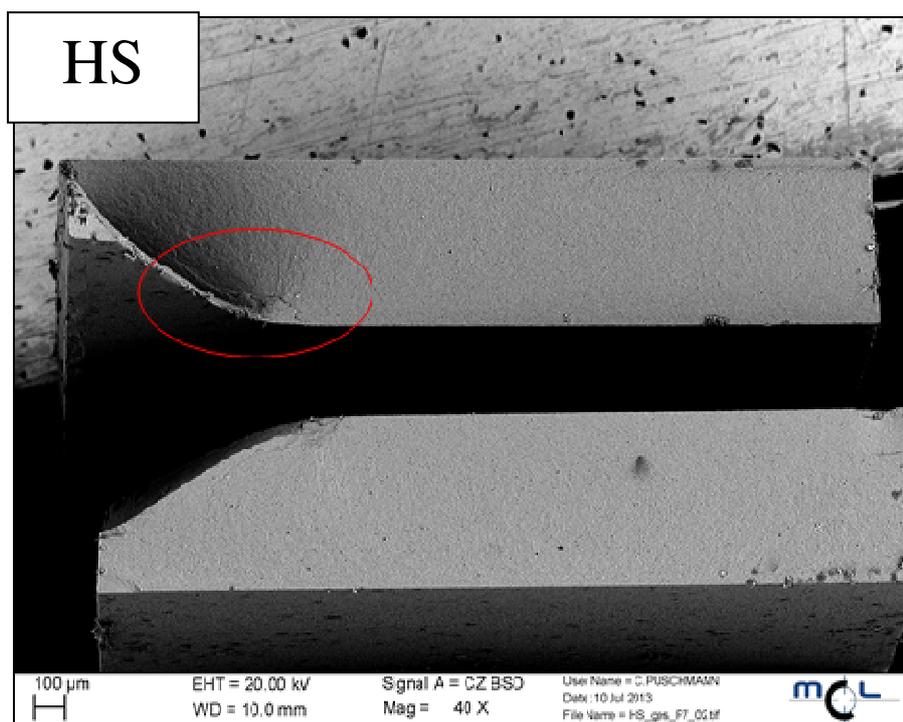
**Abb. 34:** Charakteristische Festigkeiten der mittels S&B und Sägen separierten Balken bei Prüfung der gegenüberliegenden Seite. Deutlich zeigt sich neben der Festigkeitssteigerung bei S&B durch das Einbrennen auch der negative Einfluss des Sägens insgesamt.

Auch das REM-Bild des Materials HS in *Abb. 36* zeigt deutlich den Bruchausgang in Kantennähe. Beim Sägen scheint daher das Material so stark geschädigt zu werden, dass der Bruch von der Nähe der Kante ausgeht.



**Abb. 35:** Der Bruchausgang ist mit einem roten Pfeil markiert und befindet sich beim Material S39 in Probenmitte. Grundsätzlich ist bei praktisch allen LTCC's der bruchauslösende Defekt – selbst mit dem REM – nur schwer zu finden.

Wie in den *Abb. 35* und *Abb. 36* gezeigt, liegen die Bruchausgänge bei den Materialien *S39* und *MKE* nach wie vor in der Probenmitte.



**Abb. 36:** Der Bruchausgang erfolgte bei MKE in der Probenmitte und ist einer roten Ellipse gekennzeichnet. Im Gegensatz zu den bisherigen Beobachtungen hat das Sägen doch einen Einfluss auf die Festigkeit, der sich beim |  
fen von HS auf der gegenüberliegenden Probenseite bemerkbar macht (zw  
Spalte in *Abb. 29*). Der Bruchausgang ist mit einer Ellipse gekennzeichnet  
befindet sich in Kantennähe.

## 5.2 Ermittlung der Kantenfestigkeit

Die Ermittlung der Kantenfestigkeit dient als unterstützende Methode, um die Bauteilschädigung zu quantifizieren, bzw. auch zur Untermauerung der bereits erhaltenen Ergebnisse beim Einfluss des Trennens auf die Festigkeit.

### 5.2.1 Durchführung der Experimente

Eine sehr gängige Methode, um die Kanten der Werkstoffe hinsichtlich deren Anfälligkeit gegenüber Absplittern bzw. Ausbrechen zu charakterisieren, ist der Kantenabbruchversuch mit dem Kantenprüfgerät.

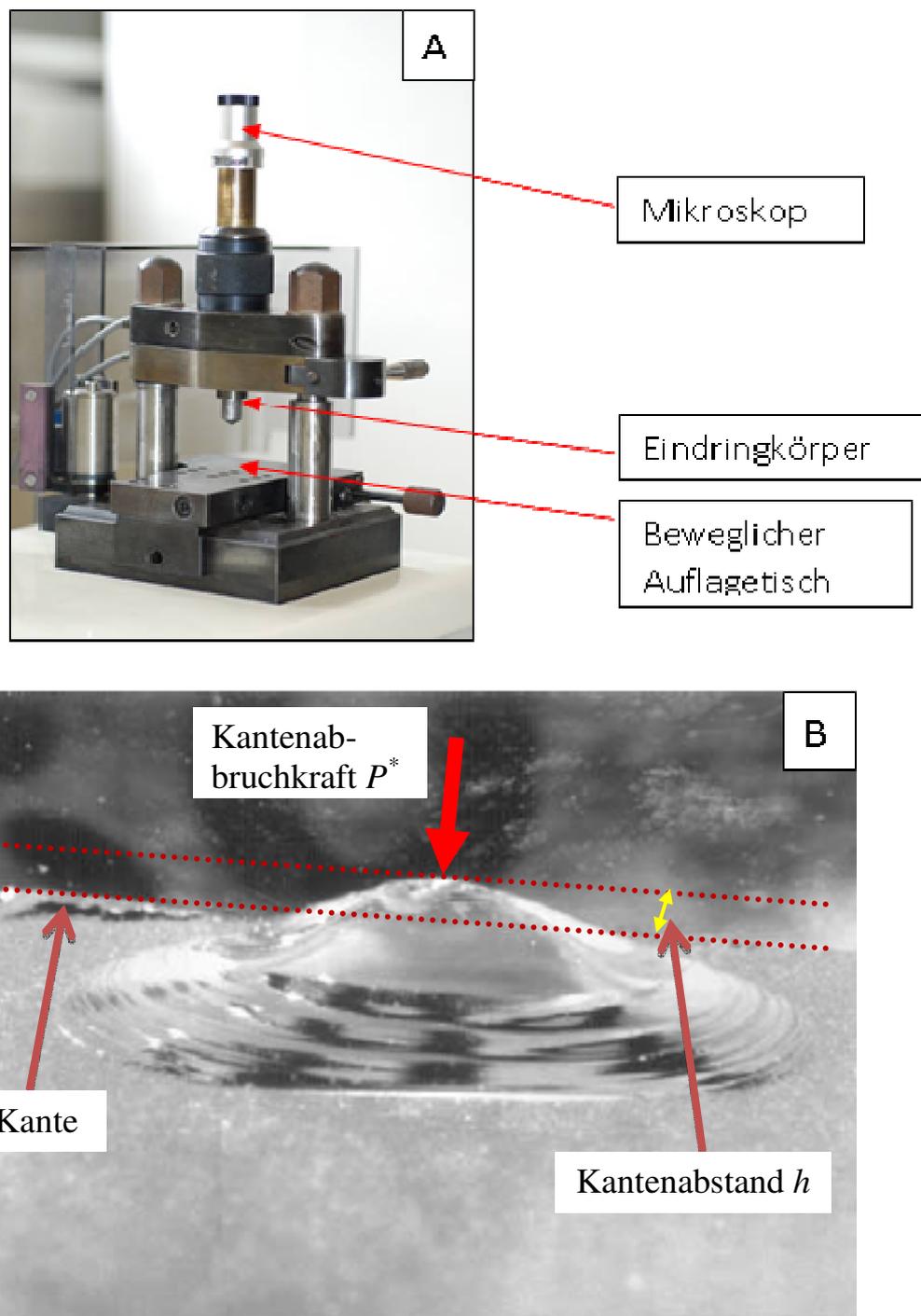
Bei verschiedenen Abständen von der Kante – nachfolgend als Kantenabstand  $h$  bezeichnet – wurden mit einem Knoopindenter (HK) Ausbrüche an plattenförmigen Proben erzeugt und die dazugehörige Kraft notiert. Die Prüfungsgeschwindigkeit wurde mit 0,1 mm/min festgelegt. Die Kantenausbrüche wurden sowohl in Hochkant-Position (Prüfung der Querfläche – *Abb. 38*) als auch in liegender Probenposition (Prüfung der Oberfläche – *Abb. 38*) gemacht. Neben den LTCC-Materialien HS, S39 und MKE wurden zu Vergleichszwecken ebenfalls Kantenausbrüche an bulk  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Proben erzeugt.

Bei den LTCC's wurden plattenförmige Proben mit den Abmaßen (11 x 9,7 x 1 mm<sup>3</sup>) untersucht, während die  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Proben etwas dicker waren (11 x 9,7 x 3 mm<sup>3</sup>). Die geringe Probendicke der LTCC's kann sich auf das Messergebnis auswirken.

Der Kantenprüfer „ET - 500“ (*Abb. 37 - A*) ist ein robustes, analog gesteuertes Gerät, um die sogenannte „Kantenfestigkeit“ zu ermitteln. Von der Bauart her handelt es sich um eine Art Härteprüfgerät mit Mikroskop-Aufsatz. Da dieses Gerät lediglich einen analogen Ausgang besitzt, müssen die Messwerte manuell mitnotiert werden.

Beim Prüfen drückt ein Eindringkörper in Kantennähe auf die Probe und erzeugt Kantenausbrüche (*Abb. 37 - B*). Die Maschine bricht den Eindringvorgang bei einem gewissen, maschinenintern einstellbaren Kraftabfall ab und kann die maximale Kraft aufzeichnen. Mit dem kleinen Mikroskop am Kantenprüfer kann allerdings der Kantenabstand nicht genau festgestellt werden. Daher wird er anschließend mit dem Lichtmikroskop bestimmt.

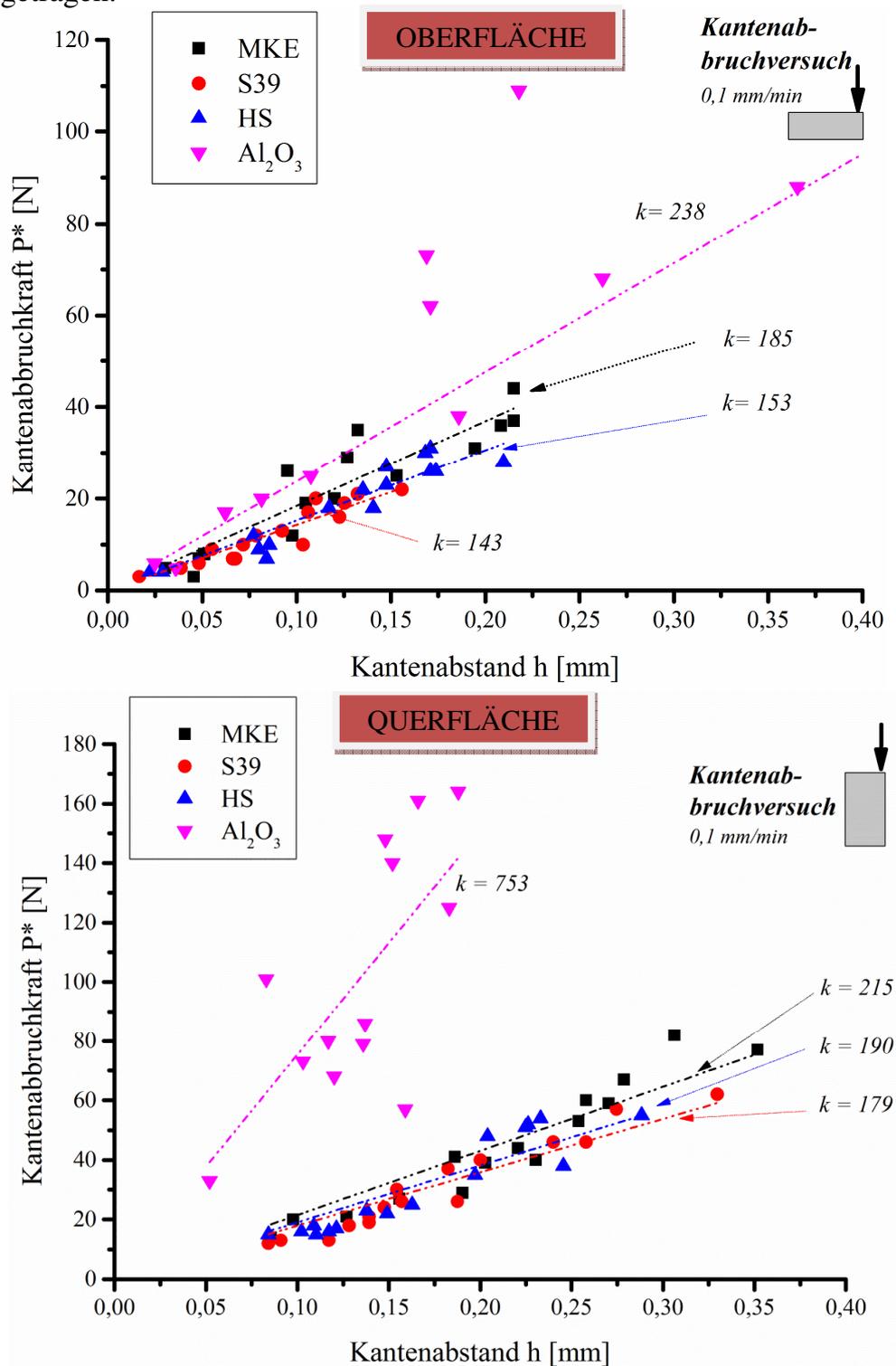
Für weiterführende Literatur zur Bestimmung von Kantenzähigkeiten als auch der wichtigsten Einflussgrößen sei auf [Mor\_2001] verwiesen.



**Abb. 37:** Bild A zeigt das verwendete Kantenprüfgerät. In Bild B ist ein typischer Kantenbruch dargestellt [Mor\_2001]. Wird die Kantenabbruchkraft  $P^*$  groß genug, entsteht ein muschelförmiger Kantenbruch.

## 5.2.2 Ergebnisse des Kantenabbruchversuches

In Abb. 38 sind die maximalen Kantenabbruchkräfte,  $P^*$ , gegen die Kantenabstände,  $h$ , aufgetragen.



**Abb. 38:** Die Kantenabbruchkraft  $P^*$  wurde gegen den Kantenabstand aufgetragen. Prüfung der Oberfläche (Längsrichtung): Die Kantenzähigkeiten aller Materialien liegen in einem ähnlichen Bereich. Prüfung der Querfläche (Querrichtung): Tendenziell hat MKE stets die höchste Kantenzähigkeit (Steigung  $k$ ).

Die strichlierten Linien repräsentieren den linearen Fit („lineare Regression“) der Datenpunkte. Die Steigung der Geraden  $k$  entspricht der sogenannten Kantenzähigkeit – ein Maß für die Kantenempfindlichkeit des Materials.

In *Abb. 39* sind Kantenausbrüche sämtlicher Materialien dargestellt, die bei einem Kantenabstand von  $h = 0,15$  mm mit dem Knoopindenter erzeugt wurden. Beide Prüfrichtungen (Ober- und Querfläche) wurden dabei erfasst. Eine einzige Ausnahme bildet der Kantenausbruch von MKE an der Querfläche. Er entstand nicht bei  $h = 0,15$  mm, sondern bei  $h = 0,19$  mm. Ein qualitativer Trend bei der „Kantenempfindlichkeit“ zeigt sich allerdings nur bei den an der Oberfläche erzeugten Ausbrüchen. Zieht man als Bewertungskriterium die Ausdehnung (Größe des Ausbruches) in Kantenrichtung in Betracht, so gilt folgende Reihung (zunehmende Ausbruchgröße):  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , HS, MKE, S39. Bei Prüfung der Querfläche kann hingegen kein klarer Trend erkannt werden.

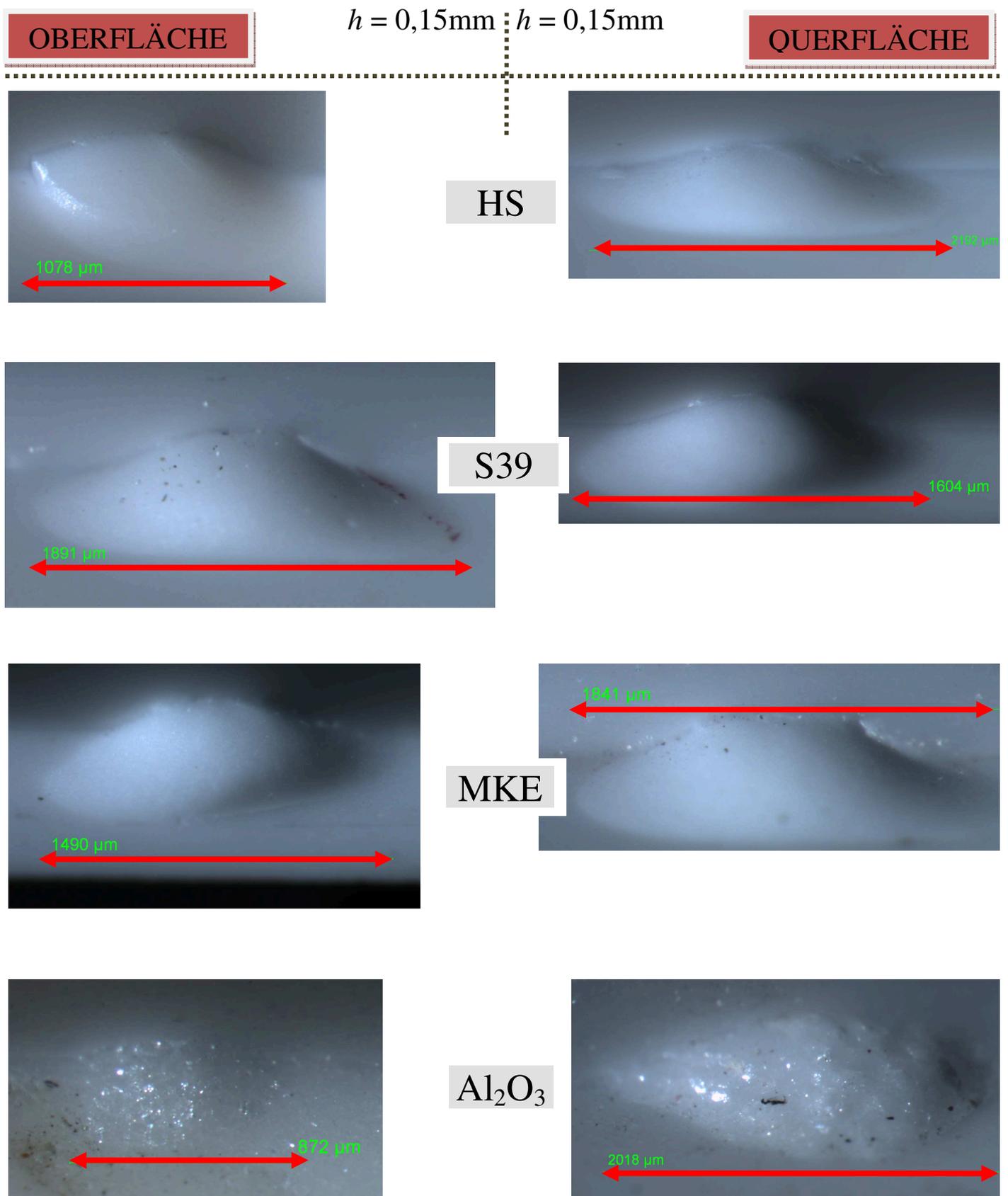
Bei Prüfung der Oberfläche zeigte sich kein wesentlicher Unterschied in den Kantenzähigkeiten der Materialien. Noch vor allen LTCC's hat das Vergleichsmaterial  $\text{Al}_2\text{O}_3$  beim Prüfen der Querfläche die höchste „Kantenzähigkeit“. Von allen LTCC-Materialien schneidet MKE insgesamt am besten ab. Dem Kantenabbruchversuch nach ist daher MKE das optimalste LTCC-Material gegenüber Kantenschädigung.

Bei Prüfung der Oberfläche zeigte sich kein wesentlicher Unterschied in den Kantenzähigkeiten der Materialien. Noch vor allen LTCC's hat das Vergleichsmaterial  $\text{Al}_2\text{O}_3$  beim Prüfen der Querfläche die höchste „Kantenzähigkeit“. Insgesamt schneidet MKE von allen LTCC-Materialien am besten ab. Dem Kantenabbruchversuch nach ist daher MKE das beste LTCC-Material gegenüber Kantenschädigung.

**Tab. 2:** Qualitativ ist ein klarer Trend erkennbar. Von den untersuchten LTCC-Materialien hat MKE stets die höchste Kantenzähigkeit (Steigung  $k$ ).

Material	Querfläche Steigung $k$	Oberfläche Steigung $k$
S39	179	143
HS	190	153
MKE	215	185
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	753	238

Tab. 2 gibt einen Überblick der aus der graphischen Auftragung (Kantenabbruchkraft  $P^*$  vs.  $h$  – Abb. 38) erhaltenen Steigungen  $k$ , die direkt der Kantenzähigkeit  $M$  [Mor\_2001] entsprechen. Die beiden Pfeile in Tab. 2 sollen lediglich den klar erkennbaren Trend kennzeichnen. In beiden Prüfsituationen ist jeweils MKE das LTCC-Material mit der höchsten Kantenzähigkeit. Nur das Vergleichsmaterial Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hat eine noch höhere Kantenzähigkeit. Die Kantenabbruchversuche zeigten nicht so klare Ergebnisse wie erwartet; dennoch war es möglich, einen qualitativen Trend herauszuarbeiten.



**Abb. 39:** Die Bilder zeigen die mit einem Knoopindenter im Abstand von  $h = 0,15$  mm erzeugten Ausbrüche der untersuchten LTCC's und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

## Zusammenfassung und Conclusio

- + Einfluss des Einbrennens: Der durchwegs positive Einfluss des Einbrennens auf die Festigkeit wurde erkannt. Beim Einbrennen kommt es vermutlich zum teilweisen Ausheilen der Defekte bzw. könnten auch Eigenspannungen verändert werden. Nach [Mak\_2013] und der Erkenntnis, dass höhere Sintertemperaturen die Festigkeit erhöhen, ist eine Sinterung bei möglichst hohen Temperaturen günstig.
  
- + Einfluss des Trennverfahrens: Werden die Proben eingebrannt, konnte kein Unterschied der Trennverfahren (S&B und Sägen) auf die Festigkeit festgestellt werden, sofern die Biegeversuche nach der ersten Prüfrichtung (*Abb. 29 – erste Spalte*) erfolgten. Erfolgte die Prüfung der anderen Probenseite (*Abb. 29 – zweite Spalte*), so kam es bei beiden Trennverfahren zu einem merklichen Festigkeitsabfall. Besonders bei der Masse HS zeigten gesägte Proben auf dieser Probenseite einen stärkeren Festigkeitsabfall.

## 6 Zusammenfassung und Diskussion

Aufgrund der untersuchten Zusammenhänge und Ergebnisse dieser Arbeit lassen sich wichtige Aussagen zu den LTCC-Materialien treffen. Es bestätigte sich einerseits deutlich die Materialempfindlichkeit gegenüber Kontaktschädigung, was auch empirisch bei der industriellen Herstellung beobachtet wurde.

Die durch den Trennprozess (Sägen und S&B) erzeugten kantennahen Defekte sind ausreichend, um die Bauteile in manchen Testmodi zu schwächen. Es zeigte sich jedoch, dass bei Prüfung einer bestimmten Probenseite im Biegeversuch kein Festigkeitsabfall im Vergleich zur Materialfestigkeit feststellbar ist. Andererseits zeigte bei umgekehrter Prüfrichtung das Material HS den größten Festigkeitsabfall.

Diese Erkenntnis belegt, dass besonders bei keramischen Werkstoffen die Materialfestigkeit von der Bauteilfestigkeit grundsätzlich verschieden ist. In Bauteilen werden im Zuge der meist nötigen mechanischen Bearbeitung bzw. Belastung zusätzliche Defektpopulationen und/oder Eigenspannungen erzeugt, welche die Festigkeit maßgeblich verändern können.

Einen wichtigen Versuch stellten neben dem Biegeversuch auch die Kantenabbruchversuche dar, da diese eine lokale Schädigung in Kantennähe erzeugen. Allerdings konnte nur ein qualitativer Trend herausgearbeitet werden. MKE100 zeigte sich als das am besten geeignete LTCC-Material mit der geringsten Empfindlichkeit gegenüber Kantenschädigung.

Die beobachteten mechanischen Eigenschaften der drei LTCC-Massen konnten mit dem unterschiedlichen Gefügebau qualitativ erklärt werden.

Insbesondere die Form der eingebauten  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Plättchen in Verbindung mit der Glasmatrix beeinflussten das Materialverhalten deutlich.

Beispielsweise zeigen sich unterschiedliche Rissverläufe im Gefüge, was mit FIB/REM-Analysen nachgewiesen wurde.

Zusammenfassend zeigte sich, dass das Material MKE100 im aktuellen Vergleich die robustesten mechanischen Eigenschaften aufweist. Jedoch scheidet dieser Werkstoff aufgrund seiner Pb-Hältigkeit für zukünftige LTCC-Entwicklungen aus.

# 7 Weitergehende Forschungsarbeiten

- Der Einfluss der Metallisierung (Drähte etc.) durch Prüfung von metallisierten LTCC-Proben. Dies wäre für die Praxis viel realitätsnaher als die verwendeten metallfreien Probenmaterialien.
- Der Einfluss von Anisotropien auf die mechanischen Eigenschaften, insbesondere auf die Bruchzähigkeit. Insbesondere die länglichen Plättchen im Material HS haben große Auswirkungen auf den Rissverlauf.
- Die kristallographischen Änderungen der LTCC-Gefüge durch den Einbrennvorgang (z. B. der Zusammensetzung, Teilchen und der Mikrorisse) wurde noch nicht eindeutig quantifiziert. Als Untersuchungsmethoden würden sich bevorzugt röntgenographische Methoden anbieten.
- Eigenspannungsmessungen vor und nach dem Trennen der Bauteile. Die Eigenspannungen können durch röntgenographische oder ramanspektroskopische Untersuchungen ermittelt werden.
- Ritzversuche könnten zum Erzeugen von Risssystemen gemacht werden. In Verbindung mit REM- bzw. FIB- Schnitten ließe sich das Verhalten beim Trennen der LTCC Bauteile noch präziser nachstellen. Beispielsweise könnte durch das Ziehen einer „Schädigungsspur“ mit einem beliebigen Kontaktkörper die daraus resultierende Rissbildung näher untersucht werden und somit einige Rückschlüsse der Trennverfahren hinsichtlich Rissbildung bzw. Schädigung liefern.
- Untersuchung des Rissausheilens durch eine dem Herstellungsprozess nachgeschaltete Wärmebehandlung. Durch die beim Einbrennen bereits bekannten Festigkeitssteigerungen kann davon ausgegangen werden, dass sich die Risse durch Diffusion bei höheren Temperaturen ausheilen lassen könnten. Die Folge wäre eine entsprechende Festigkeitssteigerung.

# 8 Anhang

## 8.1 Blockprogrammierung

Vorschädigung

```
STOP  
SPEED 0.3 mm/min  
DOWN  
LOAD >= 5 N  
STOP  
HOLD LOAD  
CLOCK 99 h  
STOP  
DOWN  
SPEED 5 mm/min  
STROKE >= 0.5 mm  
ENDTEST
```

μ-strain<sup>®</sup> – 3 PB

```
STOP  
TARE LOAD  
PAUSEEVAL  
SPEED 0.5 mm/min  
DOWN  
LOAD >= 7 N  
STOP  
CLOCK 99 h  
RESUMEEVAL  
SPEED 0.25 mm/min  
DOWN  
LOAD >= 90 N  
STOP  
UP  
POSITION >= 0 mm  
STOP  
ENDTEST
```

μ-strain<sup>®</sup> – B3B

```
STOP  
TARE LOAD  
PAUSEEVAL  
DOWN  
SPEED 5 mm/min  
POSITION <= -2 mm  
STOP  
SPEED 0.5 mm/min  
DOWN  
LOAD >= 1 N  
STOP  
CLOCK 99 min  
RESUMEEVAL  
SPEED 1 mm/min  
DOWN  
LOAD >= 90 N  
STOP  
UP  
POSITION >= 0 mm  
STOP  
ENDTEST
```

## 8.2 Charakteristische Festigkeiten und Weibullmoduli

Verfahren		3 Punkt Biegung (3PB)			Vierkugelversuch (B3B)		
Prüfsituation							
	Charakteristische Festigkeit $\sigma_0$ / [MPa]	Weibullmodul $m$ / [-]	Charakteristische Festigkeit $\sigma_0$ / [MPa]	Weibullmodul $m$ / [-]	Charakteristische Festigkeit $\sigma_0$ / [MPa]	Weibullmodul $m$ / [-]	
Gesägt	HS: 254 [247 - 261] S39: 223 [214 - 234] MKE: 276 [264 - 290]	HS: 19 [12 - 25] S39: 11 [7 - 15] MKE: 11 [7 - 14]	HS: 171 [154 - 190] S39: 216 [206 - 226] MKE: 285 [278 - 293]	HS: 5 [3 - 6] S39: 11 [7 - 15] MKE: 19 [12 - 25]	HS: 308 [297 - 320] S39: 232 [224 - 239] MKE: 282 [274 - 291]	HS: 13 [9 - 18] S39: 16 [10 - 21] MKE: 17 [11 - 21]	
Gesägt und 3 x Eingebraunt	HS: 232 [327 - 337] S39: 277 [266 - 288] MKE: 299 [294 - 304]	HS: 33 [21 - 43] S39: 12 [8 - 16] MKE: 30 [19 - 39]	HS: 233 [213 - 254] S39: 206 [196 - 216] MKE: 279 [275 - 284]	HS: 6 [4 - 8] S39: 11 [7 - 14] MKE: 32 [21 - 42]	HS: 363 [355 - 371] S39: 276 [271 - 281] MKE: 318 [314 - 322]	HS: 23 [15 - 30] S39: 28 [18 - 37] MKE: 38 [25 - 50]	
Prüfsituation							
	Charakteristische Festigkeit $\sigma_0$ / [MPa]	Weibullmodul $m$ / [-]	Charakteristische Festigkeit $\sigma_0$ / [MPa]	Weibullmodul $m$ / [-]	Charakteristische Festigkeit $\sigma_0$ / [MPa]	Weibullmodul $m$ / [-]	
S&B	HS: 269 [259 - 279] S39: 205 [199 - 211] MKE: 278 [270 - 287]	HS: 14 [9 - 18] S39: 16 [10 - 21] MKE: 17 [11 - 22]	HS: 276 [265 - 288] S39: 208 [204 - 213] MKE: 267 [259 - 275]	HS: 12 [8 - 16] S39: 25 [16 - 32] MKE: 18 [11 - 23]	HS: 310 [295 - 326] S39: 244 [237 - 251] MKE: 295 [287 - 303]	HS: 10 [6 - 13] S39: 17 [11 - 22] MKE: 19 [12 - 25]	
S&B und 3 x Eingebraunt	HS: 335 [325 - 345] S39: 267 [262 - 273] MKE: 301 [297 - 304]	HS: 17 [11 - 23] S39: 25 [16 - 33] MKE: 46 [29 - 59]	HS: 326 [316 - 335] S39: 279 [275 - 284] MKE: 324 [320 - 329]	HS: 17 [11 - 23] S39: 33 [21 - 44] MKE: 39 [25 - 51]	HS: 375 [366 - 384] S39: 284 [280 - 288] MKE: 338 [330 - 345]	HS: 24 [15 - 32] S39: 36 [23 - 46] MKE: 23 [14 - 29]	

Tab. 3: Zusammenfassung der Ergebnisse der Weibull-Auswertung.

## 9 Literatur

- [A] <http://www.emeraldinsight.com/journals.htm?articleid=1463462&show=html>
- [B] [http://video.tu-clausthal.de/videos/inw/vorlesung/tk-ws2009/Einfuehrung\\_in\\_die\\_Grundlagen\\_der\\_keramischen\\_Formgebung.pdf](http://video.tu-clausthal.de/videos/inw/vorlesung/tk-ws2009/Einfuehrung_in_die_Grundlagen_der_keramischen_Formgebung.pdf)
- [C] [http://www.ltcc-consulting.com/LTCC\\_technology](http://www.ltcc-consulting.com/LTCC_technology)
- [Ber\_2013] R. BERMEJO, P. SUPANCIC, C. KRAUTGASSER, R. MORRELL, R. DANZER, „*Subcritical crack growth in Low Temperature Co-fired Ceramics under biaxial loading*“, Engineering Fracture Mechanics, **100**, 2013
- [Dam\_1996] R. DAMANI, R. GSTREIN, R. DANZER, „*Critical Notch-Root Radius Effect in SENB-S Fracture Toughness Testing*“, Journal of the European Ceramic Society, **16**, 1996, 695 – 702
- [Dan\_1996] R. DANZER, T. LUBE, „*New Fracture Statistics for brittle materials*“, Institut für Struktur und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, 1996, 425 – 439
- [Dan\_2007] R. DANZER, W. HARRER, P. SUPANCIC, T. LUBE, Z. WANG, A. BÖRGER, „*The ball on three balls test – Strength and failure analysis of different materials*“, Journal of the European Ceramic Society, **27**, 2007, 1481 – 1485
- [EN\_843 - 1] Advanced Technical Ceramics, „*Monolithic Ceramics, Mechanical properties at Room Temperature*“, Part 1: Determination of Flexural Strength, 1995

- [EN\_843 - 4] Advanced Technical Ceramics, „*Mechanical properties at room temperature; Vickers, Knoop and Rockwell hardness testing*“, Part 4: *Vickers, Knoop and Rockwell Superficial Hardness*, 1997
- [EN\_843 - 5] Advanced Technical Ceramics, „*Monolithic Ceramics, Mechanical Tests at Room Temperature*“, Part 5: Statistical Analysis, 1997
- [Fis\_1997] A. C. FISCHER-CRIPPS, „*Predicting Hertzian fracture*“, *Journal of Materials Science*, **32**, 1997, 1277 – 1285
- [Gon\_2002] J. GONG, J. WANG, Z. GUAN, „*A comparison between Knoop and Vickers hardness of silicon nitride ceramics*“, *Materials Letters*, **56**, 2002, 941- 944
- [Her\_1896] H.R. HERTZ, *Hertz's Miscellaneous Papers, Chapters 5&6*, Macmillan, London, U.K., 1896
- [Her\_2004] I. HERMANN, „*Anwendung und Erweiterung der Methode des Elastischen Kugeleindruckversuchs zur Bestimmung mechanischer Oberflächeneigenschaften*“, Fakultät für Naturwissenschaften, Technische Universität Chemnitz, Dissertation, 2004
- [ISO 23146] Fine Ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – „*Test methods for fracture toughness of monolithic ceramics – single - edge V- notch beam (SEVNB) method*“, 2008
- [Jay\_1977] A. JAYATILAKA, K. TRUSTRUM, „*Statistical Approach to Brittle Fracture*“, *Journal of Materials Science*, **12**, 1977, 1426 – 1430

- [Kra\_2012] C. KRAUTGASSER, „Bestimmung der Festigkeit einer LTCC Keramik in Abhängigkeit der Umgebungsbedingungen“, Institut für Struktur und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben, Diplomarbeit, 2012
- [Law\_1998] B.R. LAWN, „Indentation of Ceramics with Spheres: A Century after Hertz“, Journal of the American Ceramic Society, **81**, 1998, 1977 – 1994
- [Mak\_2013] K. MAKAROVIC, „The effect on processing conditions on the phase composition, structure and properties of low temperature co-fired ceramics“, Dissertation, 2013
- [Mor\_2001] R. MORRELL, A.J. GANT, „Edge chipping of hard materials“, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, **19**, 2001, 293 – 301
- [Rhe\_2001] Y.-W. RHEE, H.-W. KIM, Y. DENG, B. R. LAWN, „Brittle Fracture versus Quasi Plasticity in Ceramics: A Simple Predictive Index“, Journal of the American Ceramic Society, **84**, 2001, 561-565
- [Ses\_1984] S.G. SESHADRI, M. SRINIVASAN, „Hertzian Fracture Testing of Ceramics“, Ceramic Engineering and Science Proceedings, **5**, 1984, 583 – 595