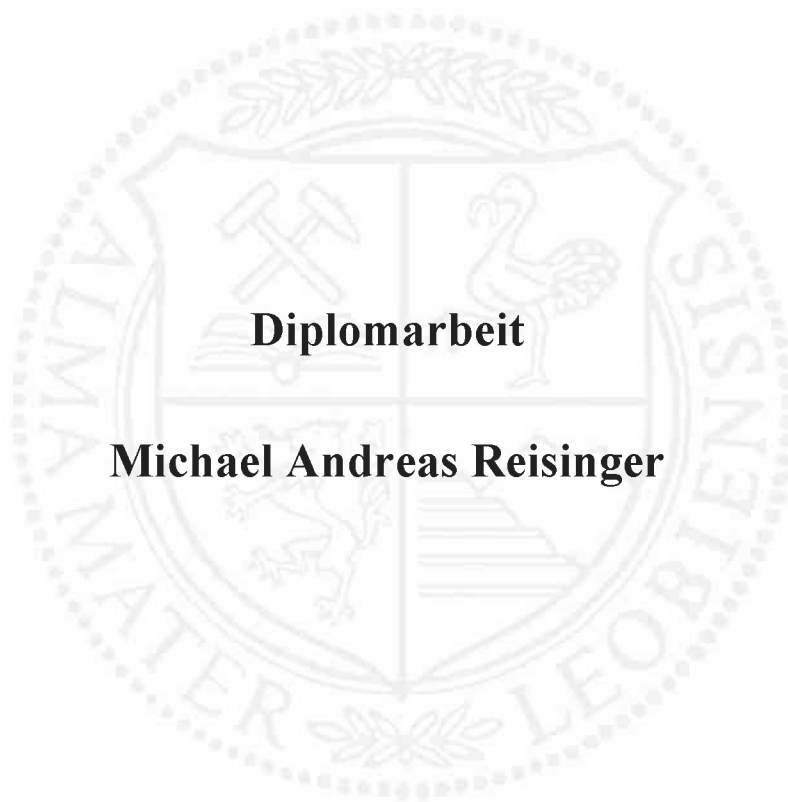


**Lehrstuhl für Materialphysik
Montanuniversität Leoben**

Mikrobiegeversuche am PicoIndenter 85



Diplomarbeit

Michael Andreas Reisinger

Leoben, Dezember 2014

Die Eidesstattliche Erklärung muss unterschrieben und mit Datum versehen in Ihrer Abschlussarbeit eingebunden werden.

EIDESSTÄTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Datum 09.12.2014



Unterschrift Verfasser/in
Michael Andreas, Reisinger
Matrikelnummer: 0735287

Danksagung

Bei Univ. Prof. Dr. Reinhard Pippan möchte ich mich für die Betreuung meiner Diplomarbeit sehr herzlich bedanken. Ohne seine schnelle Beurteilung wäre das rechtzeitige Einreichen der Diplomarbeit nicht möglich gewesen.

Besonderen Dank gilt DI Marlene Kapp, die an der Entstehung dieser Diplomarbeit einen großen Anteil hatte. Sie schulte mich in an allein verwendeten Geräte ein. Zudem konnte ich bei Problemen in der Bedienung diverser Geräten jederzeit auf ihre Hilfe zählen. Vor allem bei Aufnahmen am REM konnte sie mir mit ihrer Erfahrung wertvolle Tipps geben. Ihre Vorschläge, Ideen und Diskussionen haben meinem Verständnis dieser wissenschaftlichen Materie sehr geholfen, sodass ich den für das schreiben dieser Diplomarbeit nötigen Einblick in die Wissenschaft bekam. Vor allem ihre zügige Korrektur meiner Texte hat den Abschluss der Diplomarbeit stark vorangetrieben.

Bei Franz Hubner der meine Ideen für Probenhalter und Einfädelvorrichtung sofort umsetzt und innerhalb kürzester Zeit herstellte. Dadurch war es möglich die Versuche ohne lange Wartezeit durchzuführen.

Bei allen anderen Mitarbeitern des Erich Schmid Institutes, die mir jederzeit mit Rat und Tat zur Seite standen. Ohne ihr Zutun wäre diese Diplomarbeit nicht möglich gewesen.

Zum Schluss möchte ich noch bei meiner Familie und meinen Freunden bedanken, die mich während meines Studiums immer unterstützen. Sie verschafften den nötigen Ausgleich, sodass ich mich mit voller Kraft meinem Studium widmen konnte.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	1
1. Einleitung	3
2. Grundlagen	4
2.1. Herstellung von ultrafeinkörnigen Materialien	4
2.1.1. Überblick über SPD-Verfahren.....	4
2.1.2. Das HPT-Verfahren	5
2.2. Besonderheiten von ultrafeinkörnigen Materialien	5
2.2.1. Mikrostruktur	5
2.2.2. Statische-mechanische Eigenschaften.....	8
2.2.2.1. <i>Mikrohärteversuche</i>	8
2.2.2.2. <i>Zugversuche</i>	9
2.3. Ermüdungsverhalten	11
2.3.1. Grundlagen zur Ermüdung.....	11
2.3.2. Ermüdung von ultrafeinkörnigen Materialien.....	13
2.3.3. Einflussparameter auf Gefügestabilität.....	16
2.3.4. Schädigungsmechanismen	18
3. Experimentelle Durchführung	21
3.1. Versuchsvorbereitung	21
3.1.1. Probenherstellung	21
3.1.2. Gefügecharakterisierung	27
3.2. Versuchsaufbau	29
3.2.1. Aufbau und Funktion PicoIndenters 85 der Firma Hysitron	29
3.2.2. Probenhalter	33
3.2.3. Doppelklingengreifer	34
3.3. Versuchsdurchführung.....	40
3.4. Versuchsauswertung.....	43
4. Versuchsergebnisse	45
4.1. Härteverlauf über HPT–Scheibe.....	46
4.2. Messungen am PicoIndenter PI85 der Firma Hysitron	47
4.2.1. Vorversuche am PicoIndenter	47
4.2.2. Strukturstabilität von ultrafeinkörnigem Kupfer bei zyklischen Biegeversuchen ..	56
4.3. Die Entwicklung der Mikrostruktur	62
5. Diskussion	69
5.1. Verbesserung der PicoIndenter Einstellungen.....	69
5.2. Probleme bei zyklischen Biegeversuchen am PicoIndenter	78
5.3. Strukturentwicklung von ultrafeinkörnigem Kupfer bei zyklischer Belastung.....	83

6. Zusammenfassung und Ausblick	86
Literaturverzeichnis	88

1. Einleitung

Ufg (engl.: ultrafine-grained) Materialien sind polykristalline Werkstoffe mit einer Korngröße im Bereich von 100nm – 1µm. Durch deren feinkörniges Gefüge weisen sie ein einzigartiges Eigenschaftsprofil auf, und gewinnen zunehmend an Bedeutung. Besonders hervorzuheben sind die hohen Festigkeitswerte, die einer vergleichsweise hohen Duktilität gegenüberstehen. Da viele Bauteile im Alltag dynamisch beansprucht werden, sind neben den statisch-mechanischen Eigenschaften auch die Ermüdungseigenschaften für deren Anwendbarkeit entscheidend. Ufg Materialien können mittels diverser Hochverformungsverfahren hergestellt werden. Dabei wird das Ausgangsmaterial zu großen Scherdehnungen hochverformt. Da während der Umformung viele Defekte (Versetzungen und Korngrenzen) eingebracht werden, ist die Mikrostruktur in einem metastabilen Zustand. Durch zyklische Belastung kann es zu Strukturänderungen kommen, was sich in einer Abnahme der Ermüdungsfestigkeit wieder spiegelt.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde mittels HPT (engl.: High Pressure Torsion) hergestelltes ufg Kupfer *in situ* am PicoIndenter PI85 der Firma Hysitron auf seine Ermüdungseigenschaften untersucht. Dieses Gerät hat ein nominelles Kraftauflösungsvermögen von 3nN, sodass bereits durch geringe Strukturänderungen hervorgerufene Entfestigungen im Spannungs-Dehnungsdiagramm erkannt werden können. Da dieses Gerät zum ersten Mal für Versuche mit zyklischer Wechsellast verwendet wurde, liegt ein Schwerpunkt dieser Arbeit bei der Entwicklung der Versuchsmethodik. So wurden Biegebalken aus ufg OFHC (engl.: Oxygen Free High Conductivity) Kupfer mit unterschiedlichen Dimensionen hergestellt und zyklisch getestet. Zudem wurden unterschiedliche Regelparameter und Geräteeinstellungen ausgetestet. Mit all diesen Informationen konnte die Versuchsführung optimiert werden. Auf diese Weise konnten Strukturuntersuchungen mittels BSE (engl.: BackScattered Electrons), Inlens und EBSD (engl.: Electron Backscatter Diffraction) mit den Daten aus den *in situ* Ermüdungsversuchen verglichen werden. Dabei konnte beobachtet werden, dass zyklische Wechsellast eine Strukturvergrößerung durch Korngrenzbewegung verursachen kann.

2. Grundlagen

2.1. Herstellung von ultrafeinkörnigen Materialien

2.1.1. Überblick über SPD-Verfahren

Das Streben nach immer besseren Materialeigenschaften hat die Werkstoffwissenschaften zur Entwicklung von ufg und nc (engl.: nanocrystalline) Materialien geführt. Laut Definition sind ufg Materialien polykristalline Werkstoffe mit einer Korngröße im Bereich von 100nm – 1µm. Werkstoffe mit einer Korngröße unter 100nm werden als nanokristallin bezeichnet [1]. Durch diese spezielle Struktur weisen sie sehr hohe Festigkeiten auf, denen eine vergleichsweise hohe Duktilität gegenübersteht, wodurch diese Materialgruppe immer mehr an Bedeutung gewinnt. [2]. Mit dem steigenden Interesse an ufg Materialien wurden in den vergangenen Jahrzehnten mehrere Herstellmethoden entwickelt, die auch als SPD-(engl.: Severe Plastic Deformation) Verfahren bekannt sind. Wie der Name sagt, werden dabei Korngrößen im submikrometer Bereich durch Hochverformen von Werkstoffen erzielt. Somit können mit SPD-Verfahren sowohl ufg als auch nc Materialien produziert werden.

Im Laufe der Jahre wurden viele verschiedene Methoden zur Einbringung der Scherdehnung entwickelt. Die wohl bekanntesten sind das ECAP- (engl.: Equal Channel Angular Pressing), das HPT- und das ARB- (engl.: Accumulative Roll Bonding) Verfahren. Da die Proben im experimentellen Teil dieser Diplomarbeit mittels HPT-Verfahren hergestellt wurden, werden die anderen Verfahren nicht ausführlich diskutiert.

2.1.2. Das HPT-Verfahren

Abb. 2.1 (a) zeigt schematisch den Ablauf der Hochdrucktorsion. Die Hauptbestandteile des Umformgerätes sind zwei formgleiche Stempel, welche mit hohem Druck zusammengepresst und tordiert werden. Durch die Einbuchtungen in den Stempeln bildet sich beim Schließen ein Hohlraum, in welchem die scheibenförmige Probe platziert wird. Da die Rohlingshöhe größer als die Summe der beiden Vertiefungen ist, wird der Rohling beim Schließen gestaucht und Material fließt in Form eines Grates nach außen [3]. Die Reibung zwischen Grat und Stempel ermöglicht den Aufbau eines hohen hydrostatischen Drucks und verhindert weiteres Herausfließen des Materials. Durch Drehen des unteren Stempels, bei Stillstand des Oberen, wird die Probe verformt. Das herausgeflossene Material verhindert, dass die beiden Stempel in direkten Kontakt treten und sich gegenseitig abnutzen. Der hohe hydrostatische Druck im Stempelhohlraum unterdrückt die Bildung von Rissen und Poren. Somit kann eine hohe Scherdehnung realisiert werden, ohne dabei die scheibenförmige Probe zu beschädigen. Abb. 2.1 (b) zeigt die Probenform und das später verwendete Koordinatensystem. Dabei wird die Richtung normal auf die Stempelkontaktfläche als axial bezeichnet. In der Ebene unterscheidet man zwischen tangentialer und radialer Achse [3]. Diese Definition wird in der gesamten Diplomarbeit beibehalten.

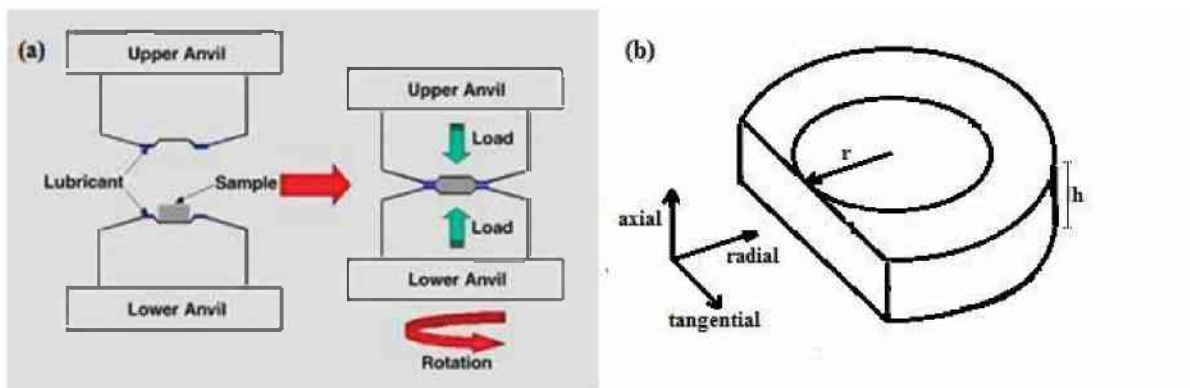


Abb. 2.1.: (a) Ablauf der Hochdrucktorsion (HPT) [4], (b) HPT-Probengeometrie und Abmessungen, sowie Definition des verwendete Koordinatensystem (angelehnt an [3]).

2.2. Besonderheiten von ultrafeinkörnigen Materialien

2.2.1. Mikrostruktur

Wie in Abb. 2.2 ersichtlich ist, hängt die ausgebildete Korngröße stark von der eingebrachten Scherdehnung ab. Diese kann mit Gleichung 2.1 beschrieben werden [3].

$$\gamma = \frac{2 \cdot \pi \cdot n}{h} \cdot r \quad (2.1)$$

Genauso wie in Abb. 2.1 (b) steht r für den radialen Abstand vom Scheibenzentrum, h für die Dicke der Scheibe und n für die Anzahl der Umdrehungen. Da die Scherdehnung linear von r abhängt, sind das Gefüge und die mechanischen Eigenschaften entlang der radialen Achse inhomogen. Ab einer bestimmten Scherung stabilisiert sich die Struktur und die Korngröße erreicht eine sogenannte Sättigung. Dadurch hat die äußere Region der HPT-Scheibe, welche den **Sättigungsgrenzwert von γ** überschreitet eine homogene Kornstruktur [3], [5].

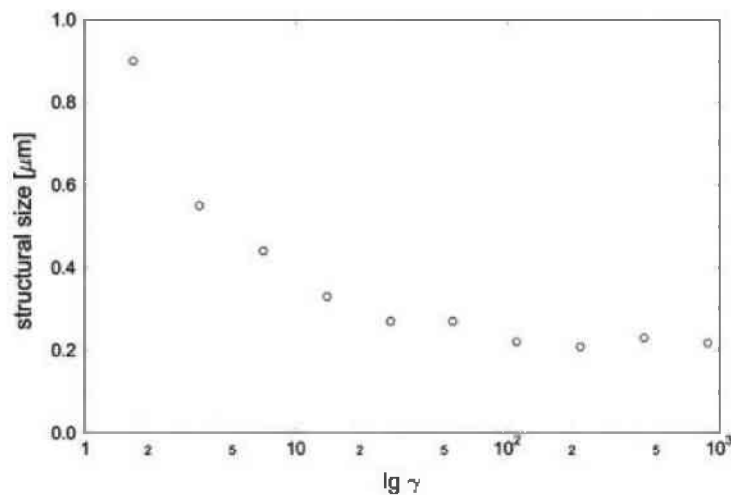


Abb. 2.2.: Abhängigkeit der Strukturgröße von der Scherdehnung [5].

Die Höhe der Scherdehnung bis zu Sättigung und die Endkorngröße hängen stark von der Versetzungsmobilität ab. Diese wird im Wesentlichen von drei Faktoren beeinflusst. Zum einen spielt die Reinheit des Materials eine große Rolle, da Unreinheiten die Versetzungsbewegung behindern. Ein weiterer wichtiger Einflussparameter ist die Stapelfehlerenergie (SFE). Bei niedriger SFE ist die Distanz zwischen zwei partiellen Versetzungen sehr hoch und die Mobilität eingeschränkt. Der dritte wichtige Faktor ist die mit Gleichung 2.2 berechenbare homologe Umformtemperatur T_H . Dabei steht T_S für die Schmelztemperatur des umgeformten Materials und T_U für die Temperatur beim Umformen. Bei hoher T_H unterstützen Diffusionsprozesse die Versetzungsbewegung während des HPT-Prozesses. Somit nimmt die Versetzungsmobilität mit steigender Temperatur zu [6].

$$T_H = \frac{T_U}{T_S} \quad (2.2)$$

In Abb. 2.3 kann die Entwicklung der Misorientierung der Körner im Laufe des HPT-Prozesses nachverfolgt werden. Als Ausgangsmaterial diente Kupfer (99,99% Reinheit), welches zu unterschiedlichen Scherdehnungen verformt wurde. Bei einer kleinen Scherdehnung von $\gamma = 2,1$ gibt es nur geringe Orientierungsunterschiede innerhalb eines Kornes des ursprünglichen Ausgangsgefüges. Bei $\gamma = 4,7$ tauchen erste große Misorientierungen zwischen weiter entfernt liegenden, neu gebildeten Körnern auf. Die Körner in der Nähe

bleiben jedoch ähnlich orientiert. Bei $\gamma = 25$ baut sich die Struktur aus einer Vielzahl kleiner, zufällig orientierter Körner auf. Lediglich in unmittelbarer Nachbarschaft können ähnlich orientierte Körner zurückbleiben. Somit nimmt der Anteil der Großwinkelkorngrenzen mit Fortdauer des HPT-Prozesses zu [5].

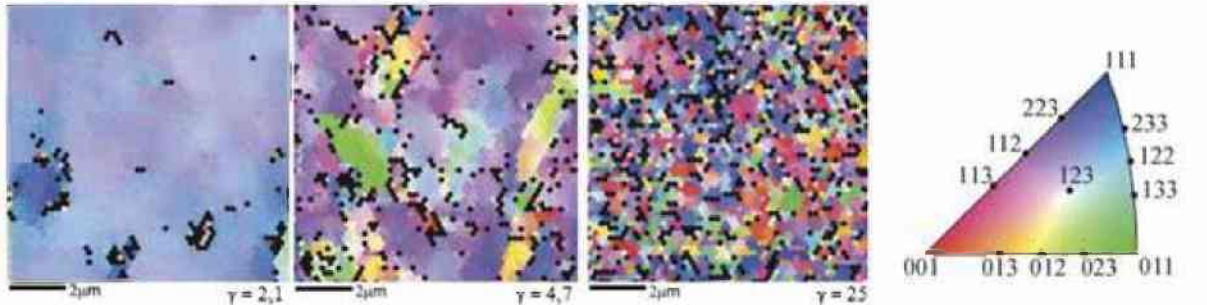


Abb. 2.3.: Orientierungslandkarten von ufg Kupfer in axialer Richtung für $\gamma = 2,1; 4,7;$ und 25 [5] und das dazugehörige Standarddreieck, welches den Farben eine Kornorientierung zuordnet.

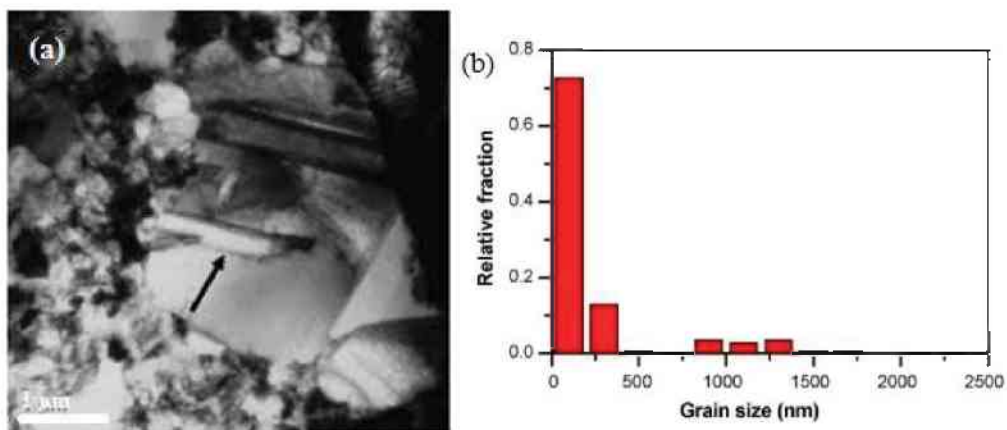


Abb. 2.4.: (a) TEM Aufnahme der Struktur von HPT verformten Kupfer mit einer Reinheit von 99,98 wt.% und (b) die dazugehörige Korngrößenverteilung [4].

Die TEM Aufnahme in Abb. 2.4. (a) zeigt die Struktur einer HPT verformten Kupferprobe mit einer Reinheit von 99,98 wt%. Dabei sind viele kleine Körner im Umkreis von großen versetzungsfreien Körnern zu sehen. Die zur Aufnahme gehörende statistische Korngrößenverteilung in Abb. 2.4. (b) veranschaulicht, dass der Volumsanteil der großen Körner nicht vernachlässigbar ist und es sich um ein bimodales Gefüge handelt. Während des HPT-Prozesses entsteht durch Reibung erhöhte Temperatur. Diese führt zu einer partiellen Rekristallisation und abnormalem Kornwachstum. Dabei werden Versetzungen ausgelöscht und neue große Körner gebildet [4].

2.2.2. Statische-mechanische Eigenschaften

Die kleiner werdende Strukturgröße beeinflusst die mechanischen Kennwerte entscheidend. Edalati et al. [6] führten verschiedenste mechanische Mikrohärt- und Zugversuche an HPT verformtem ufg Kupfer (99,99% Reinheit) durch.

2.2.2.1. Mikrohärtversuche

Abb. 2.5 zeigt die Abhängigkeit der Härte von der Vergleichsdehnung. Diese steigt mit zunehmender Scherdehnung an, bis sie im Bereich der Sättigung einen konstanten Wert erreicht. Die Härtewerte wurden ausgehend vom Probenmittelpunkt entlang der radialen Achse gemessen. Der Verlauf lässt sich mit der in Abb. 2.6 skizzierten Gefügeentwicklung erklären. Diese wird in zwei Stadien unterteilt. In Bereich I kommt es zur Versetzungsanhäufung und Subkornbildung innerhalb einzelner Körner [6]. Dadurch steigt die Härte an. Durch die zunehmende Scherdehnung sinkt in Bereich II die Subkorngröße und die Korngrenzen werden durch den größer werdenden Misorientierungswinkel besser definiert [6]. Rekristallisation setzt ein und es werden größere versetzungsfreie Körner gebildet. Der Sättigungswert ist charakterisiert von einem Härtezuwachs durch Versetzungsneubildung und einer Härteabnahme durch Versetzungsvernichtung, die sich die Waage halten [6].

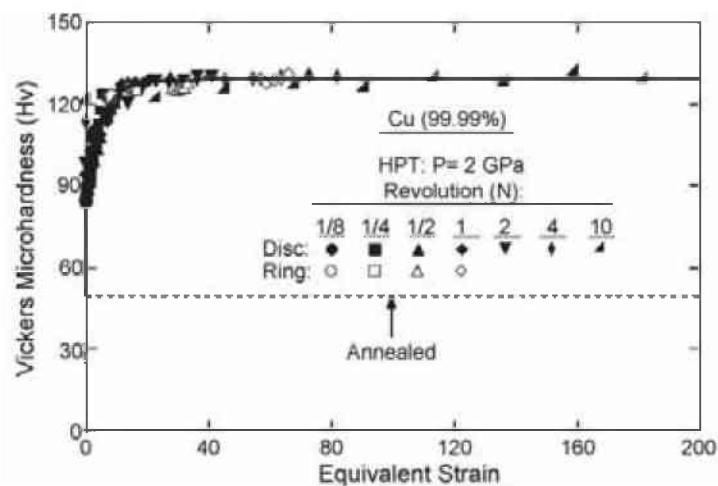


Abb. 2.5.: Verlauf der Mikrohärtigkeit in Abhängigkeit der Vergleichsdehnung für HPT verformtes Kupfer (99,99% Reinheit) [6].

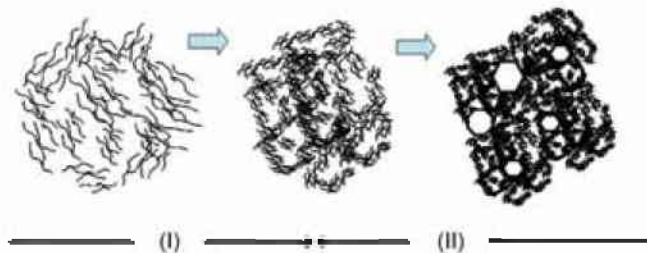


Abb. 2.6.: Eine schematische Darstellung der Stadien der Strukturentwicklung während des HPT-Prozesses [6].

2.2.2.2. Zugversuche

Abb. 2.7 zeigt die Daten der Zugversuche von Edalati et al. [6]. Die Zugproben wurden aus dem Sättigungsbereich der HPT-Scheibe entnommen. Der Anstieg der Zugfestigkeit mit zunehmender Vergleichsdehnung und anschließender Plateau Bildung ähnelt der Kurve des Härteverlaufs. Die Hall Petch Beziehung (Gleichung 2.3) bringt die Korngröße D und die Festigkeit σ in Zusammenhang. Dabei ist σ_0 die kritische Schubspannung und k_y die materialabhängige Hall Petch Konstante. Dieses Gesetz hat abhängig vom Werkstoff zumindest bis zu einem $D > 10\text{nm}$ Gültigkeit und ist somit von der Fähigkeit des Kornes Versetzungen zu speichern, die sich an der Korngrenze aufstauen limitiert [7]. Solange zunehmende Scherung zu einer Reduktion der Korngröße führt, steigt die Festigkeit an. Die Sättigung tritt ein, sobald die zunehmende Dehnung zu keiner Änderung der Strukturgröße führt [3], [6], [7], [8].

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{D}} \quad (2.3)$$

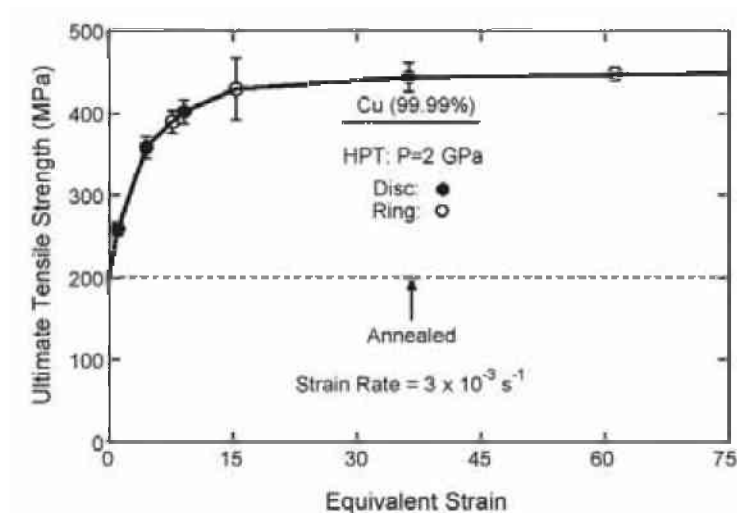


Abb. 2.7.: Verlauf der Zugfestigkeit von HPT-Kupfer (99,99% Reinheit) in Abhängigkeit der aufbrachten Vergleichsdehnung [6].

Die Veränderung der Bruchdehnung mit zunehmender Vergleichsdehnung wird in Abb. 2.8 veranschaulicht. Durch die verringerte Korngröße nimmt das Verfestigungsvermögen von feinkörnigen Werkstoffen ab, was einen Verlust der Duktilität bedeutet. Dem starken Abfall bei kleinen Vergleichsdehnungswerten folgt ein leichter Anstieg [6]. Ufg Materialien neigen zur Ausbildung von Scherbändern. Dies sind Regionen mit stark lokalisierter plastischer Dehnung, welche die Werkstoffduktilität stark einschränken. Dadurch kommt es schon bei kleinen Vergleichsdehnungen zu einem starken Abfall des homogenen Verformungsvermögens. Nach Edalti et al. [6] kann der leichte Anstieg bei großer Vergleichsdehnung mit dem Eintreten der partiellen Rekristallisation erklärt werden. Edalti et. al. [6] zeigte mit TEM-Aufnahmen, dass ein große Scherdehnung zu Strukturen mit versetzungsreichen und versetzungsarmen Körnern führten. Diese versetzungsarmen Körner sind auf Rekristallisationsprozesse zurückzuführen und bilden Bereiche mit guter homogener Verformbarkeit [6], [7].

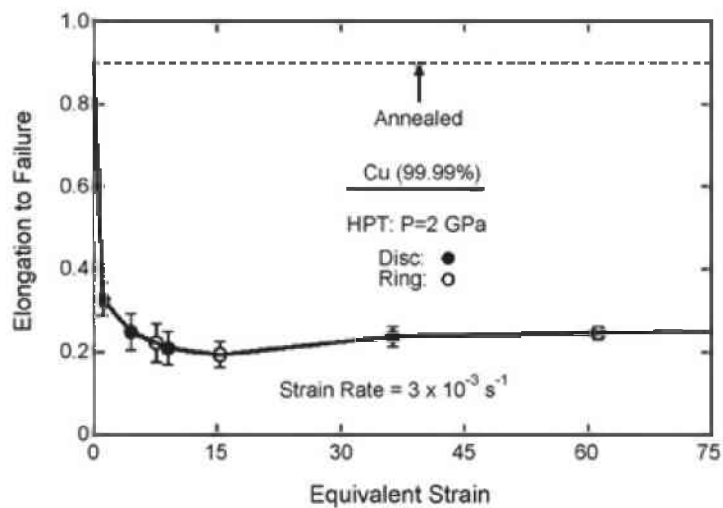


Abb. 2.8.: Verlauf der Bruchdehnung von HPT-Kupfer (Reinheit von 99,99%) in Abhängigkeit der aufgetragenen Vergleichsdehnung [6].

2.3. Ermüdungsverhalten

2.3.1. Grundlagen zur Ermüdung

Unter Ermüdung versteht man die Werkstoffschädigung durch Risseinleitung und Rissfortschritt bei häufig wiederholter Beanspruchung [9]. Bei den auf A. Wöhler zurückgehenden Schwingungsversuchen werden verschiedene Proben mit einer konstant bleibenden **Spannungsamplitude** (σ_A) beansprucht [9], [10].

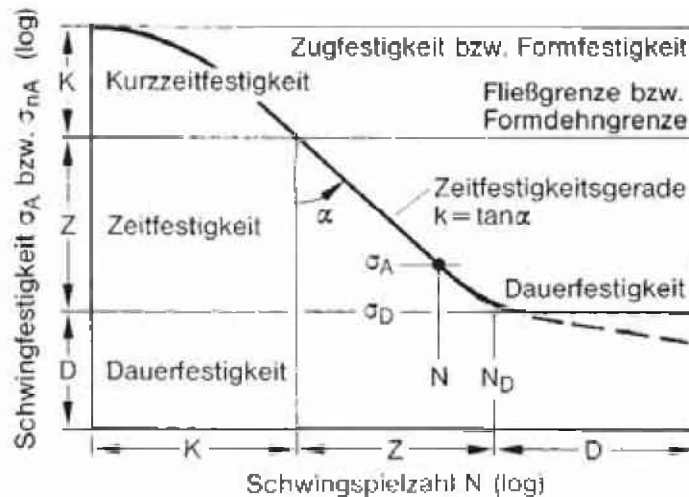


Abb. 2.9. Wöhlerlinie mit Abgrenzung der Dauerfestigkeit, Zeitfestigkeit und Kurzzeitfestigkeit [9].

Abb. 2.9 zeigt den typischen Verlauf der Wöhlerlinie. Die logarithmisch aufgetragene Schwingspielzahl N steht für die Anzahl der durchlaufenen Lastwechsel, welche zum Versagen führen. Die ebenfalls logarithmisch aufgetragene Spannungsamplitude σ_A bzw. σ_{nA} gibt die Höhe der aufgebrachten Belastung an. Je nach Anzahl der Lastwechsel kann zwischen dem Dauerfestigkeits (D)-, dem Zeitstandfestigkeits (Z)- und dem Kurzzeitfestigkeitsbereich (K) unterschieden werden. Da die Versuche dieser Diplomarbeit im Kurzzeitfestigkeitsbereich stattfinden, wird nicht weiter auf die anderen beiden Bereiche eingegangen [9].

Der Bereich der Kurzzeitfestigkeit K reicht definitionsgemäß bis zu einer Schwingspielzahl von 10^4 Lastwechsel beim Versagen und ist charakterisiert durch hohe aufgebrachte Dehnungs- bzw. Spannungsamplituden. Die Zeit- und Dauerfestigkeit liegen entsprechend der kleineren aufgebrachten Belastungsamplituden bei höheren Schwingspielzahlen. Die Kurzzeitfestigkeit wird meist dehnungsgesteuert untersucht. Dabei bleibt die Dehnungsschwingbreite $\Delta \epsilon$ konstant und die Lastwechsel bis zum Versagen werden gezählt. Entsprechend des Ausgangszustandes des zu prüfenden grobkörnigen Materials tritt während der Ermüdungsbelastung eine Verfestigung bei weichgeglühten oder Entfestigung bei kaltverfestigten Materialien auf. Bei der Verfestigung nimmt die Spannungsamplitude bei konstanter Dehnungsamplitude zu. Beim Entfestigen nehmen die Spannungswerte ab. Kommt es zur Sättigung, so bleibt die Spannungsamplitude wie die Dehnungsamplitude konstant [9].

Gleichung 2.4 beschreibt das Spannungsverhältnis R . Dabei sind σ_u die Unterspannung (Spannungsminimum) und σ_o die Oberspannung (Spannungsmaximum). Somit beschreibt R welche Beanspruchung vorliegt. Für reine Wechselbeanspruchung gilt $\sigma_o = -\sigma_u$. Daher gilt für die Versuche dieser Diplomarbeit $R = -1$. Dies besagt, dass eine Wechselbeanspruchung vorliegt, bei der die Spannungsamplitude um die Nulllage schwingt: ($\sigma_{a,zug} = |-\sigma_{a,Druck}|$). Dabei ist $\sigma_{a,zug}$ die Spannungsamplitude im Zugbereich und $\sigma_{a,Druck}$ die Spannungsamplitude im Druckbereich [9].

$$R = \frac{\sigma_u}{\sigma_o} \quad (2.4)$$

Abb. 2.10 zeigt die Abhängigkeit der Ermüdungslebensdauer von der aufgetragenen Gesamtdehnungsamplitude. Diese wird ähnlich der Wöhlerlinie in einem dehnungskontrolliert gemessenen LCF- (engl.: Low Cycle Fatigue) und einem spannungskontrolliert gemessenen HCF- (engl.: High Cycle Fatigue) Bereich unterteilt. Da im LCF- Bereich große Dehnungsamplituden vorliegen, dominiert hier die plastische Dehnung $\Delta\varepsilon_{pl}$. Im HCF- Bereich nimmt die Dehnungsschwingbreite ab und der elastische Anteil $\Delta\varepsilon_{el}$ überwiegt. Solange $\Delta\varepsilon_{el} \leq \Delta\varepsilon_{pl}$ ist, gilt die Coffin Manson Beziehung (Gleichung 2.5). Im HCF- Bereich $\Delta\varepsilon_{el} \geq \Delta\varepsilon_{pl}$ gilt das Basquin Gesetz (Gleichung 2.6). Die gesamte Dehnung $\Delta\varepsilon_t$ ergibt sich aus der Summe dieser beiden Anteile (Gleichung 2.7), wobei N_f die Zyklenzahl zum Versagenszeitpunkt ($2 \cdot N_f$ Anzahl der Lastwechsel), E der Elastizitätsmodul, σ'_f der Ermüdungsfestigkeitskoeffizient, ε'_f der Ermüdungsduktilitätskoeffizient, b der Ermüdungsfestigkeitsexponent und c der Ermüdungsduktilitätsexponent sind [11].

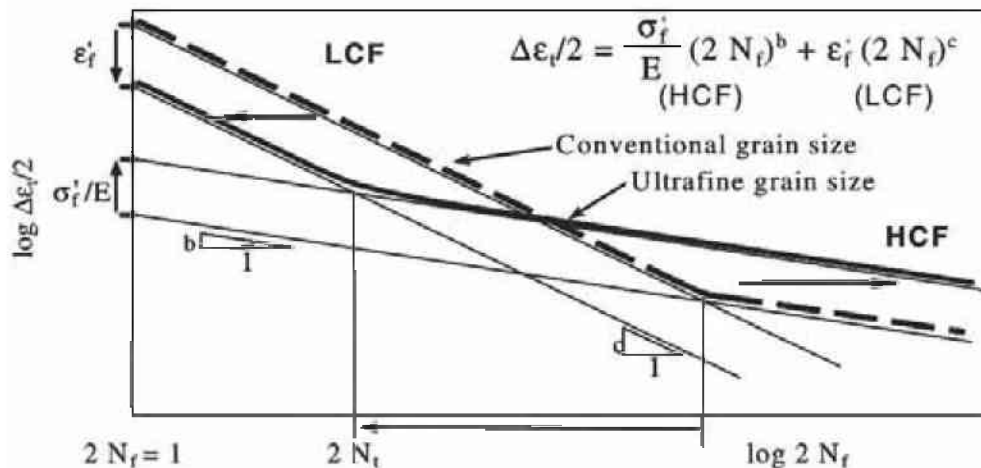


Abb. 2.10.: Abhängigkeit der Lebensdauer von der aufgetragenen Gesamtdehnungsamplitude für ufg und grobkörnige Materialien [11].

$$\frac{\Delta \varepsilon_{el}}{2} = \varepsilon'_f * (2N_f)^c \quad (2.5)$$

$$\frac{\Delta \varepsilon_{pl}}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} * (2N_f)^b \quad (2.6)$$

$$\frac{\Delta \varepsilon_t}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} * (2N_f)^b + \varepsilon'_f * (2N_f)^c \quad (2.7)$$

2.3.2. Ermüdung von ultrafeinkörnigen Materialien

Bei Materialien mit konventioneller Korngröße zeigt die zyklische Festigkeit nur eine schwache Korngrößenabhängigkeit [11]. Diese beruht lediglich auf der Änderung der statisch-mechanischen Eigenschaften, welche das Ermüdungsverhalten beeinflussen. Bei ufg Materialien hängt jedoch die zyklische Festigkeit stark von der Korngröße ab. Thiele et. al. [12] und Klemm et. al. [13] sahen eine Beziehung ähnlich dem Hall-Petch Gesetz für die statische Festigkeit, welche mit Gleichung 2.8 beschrieben wird.

$$\sigma_s = \sigma_{s,\rho} + \sigma_{s,GB} \quad (2.8)$$

Dabei ist σ_s die zyklische Festigkeit in der Sättigung, bei einer konstanten plastischen Dehnungsamplitude. Diese setzt sich aus dem Anteil der Versetzungsdichte $\sigma_{s,\rho}$ und dem Anteil der Korngrenzen $\sigma_{s,GB}$ zusammen. Abb. 2.11 zeigt den Einfluss der Korngröße auf $\sigma_{s,GB}$ bei einem dehnungsgesteuerten Versuch mit einer plastischen Dehnungsamplitude von $\Delta \varepsilon_{pl}/2 = 2 * 10^{-3}$ für verschiedene Nickelwerkstoffe. Bei Korngrößen über $4 \mu\text{m}$ wird die zyklische Festigkeit nur von der Versetzungsdichte bestimmt. Hier ist der durchschnittlich zurückgelegte Weg der Versetzungen sehr viel kleiner als die Korngröße. Dadurch haben die Korngrenzen keinen Einfluss auf deren Beweglichkeit und $\sigma_{s,GB}$ ist null. Unter diesem Grenzwert behindert das Spannungsfeld der Korngrenzen die Versetzungsbewegung. Bei weiterer Reduktion von D wird dieser Einfluss immer größer und die Festigkeit steigt weiter an [11], [12], [13].

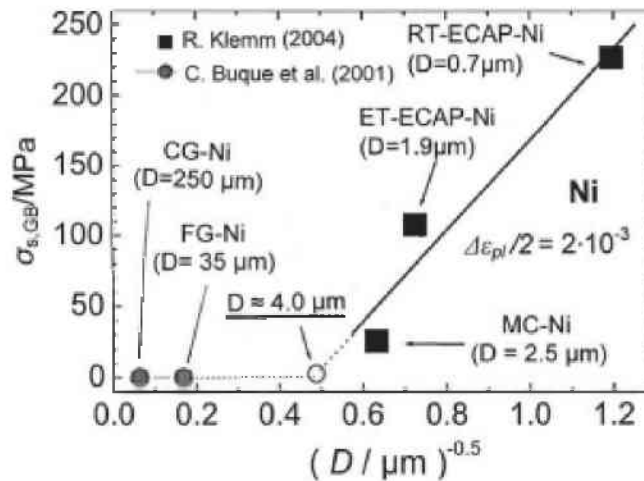


Abb. 2.11.: Die Abhängigkeit des Korngrenzanteils der zyklischen Festigkeit von der Korngröße D für Nickel (Ni) mit verschiedenen Korngrößen [11].

(CG: grobkörnig; FG: feinkörnig; MC: mikrokristallin; RT-ECAP: ECAP bei Raumtemperatur; ET-ECAP: ECAP bei erhöhter Temperatur)

Aufgrund der veränderten statisch-mechanischen Eigenschaften, zeigen ufg Metalle eine veränderte Lebensdauer bei Ermüdungsversuchen. Allgemein lässt sich festhalten, dass ufg Metalle je nach Belastungsamplitude schneller oder langsamer, als die vergleichbaren grobkörnigen Werkstoffe versagen. Abb. 2.10. zeigt die unterschiedliche Ermüdung von grobkörnigen und ufg Materialien. Bei hohen Dehnungsamplituden haben ufg Materialien im Vergleich zu grobkörnigen Materialien mit derselben Zusammensetzung eine geringere Ermüdungslebensdauer. Dies beruht auf der reduzierten Duktilität der ufg Werkstoffe, welche im LCF-Bereich ein entscheidender Parameter ist. Da im HCF-Bereich die Festigkeit für die Lebensdauer ausschlaggebend ist, ertragen ufg Materialien im Vergleich zu Materialien mit konventioneller Korngröße eine höhere Bruchlastspielzahl bei selber Dehnungsamplitude [11].

Bei der zyklischen Belastung von ufg Werkstoffen kann es zu einer Entfestigung oder einer Verfestigung mit oder ohne eintretender Sättigung kommen, die auf eine Strukturänderung, im Speziellen auf eine Vergrößerung der Kornstruktur, zurückgeführt werden kann. Neben der Scherbandbildung ist dieser Vorgang hauptverantwortlich für die Entfestigung von ufg Werkstoffen. Nach dem SPD-Prozess haben Werkstoffe ein Gefüge mit hoher Versetzungsdichte und komplizierten Versetzungsstrukturen. Die so gespeicherte Energie führt zu einem metastabilen Zustand. Das Aufbringen einer zyklischen plastischen Dehnung kann zur Gefügestabilität führen und Strukturänderungsprozesse initialisieren, beispielsweise führen dynamische Erholung und Rekristallisation zu Kornwachstum.

Höppel et. al. [14] konnte sowohl bei dehnungs- als auch bei spannungsgesteuerten Versuchen eine Entfestigung beobachten. So nahm wie in Abb. 2.12 (a) ersichtlich die Dehnungsamplitude in spannungsgesteuerten Versuchen stark zu und in dehnungsgesteuerten Versuchen -wie in Abb. 2.12 (b) ersichtlich- fiel die Spannungsamplitude stark ab. Die Höhe der Entfestigung und der Zeitpunkt des Einsetzens hängen stark von der aufgebrachten Amplitude ab [14].

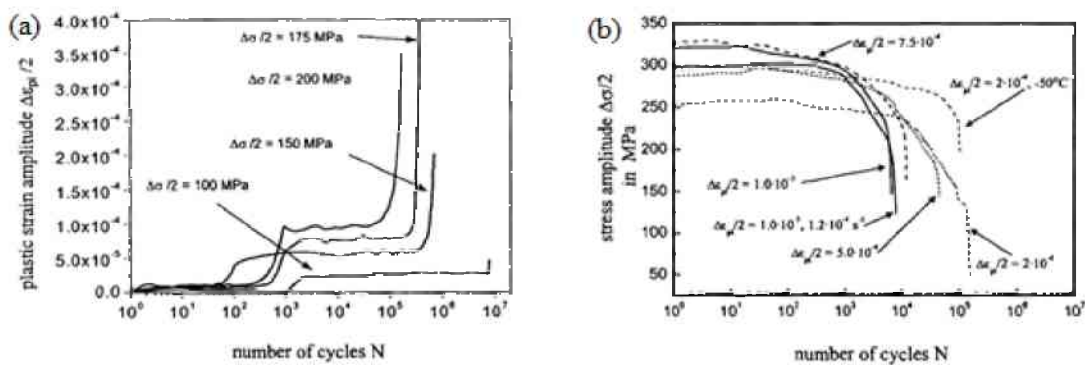


Abb. 2.12.: (a) Zunahme der Dehnungsamplitude bei spannungsgesteuerten Versuchen; (b) Abnahme der Spannungsamplitude bei dehnungsgesteuerten Versuchen [14].

Ist die zyklische angelegte Spannungs- bzw. Dehnungsamplitude groß genug, kann sie Kornwachstum aktivieren. Somit ist Kornwachstum erst ab einem gewissen Amplitudenschwellwert möglich. Abb. 2.13. zeigt die Abhängigkeit der zyklischen Entfestigung von der aufgebrachten plastischen Dehnungsamplitude. Die Entfestigung kann durch die von Höppel definierte Kennzahl *CSR* (engl.: *Cyclic Softening Ratio*) bestimmt werden. *CSR* kann mit Gleichung 2.9 berechnet werden. Dabei sind $\sigma_{a, Start}$ die Spannungsamplitude zu Beginn und $\sigma_{a,0,5 Lebensd.}$ die Spannungsamplitude bei halber Ermüdungslebensdauer.

$$CSR = 1 - \frac{\sigma_{a,0,5 Lebensd.}}{\sigma_{a,Start}} \quad (2.9)$$

Somit steigt der Wert für *CSR* mit zunehmender Entfestigung an. Aus Abb. 2.13 ist ersichtlich, dass die Entfestigung ab einem gewissen Schwellwert bei kleinen Dehnungsamplituden mit zunehmender Dehnungsamplitude bis zu einem Maximum ansteigt. Bei großen Amplituden ist die Probenlebensdauer entscheidend verkürzt und Versagen tritt ein, bevor kornwachstumsinduzierte Entfestigung stattfinden kann. Somit sinkt *CSR* ab einem Maximalwert aufgrund der kurzen Lebensdauer bei hoher Dehnungsamplitude wieder ab [15], [14].

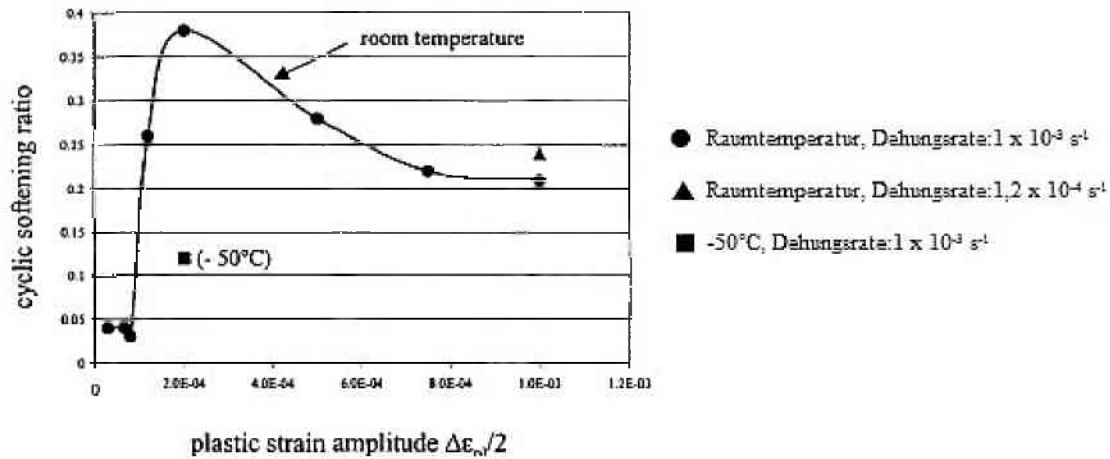


Abb. 2.13.: Zyklische Entfestigung in Abhängigkeit von der plastischen Dehnungsamplitude bei unterschiedlichen Bedingungen für ufg Kupfer [14].

2.3.3. Einflussparameter auf Gefügestabilität

Das Ausmaß des Kornwachstums wird von vielen versuchsabhängigen und materialabhängigen Parametern bestimmt. Zu den versuchsabhängigen Parametern zählen unter anderem die Belastungsamplitude, die Dehnrates und die Temperatur. Zu den materialabhängigen Einflüssen zählen die Zusammensetzung und der relative Anteil an Großwinkelkorngrenzen.

Abb. 2.14. vergleicht die mit TEM untersuchten Mikrostrukturen von ECAP Kupfer vor und nach dehnungsgesteuerten Versuchen. Dabei zeigt Abb. 2.14 (a) das lamellenförmige feinkörnige Ausgangsgefüge. Die Struktur nach dem dehnungsgesteuerten Versuch mit einer Amplitude von $\Delta\epsilon_{pl} = 0,1\%$ wird in Abb. 2.14 (b) dargestellt. Beim Versagen lag die Spannungsamplitude nur noch bei der Hälfte des Ausgangswertes. Diese Entfestigung ist eine Folge der Gefügeentwicklung, bei der infolge des Wachstums einzelner Körner, wenige große Körner von vielen kleinen Körnern umgeben sind. Der große Kontrastunterschied weist auf einen hohen Orientierungsunterschied hin. [16], [17].



Abb. 2.14.: (a) Mikrostruktur von Kupfer nach ECAP; (b) Mikrostruktur nach dehnungsgesteuerter zyklischer Belastung [17].

Die Korngrenzmobilität steigt mit zunehmender Temperatur. So wirken sich hohe Temperaturen negativ auf die Strukturstabilität aus. Abb. 2.13 vergleicht den Temperatureinfluss bei gleicher Dehnrates und Dehnungsamplitude. Es ist ersichtlich, dass die Entfestigung bei -50°C viel geringer ist als bei Raumtemperatur [14].

Trotz zahlreicher Versuche ist der Dehnrateseinfluss noch nicht vollständig geklärt. Abb. 2.13 weist darauf hin, dass eine höhere Dehnrates das Kornwachstum unterdrückt [14]. Laut Kwan et. al. [16] gibt es dafür zwei mögliche Erklärungen. Zum einen erhöht die gesteigerte Dehnrates die Fließspannung, wodurch sich die plastische Dehnungsamplitude pro Zyklus verringert. Zum anderen beeinflusst die Dehnrates die Lebensdauer der Probe. Bei hoher Dehnrates treten plastische Instabilitäten früher auf und den Körnern bleibt weniger Zeit zum Wachsen [16].

Laut Kwan et. al. [16] ist die Ausgangsstruktur ein weiterer entscheidender Faktor für die Strukturstabilität. Diese hängt stark von der gewählten Umformmethode und dessen Prozessparametern ab. Bei unterschiedlichen ECAP Routen werden verschiedene Korngeometrien gebildet. Dabei unterscheidet man hauptsächlich zwischen Strukturen mit achsengleichen oder gestreckten Körnern. Diese beiden Varianten unterscheiden sich sowohl in ihren statisch-mechanischen Eigenschaften, als auch in ihrer Strukturstabilität. Gestreckte Körner entfestigen stärker durch Kornwachstum. Die Prozessführung beeinflusst auch den Orientierungsunterschied zwischen den Körnern. Der Volumensanteil der Großwinkelkorngrenzen nimmt mit der Anzahl der ECAP Durchgänge zu. Laut Hebesberger et. al. [5] nimmt der Anteil der Großwinkelkorngrenzen bei der HPT-Verformung mit der Höhe der aufgetragten Scherdehnung bzw. mit Anzahl der Umdrehungen zu. Diese hemmen bei Ermüdungsversuchen an ECAP verformten Werkstoffen die dynamische Rekristallisation und wirken somit strukturstabilisierend. Dadurch ändert sich das Verhalten bei zyklischer Belastung und anstelle einer Entfestigung kommt es zum Erreichen eines Sättigungswertes [16]. Canadinc et. al. [18] beobachtete für mittels ECAP hergestellten ufg Aluminium Legierungen eine ähnliche Abhängigkeit der Strukturstabilität von dem Anteil der Großwinkelkorngrenzen und der Korngeometrie [16], [18].

Die Korngrenzmobilität hängt auch von der Zusammensetzung des ufg Metalls ab. Unreinheiten an den Korngrenzen können diese fixieren und die Ermüdungslebensdauer entscheidend verbessern. Mit zunehmendem Gehalt der Verunreinigung sinkt die Neigung zum Kornwachstum. Die Entfestigung wird unterdrückt und so können diese ufg Metalle sogar zyklisch verfestigen [16].

2.3.4. Schädigungsmechanismen

Zusätzlich zum Kornwachstum tritt bei ufg Materialien eine weitere Schädigung in Form von Scherbändern und anschließender Rissbildung auf.

Laut Goto et. al [2] treten bei ufg Materialien die ersten Oberflächendefekte in Form von Scherbändern bereits sehr früh auf. Diese breiten sich mit zunehmender Zyklenzahl aus, wodurch es in späterer Folge zum Versagen kommt. Die dafür erforderlichen Zyklen hängen vom Material und der Spannungs- bzw. Dehnungsamplitude ab. Die Schädigung des Materials bei hohen Zyklenzahlen spiegelt sich durch den deutlichen Härteabfall in Abb. 2.15 wieder [2].

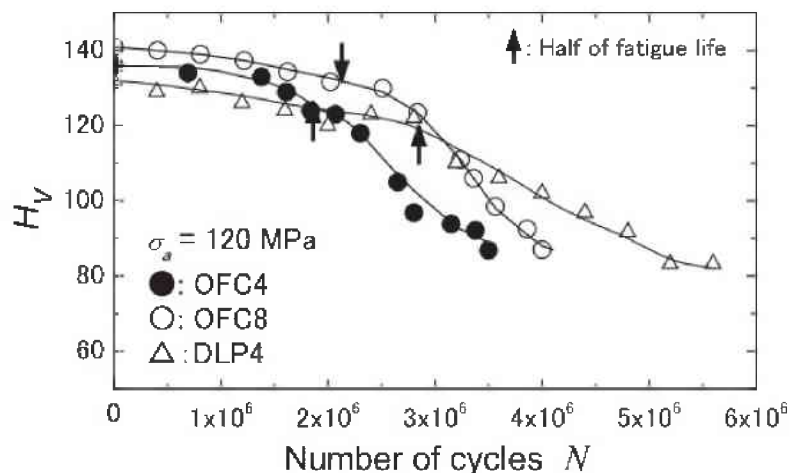


Abb. 2.15.: Änderung der Mikrohärtigkeit von OFC4, OFC8 und DLP4, während eines spannungsgesteuerten Ermüdungsversuches mit $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$

(OFC4: Oxygen-Free Copper (99 wt% Cu mit 4 ECAP Durchgängen behandelt; OFC8: OFC mit 8 ECAP Durchgängen; DLP4: Deoxidized Low-Phosphorous Copper (99,95 wt% Cu) mit 4 ECAP Durchgängen) [2].

$$n_v \propto D \quad (2.10)$$

Gil Sevillano et. al. [7] beschreibt in Gleichung 2.10, dass der Verfestigungsexponent n_v direkt proportional zur Korngröße D ist. Das bedeutet für feinkörnige Werkstoffe ein verringertes Verfestigungsvermögen, wodurch diese Werkstoffe zu lokalisierter Verformung neigen können. Diese lokalisierte Verformung kann zur Bildung von Scherbändern führen. Bei ufg Metallen welche mittels ECAP Prozess hergestellt wurden, liegen die Scherbänder parallel zur Scherrichtung des letzten Pressdurchganges. In Abb. 2.16. ist gut ersichtlich, dass es innerhalb der Bänder zu einem leichten Kornwachstum und einer Kornrotation kommt. Der exakte Mechanismus hinter der Scherbandbildung ist weiterhin ungeklärt. Diese ist unabhängig vom Belastungsmodus und kann sowohl an dehnungsgesteuerten als auch an spannungsgesteuerten Versuchen beobachtet werden. Dabei liefert die Scherbandbildung neben dem Kornwachstum einen weiteren Beitrag zu einer zyklisch induzierten Entfestigung [2], [7], [11].

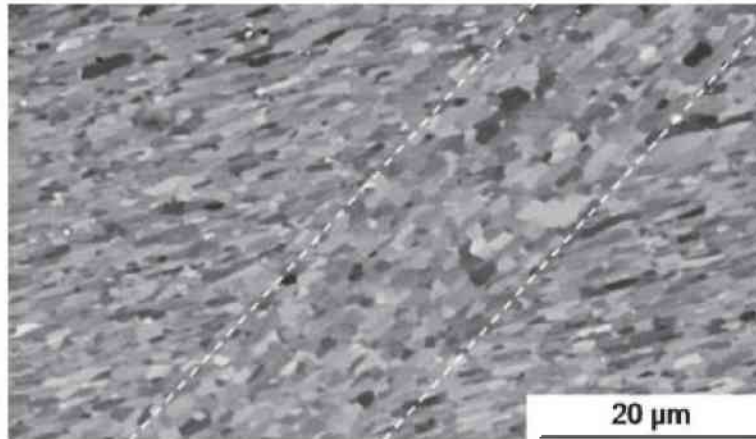


Abb. 2.16.: Scherband von ufg Aluminium nach einen Ermüdungsversuch an Raumtemperatur [11].

Kremmer konnte bei zyklischen Mikrobiegebalkenversuchen an OFHC Kupfer Scherbänder beobachten, die sich im Bereich des maximalen Biegemoments nahe der Einspannung gebildet haben. Zudem beobachtete er die Bildung von Gleitstufen innerhalb einzelner Körner. Diese entwickelten sich im Laufe des Versuchs zu Extrusionen und Intrusionen. Weiters wurden die Körner aus dem Kornverbund hinausgedrückt, wodurch erste Anrisse entstanden sind, die mit zunehmender Zyklenzahl gewachsen sind und somit zum Versagen führten.



Abb. 2.17.: Durch zyklische Ermüdung induzierte Gleitstufe innerhalb eines Korns [19].

Goto et. al. [2] beobachtete an der Probenoberfläche die Bildung von Aufwölbungen, welche annähernd parallel zur Scherrichtung des letzten ECAP Pressdurchgangs waren. Von diesen in Abb. 2.18 dargestellten Defekten gehen später Risse aus.

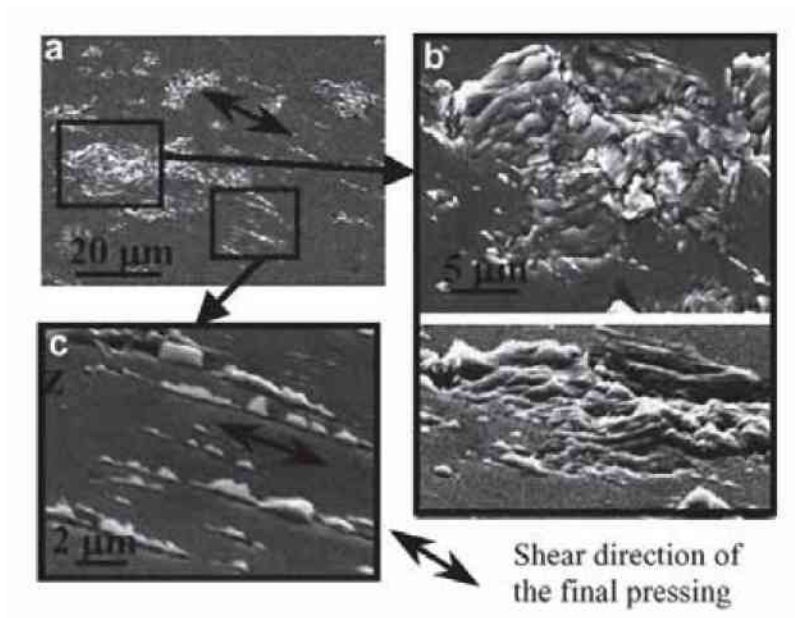


Abb. 2.18.: REM-Aufnahmen der geschädigten Oberflächen von OFC8 bei spannungsgesteuerten Versuchen mit $\sigma_a = 240\text{MPa}$: (a) Makroskopische Aufnahme; (b) und (c) Nahaufnahmen der markierten Bereiche [2].

3. Experimentelle Durchführung

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden zum ersten Mal am ESI (Erich Schmid Institut) zyklische Ermüdungsversuche am PicoIndenter 85 der Firma Hysitron durchgeführt. Da die Aufgabenstellung der von Thomas Kremmer verfassten Diplomarbeit stark ähnelt, gibt diese bereits Aufschluss über den Versuchsablauf. Allerdings wurden seine Versuche mit einem Indenter der Firma ASMEC durchgeführt. Die besondere Herausforderung bestand darin, den Versuchsaufbau derart zu adaptieren, dass zyklische Mikrobiegeversuche mit dem Pico-Indenter 85 durchgeführt werden können. Obwohl sowohl die Software als auch die Hardware nicht für zyklische Wechselversuche konzipiert sind, hat der PicoIndenter gegenüber dem ASMEC den großen Vorteil, dass die nominelle Kraftauflösung 3nN beträgt, wodurch bereits geringe Entfestigungen erkannt werden können.

3.1. Versuchsvorbereitung

3.1.1. Probenherstellung

Die Probenherstellung erfolgt in mehreren unterschiedlichen Schritten. Als Ausgangsmaterial diente OFHC Kupfer mit einer Reinheit von 99,95%. Da in der Diplomarbeit von T. Kremmer ein ähnliches Material verwendet wurde, lassen sich spätere Versuchsergebnisse vergleichen. Mittels HPT-Verfahren wurde das Ausgangsmaterial zu ufg Kupfer umgeformt. Bevor der Rohling in die HPT-Maschine eingesetzt werden konnte, mussten die Stempel und die Probe sandgestrahlt werden. Dadurch wurden an der Oberfläche anhaftende Unreinheiten entfernt. Zudem erhöht das Sandstrahlen die Oberflächenrauigkeit wodurch die Reibkräfte beim späteren Umformen steigen. Dadurch konnte das Durchrutschen des Stempels beim Tordieren vermieden werden. Nach Einsetzen des Rohlings wurde dieser gestaucht und wie in Kapitel 2 beschrieben umgeformt. Die verwendeten Versuchsparameter sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst. Die relativ hohe Anzahl an Umdrehungen gewährleistete einen Sättigungsbereich der sich über den Großteil des Probendurchmessers erstreckt und in dem sich eine homogene Kornstruktur einstellt.

Stempeldruck	3,68 [GPa]
Anzahl der Umdrehungen	8
Umformtemperatur	RT
Scheibendurchmesser	30 [mm]
Scheibendicke	7 [mm]

Tabelle 3.1.: Parameter des HPT-Prozesses

Die HPT-Scheibe hatte einen Durchmesser von 30mm und eine Höhe von 7mm. Mittels Secotom wurde diese in zwei Hälften geteilt. Abb. 3.1 zeigt jene Hälfte, welche für die weitere Probenpräparation verwendet wurde. Die weitere mechanische Probepräparation wurde mit einer Diamantdrahtsäge durchgeführt. Die Schnittführung ist schematisch in Abb. 3.1 durch die schwarze gestrichelte Linie gekennzeichnet. Dabei wurde zuerst eine ca. 1mm dicke Scheibe heruntergeschnitten. Anschließend wurden die Grate entfernt und die Scheibe halbiert. Aus dem resultierenden Plättchen wurden 15mm lange Stäbchen herausgeschnitten. Die blaue Markierung zeigt den Ursprung eines Probenstäbchens auf der HPT-Gesamtprobe. Die Abmessungen dieser Markierung sind nicht maßstabsgetreu. Für die Schritte der mechanischen Bearbeitung ist es wichtig, dass das Stäbchen am Ende einen quadratischen Querschnitt hat. Es ist von Vorteil, wenn dieser möglichst klein ist, da so die nötige Weiterverarbeitung beschleunigt wird.

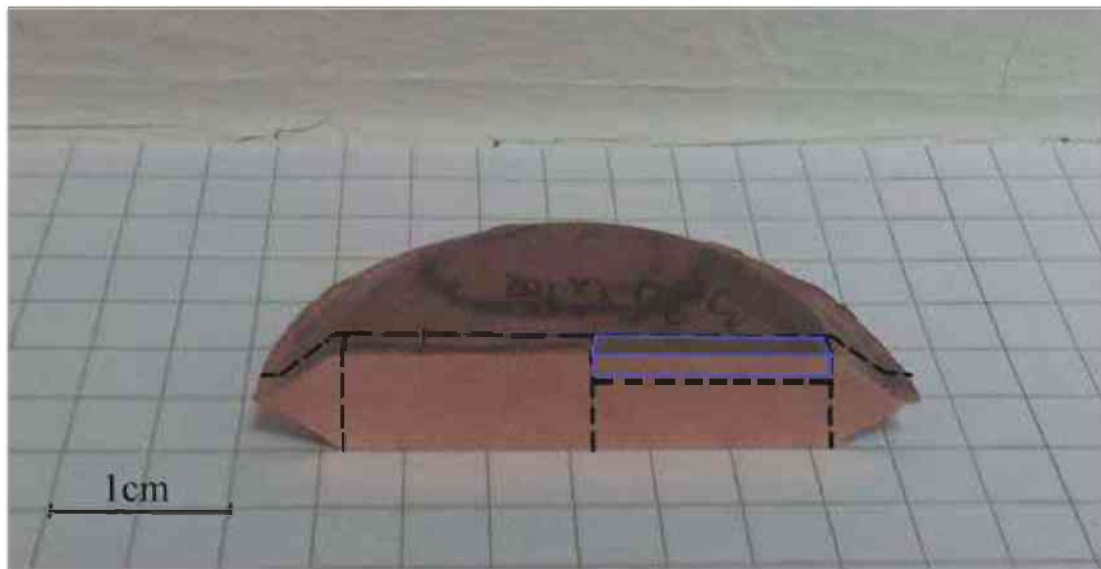


Abb. 3.1.: HPT-Scheibenhälfte, mit schematisch eingezeichneter Schnittführung (schwarze gestrichelte Linie). Die Probenposition auf der globalen HPT-Probe ist mit blauer Markierung skizziert.

Die durch die mechanische Bearbeitung erhaltenen Stäbchen wurden nun in Messinghalter eingespannt und elektrochemisch geätzt. Bei diesem Verfahren wurde die Kupferprobe durch das in Abb. 3.2 dargestellte Gerät periodisch auf- und abbewegt (siehe Pfeilmarkierung). Am tiefsten Punkt tauchte die Probe in ein elektrolytisches Bad ein. Die Zusammensetzung des Elektrolyten wird in Tabelle 3.2 zusammengefasst. Durch das Anlegen einer Gleichspannung zwischen Probe und Elektrolyt, kommt es zum Materialabtrag und die durch die Herstellungsrouten entstandene Bearbeitungsschicht wurde entfernt. Das Kupferstäbchen stellt den positiven Pol und der Elektrolyt den negative Pol dar. Da das Stäbchen an der Spitze am längsten im Elektrolyt verweilte, war der Materialverlust dort am größten und eine nadelförmige Probe blieb zurück. Je kleiner der Spitzenradius am Ende war, desto weniger Zeit wurde für die anschließende Präparation am FIB (engl.: Focused Ion Beam) benötigt. Tabelle 3.3 zeigt die verwendeten Parameter des elektrochemischen Ätzens.



Abb. 3.2.: Apparatur zum Eintauchen der Probe und Elektroden zur Spannungsanlegung..

Bestandteil	Menge
Wasser	50 – 70 %
Phosphorsäure	15 – 35 %
Ethanol	15 – 25 %
Propan-1-ol	<10 %
Harnstoff	<1 %

Tabelle 3.2.: Zusammensetzung des verwendeten Elektrolyt D2 der Firma Struers [19].

Verwendeter Elektrolyt	Elektrolyt D2 (Firma Struers)
Gleichspannung	2,2 [V]
Durchschnittliche Ätzdauer	3 [h]
Umlaufzeit	10 [sek]

Tabelle 3.3.: Parameter für das elektrochemischen Ätzen.

Die Endgeometrie des Biegebalkens wurde mit dem FIB präpariert. Dazu wurde die nadel-förmige Probe wie in Abb. 3.3 in den Halter des PicoIndenter 85 eingelegt und fixiert. Die Probe darf danach nicht mehr herausgelöst werden, da eine exakte Ausrichtung nach der FIB-Präparation unmöglich wäre. Abb. 3.4 zeigt den Einblick in die Vakuumkammer des am ESI verwendeten FIB. Darin befindet sich zusätzlich zur FIB- eine REM- (Rasterelektronen Mikroskop) Säule. Die Probe war um 54° gekippt, sodass sie im rechten Winkel zur Ionenquelle stand. Befindet sich die zu schneidende Stelle im Koinzidenzpunkt, kann diese im FIB und REM zugleich betrachtet werden. Dadurch kann man den Materialabtrag live mitverfolgen und die Einstellungen bei Bedarf adaptieren. Der Materialabtrag hängt stark von dem verwendeten Ionenstrom ab. Bei hohen Strömen treffen mehr Ionen auf die Oberfläche und es werden mehr Atome von der Oberfläche losgelöst. Hohe Ströme haben den Nachteil, dass die Schnittgenauigkeit abnimmt und die Schädigung des umgrenzenden Materials steigt. Zudem hat die Schnittoberfläche eine höhere Rauigkeit, wodurch Gefügestrukturen im REM nur mehr bedingt aufgelöst werden können. So muss der Ionenstrom immer an die Anforderung des Schnittes angepasst werden.

Abb. 3.5 (a) – (d) zeigt den chronologischen Ablauf der Probenpräparation mittels FIB mit einer Serie von REM-Aufnahmen. In Abb. 3.5 (a) ist die nadelförmige Probe nach dem elektrochemischen Ätzen zu sehen. Zu allererst wurde ein quaderförmiger Balken herausgeschnitten. Dieser war etwas größer als die geforderte Endgeometrie. Da es sich um sehr grobe Schnitte handelte und relativ viel Material abgetragen werden musste, wurde dafür ein hoher Ionenstrom von 5nA verwendet. Die geforderte Endgeometrie in Abb. 3.5 (d) wurde mit Strömen von 100pA geschnitten. Um am Ende eine perfekt glatte Oberfläche zu erhalten, wurde die zu untersuchende Seitenfläche nochmals mit 50pA nachpoliert. Diese letzte Politur durfte erst kurz vor Versuchsstart durchgeführt werden, da Kupfer zur Oxidation neigt, würde sich auf der Probenoberfläche eine Oxidschicht bilden. Diese würde die aufzulösende Struktur bedecken, wodurch wichtig Informationen verloren gehen würden.

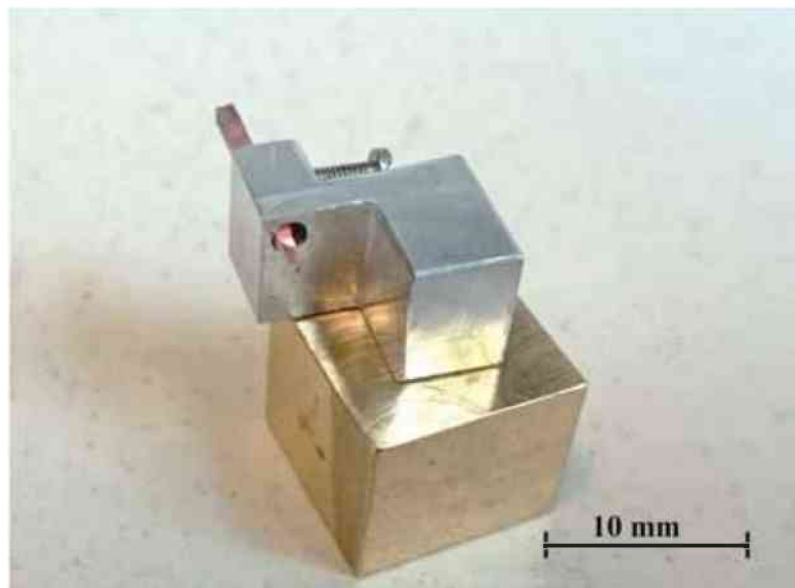


Abb. 3.3.: Messingblock mit Probenhalter des PicoIndenter und angebrachter Kupferprobe.

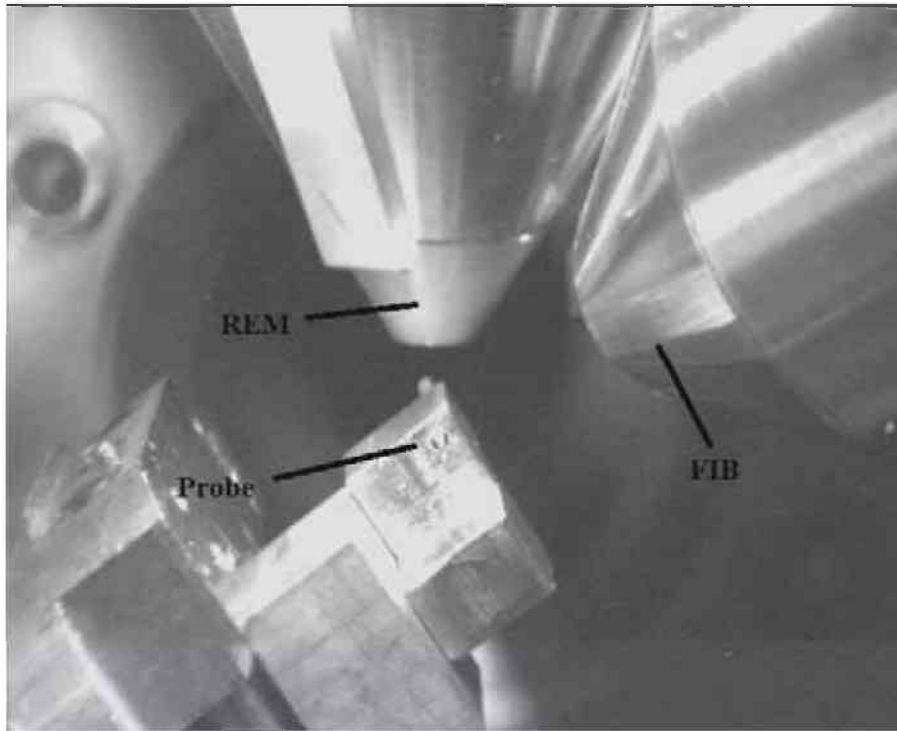


Abb. 3.4.: Vakuumkammer des FIB mit eingebauter Probe, REM- und FIB-Säule

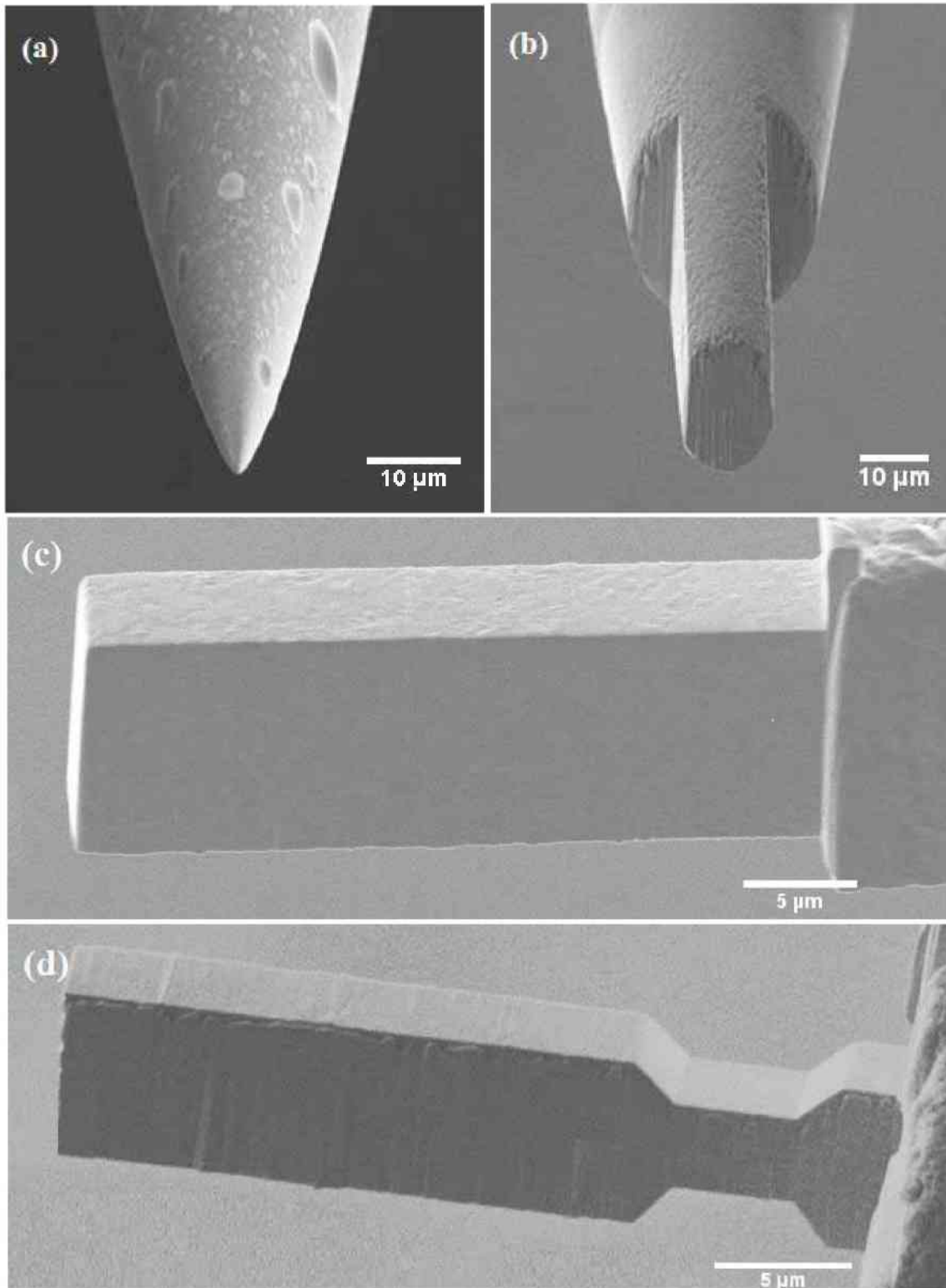


Abb. 3.5.: Chronologie der Probenpräparation mittels FIB; (a) Nadelförmige Ausgangsform; (b) und (c) freischneiden des Balkens; (d) Endgeometrie des Biegebalkens mit Verjüngung vor der Endpolitur.

3.1.2. Gefügecharakterisierung

Um die Strukturentwicklung aufgrund der zyklischen Beanspruchung verfolgen zu können, musste zuerst die Ausgangsstruktur bestimmt werden. Wie Abb. 3.6 zeigt unterscheidet man zwischen zwei Seiten des Biegebalkens. So gibt die blaue Fläche den Gradienten- und die rote Fläche den Bereich der Randfaser an. Im Zuge dieser Diplomarbeit wurde lediglich der Gradientenbereich auf Veränderungen untersucht. Es wurden mittels REM sowohl die in Abb. 3.7 ersichtliche BSE- und die in Abb. 3.8 gezeigte Inlens-Aufnahme gemacht. Zusätzlich wurden EBSD-Aufnahmen wie in Abb. 3.9 (a) durchgeführt. Diese geben Aufschluss über die genaue Lage der Körner in Bezug auf die Oberflächennormale, wobei das Standard Dreieck in Abb. 3.9 (b) den Farben der EBSD-Aufnahmen eine Kornorientierung zuordnet. Dieses Dreieck ist für alle in dieser Diplomarbeit gezeigten EBSD-Aufnahmen gültig. Die homogene Struktur lässt darauf schließen, dass die Probe ihren Ursprung, wie gefordert aus dem Sättigungsbereich der HPT-Scheibe hatte. Durch die Analyse dieser EBSD-Scans erhält man eine mittlere Korngröße von 750nm mit einer Standardabweichung von 225nm. Zudem konnte das in der Literatur beschriebene bimodale Gefüge nicht beobachtet werden. Weiters wurden zur Bestimmung der Ausgangshärte Härtemessungen nach Vickers durchgeführt.

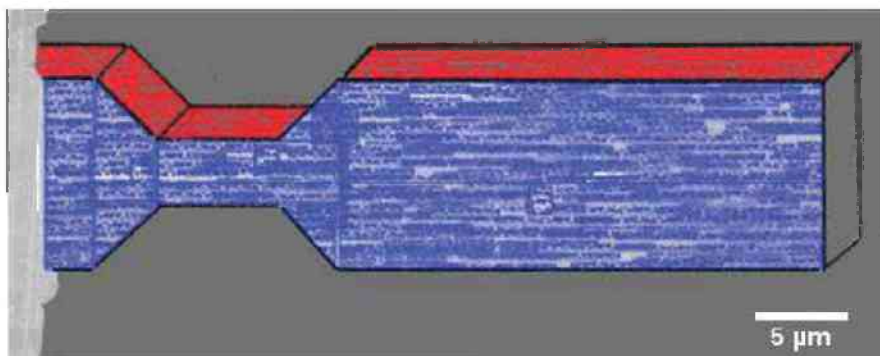


Abb. 3.6.: Biegebalken mit blau markiertem Gradienten- und rot markiertem Randfaserbereich.

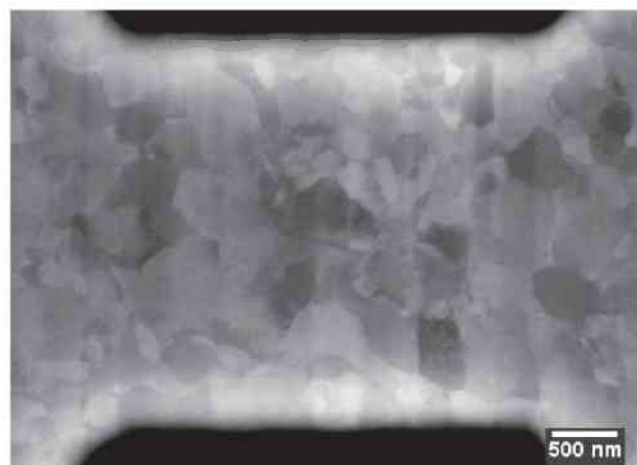


Abb. 3.7.: BSE-Aufnahme der Struktur nach dem HPT-Umformen von Probe 3.

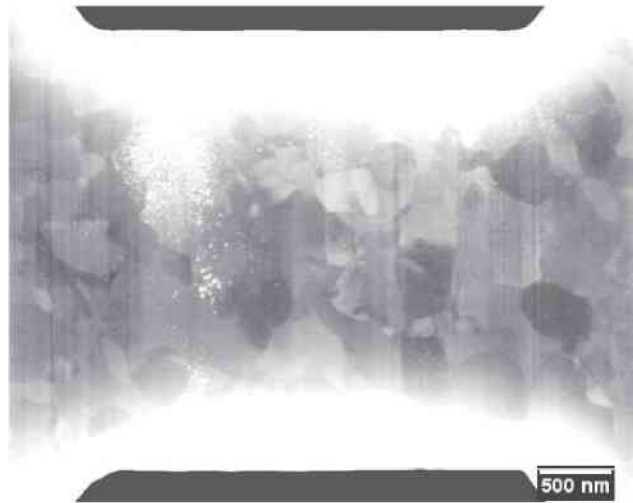


Abb. 3.8.: Inlens-Aufnahme der Struktur nach dem HPT-Umformen von Probe 3.

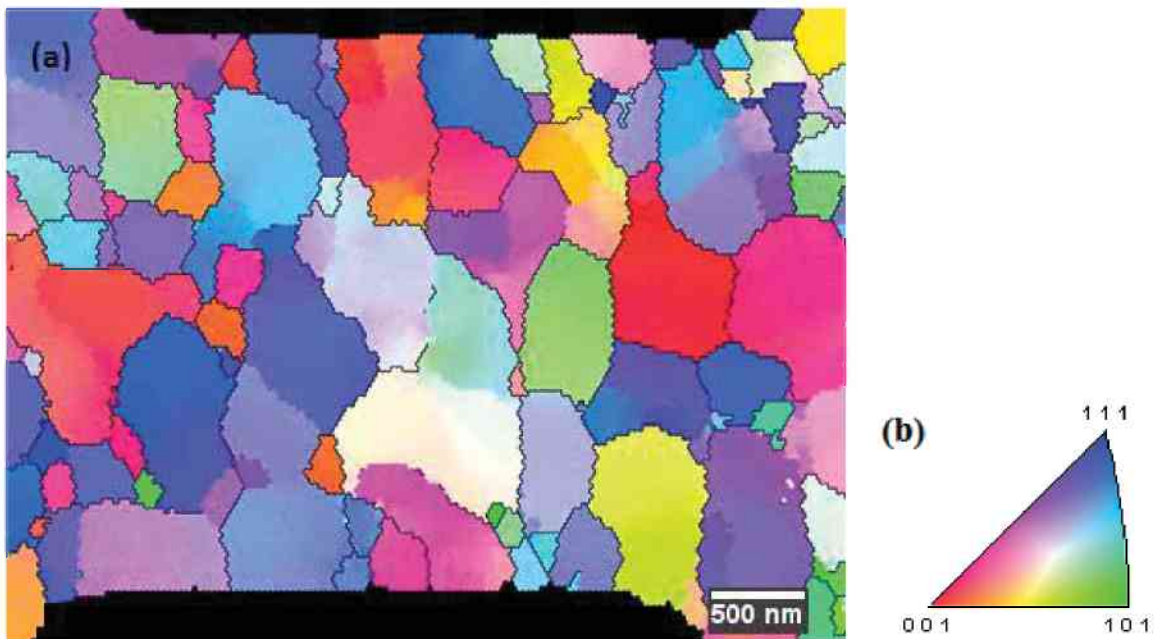


Abb. 3.9.: (a) EBSD-Aufnahme der Struktur nach dem HPT-Umformen von Probe 3. (b) Standard Dreieck zur Beurteilung der Kornorientierung der EBSD-Aufnahmen.

3.2. Versuchsaufbau

3.2.1. Aufbau und Funktion PicoIndenter 85 der Firma Hysitron

Abb. 3.10 zeigt den für die Versuche verwendeten PicoIndenter 85 der Firma Hysitron. Die wichtigsten Bestandteile des PicoIndenter sind der Transducer und die Stage. Der Transducer kann sowohl elektrostatische Kräfte aktivieren, als auch kapazitive Verschiebungen messen [20]. Die Stage kann mittels Piezomotor in alle drei Raumrichtungen bewegt werden, wodurch eine auf ihr befestigte Probe in Position gebracht werden kann. Der Aufbau des Transducersystems wird in Abb. 3.11 gezeigt. Darin sieht man, dass die Transducerstange sowohl mit dem kraftaktivierenden Kern, als auch mit dem verschiebungsmessenden Sensor verbunden ist. In Abb. 3.12 sieht man eine schematische Skizze des Messprinzips. Ein Sensor besteht aus einem Plattenkondensator mit drei Platten. Die äußeren Platten sind unbeweglich gelagert. Die mittlere Platte ist mit einem beweglichen Federsystem und mit der zentralen Stange (Transducerstange) verbunden. Die zentrale Stange hat eine elektrisch isolierende Keramikhülle. Diese schützt die zentrale Platte vor äußeren Einflüssen. In der Regel ist der kraftaktivierende Kern an der probenzugewandten Seite und der verschiebungsmessende Sensor an der probenabgewandten Seite [20], [21].

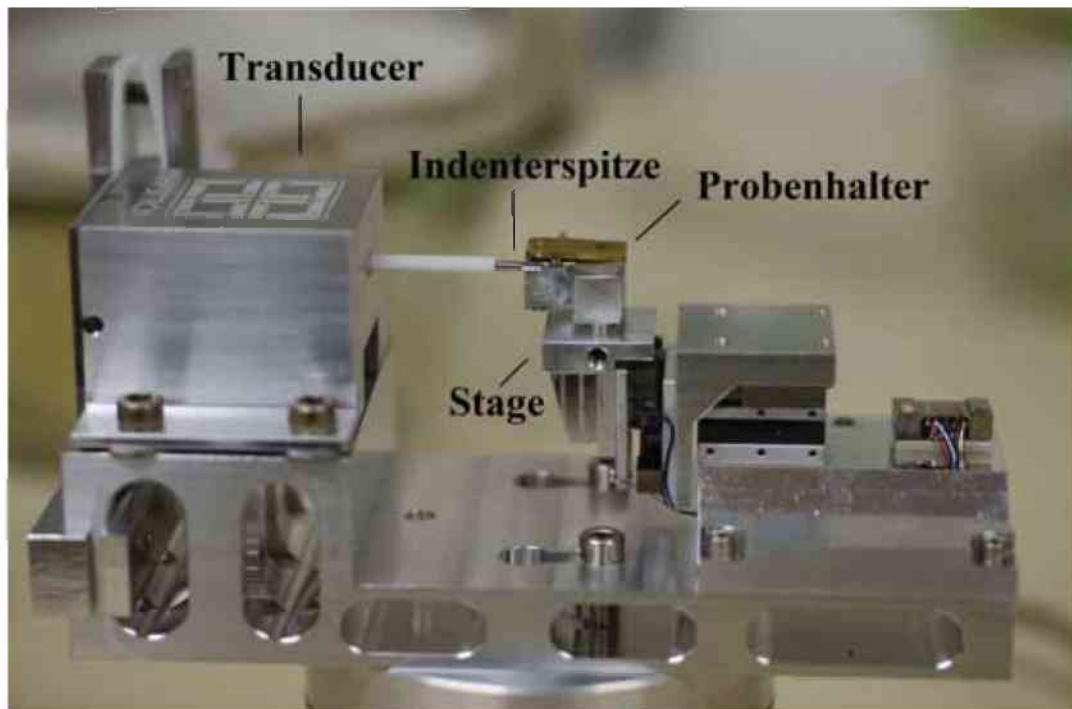


Abb. 3.10.: PicoIndenter 85 der Firma Hysitron mit der Markierung der wichtigsten Elemente.

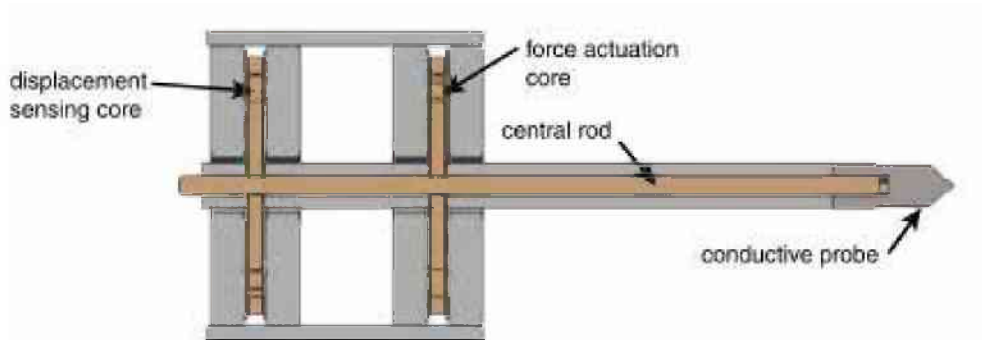


Abb. 3.11.: Querschnitt des Transducersystems mit dem kraftaktivierenden Kern und dem Verschiebungsmessenden Sensor [20].

Die Wegmessung beruht auf der Änderung der von der zentralen Platte ausgegebenen Gleichspannung. Wie in Abb. 3.13 ersichtlich wird an den äußeren Platten eine um je 180° phasenverschobene Wechselspannung angelegt. In der zentralen Platte überlagern sich diese beiden Signale. Befindet sich diese wie in Abb. 3.13 (a) im Ursprung (mittig zwischen den äußeren Platten), so löschen sich die Signale der oberen und unteren Platte gegenseitig aus und die Ausgangsspannung der zentralen Platte beträgt null. Durch Auslenkung der zentralen Platte wie in Abb. 3.13 (b) löschen sich diese Signale nicht mehr vollständig aus und die Ausgangsspannung verändert sich. Im Druck-Modus erhält man eine negative Ausgangsspannung und im Zug-Modus eine positive Ausgangsspannung (siehe Abb. 3.12 b-c) [20], [21].

$$F_e = \frac{\epsilon_0 * A}{2 * d_0^2} \frac{1}{(1 - \delta/d_0)^2} * V^2 \quad (3.1)$$

Die Kraftaktivierung beruht auf der bei angelegter elektrischer Spannung entstehenden elektrostatische Kraft F_e . Der Zusammenhang zwischen diesen beiden Größen wird in Gleichung 3.1 beschrieben, dabei sind ϵ_0 die elektrische Dielektrizitätskonstante, A die überlappende Elektrodenfläche, d_0 der Spalt zwischen den Elektroden bei Ruhelage, δ die Verschiebung von d_0 und V die zwischen äußerer und innerer Platte angelegte Spannung. Durch das Anlegen einer hohen Spannung (bis zu 600V sind möglich) entsteht eine sehr große elektrostatische Anziehungskraft zwischen der zentralen und äußeren Platte. Dies entspricht jener Kraft, welche der Indenter auf die Probe ausüben kann. Die Krafthöhe kann mit der angelegten Spannung und der im Wegsensor gemessenen Verschiebung berechnet werden. Legt man die Spannung in Drive A an, so wird der Indenter im Druckbereich und bei einem aktiven Drive B im Zugbereich betrieben [20], [21].

Die in der Betriebsanleitung angegebenen Anwendungsgrenzen des PicoIndenter 85 sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst. Die maximal aufbringbare Kraft liegt bei 10mN. [21].

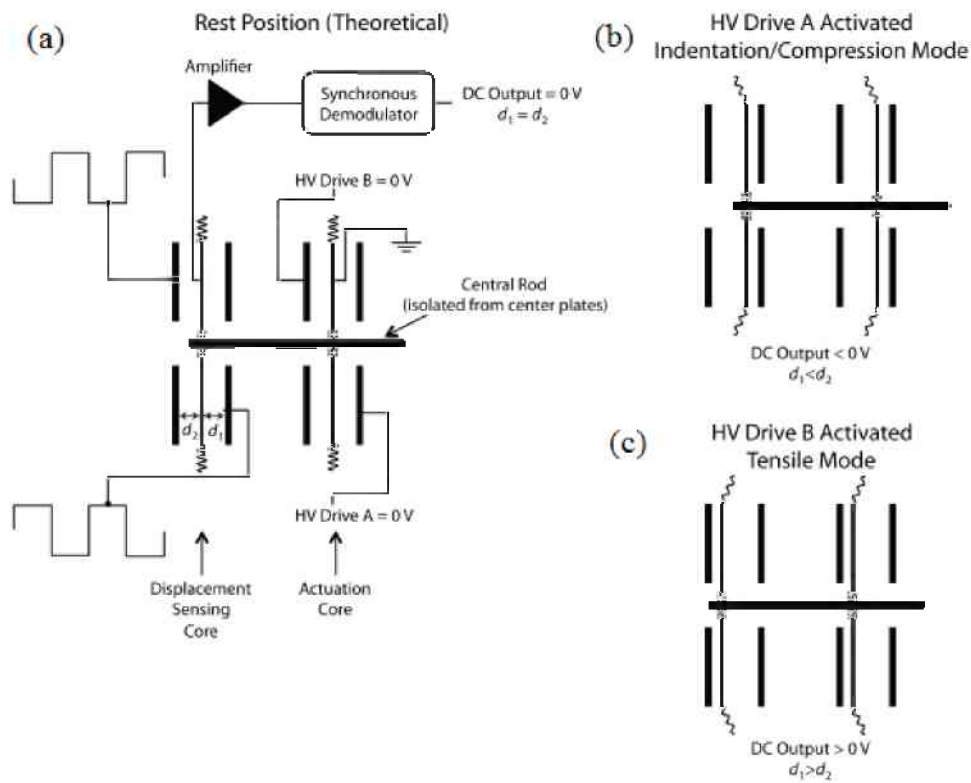


Abb. 3.12.: (a) Schematische Zeichnung des Funktionsprinzips des Hysitron Transducers; (b) Kraftaktivierung an Drive A für Versuche im Druckmodus; (c) Kraftaktivierung an Drive B für Versuche im Zugmodus [20].

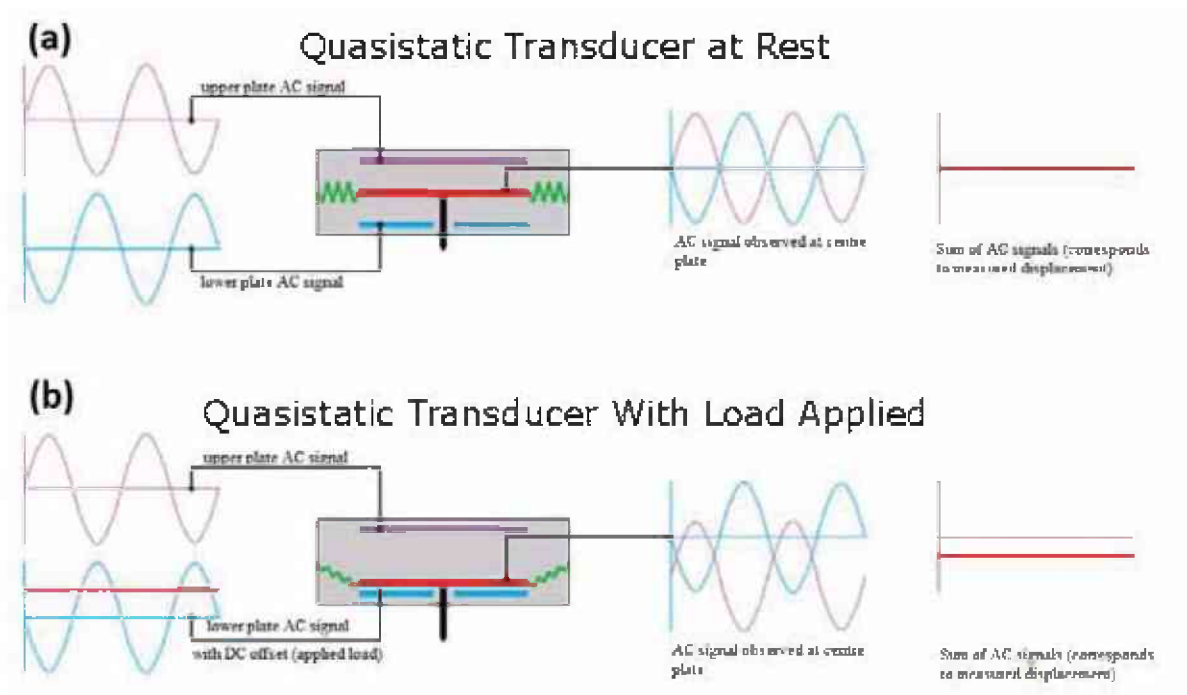


Abb. 3.13.: Überlagerung der Wechselspannungssignale der äußeren Platten bei (a) Ruhelage (b) Krafteinwirkung [21].

Maximale Kraft	10 [mN]
Kraftauflösungsvermögen	≤ 3 [nN]
Maximale Verschiebung	± 15 [μm]
Verschiebungsauflösung	$\leq 0,02$ [nm]

Tabelle 3.4.: Von der Firma Hysitron angegebenen Spezifikation des PicoIndenter 85 [21].

Da beim PicoIndenter entweder Drive A oder Drive B aktiv werden kann, kann man einen Versuch entweder im Zug- oder im Druckbereich durchführen. Bei einem zyklischen Biegeversuch mit einem Spannungsverhältnis von $R = -1$ muss die Indenterspitze in eine positive und negative Richtung bewegt werden. Dazu muss er über seine aktuelle Nulllage hinwegfahren. Durch Anlegen einer Vorspannung verschiebt man die Nulllage in den Druckbereich und kann den Indenter in beide Richtungen auslenken. Diese Funktion zum Vorspannen der zentralen Platte heißt in der Hysitron Software Bias Offset. Die dadurch größtmögliche Änderung der Nullposition liegt bei $\pm 2\mu\text{m}$. Somit können negative Verschiebungen von $2\mu\text{m}$ realisiert werden.

Um einen stabilen Versuch zu garantieren sind in der Hysitron Software die Regelkonstanten P-, I-, D-, A-Gain und Q-Control enthalten:

P-Gain steht für proportionale Zunahme und beschreibt den aktuellen Fehler als die Differenz zwischen den Istwert und Sollwert. Der „P-Wert“ soll die Ansprechzeit verbessern. Bei einem zu hohen Wert kann es zur Oszillation kommen.

I-Gain steht für integrierende Zunahme und beschreibt den vergangenen Fehler als die Differenz zwischen den bereits vergangenen Wert vom Sollwert. Ist diese Regelung zu hoch kommt es zu Instabilitäten. Ein zu kleiner „I-Wert“ hat eine schleppende Annäherung zur Folge.

D-Gain steht für derivative Zunahme und beschreibt den zukünftigen Fehler als die Differenz zwischen zukünftigen Fehler (basierend auf der aktuellen Regelrate) und dem Sollwert. Der „D-Wert“ soll das Überschwingen reduzieren. Wenn er zu hoch ist, wird allerdings die Ansprechgeschwindigkeit reduziert.

A-Gain steht für adaptive Zunahme und kontrolliert die Vorwärtsregelung. Damit kann man auf rasche Änderungen im Versuch reagieren, wodurch dieser stabilisiert wird. Eine kleiner „A-Wert“ hat eine langsame Ansprechzeit zur Folge. Bei einem großen Wert werden komplizierte Belastungszyklen besser umgesetzt.

Q-Control ersetzt die fehlende Luftdämpfung bei Versuchen im Vakuum. Um eine stabile Versuchsführung zu garantieren wird die Resonanzfrequenz gedämpft, wodurch sich die Einschwingzeit des PicoIndenters erhöht [21].

3.2.2. Probenhalter

Um zyklische Ermüdungsversuche am PicoIndenter durchführen zu können, wurde eine neue Probenhaltevorrichtung konstruiert. Dieser Halter ist in Abb. 3.3 und vergrößert in Abb. 3.14 zu sehen. Für gute Strukturaufnahmen ist es wichtig, dass die Probe möglichst nahe an die REM-Säule herangeführt werden kann. Mit dem runden Fortsatz wird der Halter auf der Stage des PicoIndenter angebracht. Die nadelförmige Probe wird durch die Bohrung nahe der Oberkante gesteckt und mit der Schraube klemmend fixiert. Da die Bohrung weit an der Außenkante ist, erlaubt es diese Konstruktion dass man zusätzlich zum Gradienten, auch den Bereich der Randfaser untersuchen kann.

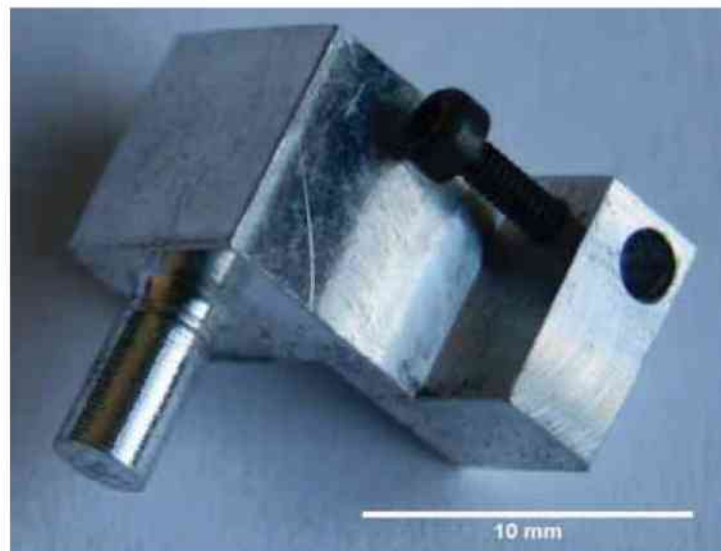


Abb. 3.14.: Eigens für den PicoIndenter 85 konstruierter Probenhalter..

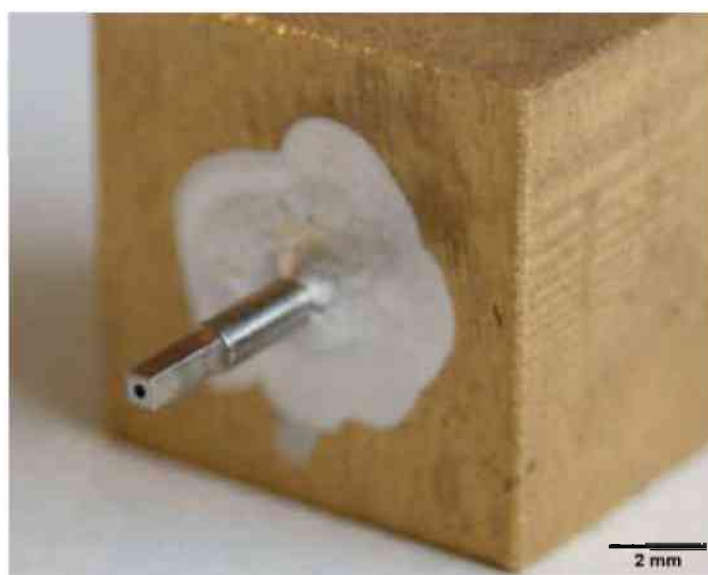


Abb. 3.15.: Haltevorrichtung mit Indenterspitze der Firma Synton.

3.2.3. Doppelklingengreifer

Die zyklische Last wird wie zuvor erwähnt mit einer doppelklingenförmigen Greifer, ähnlich jenem in [19] aufgebracht. Da dieser Greifer individuell an den Versuch angepasst wurde, musste dieser vor Versuchsbeginn hergestellt werden. Es wurde ein Titanhalter für Indenterspitzen wie in Abb. 3.15 von der Firma Synton bestellt. Dieser kann an die aus dem Transducer herausragende Stange geschraubt werden. In der Bohrung am vorderen Ende konnte eine individuell angefertigte Spitze angebracht werden. Als Ausgangsmaterial für die Spitze diente ein 0,2mm dicker Wolframdraht. Um die FIB Zeit stark zu reduzieren, wurde dieser elektrochemisch gedünnt. Dieser Vorgang verläuft ähnlich jenem des elektrochemischen Ätzens der Kupferprobe. Durch das periodische Eintauchen formte sich auch hier eine Spitze aus. Anschließend wurde eine ca. 2mm lange Spitze vom restlichen Draht abgetrennt und mit Sekundenkleber in die Bohrung geklebt. Durch die kleinen Abmessungen bedarf es bei diesem Vorgang sehr viel Feingefühl. Es ist wichtig, dass die Spitze schon beim Einsetzen senkrecht nach oben steht. Das schnelle Trocknen des Klebers verhindert das spätere Nachjustieren. Nichtleitende Materialien lösen im REM Bildartefakte aus und führen zu Flackern bei der Bildgebung. Dadurch musste der überschüssige Kleber mit Leitsilber abgedeckt werden. Die weitere Präparation erfolgte im FIB. Dazu wurde der Titanhalter für die Indenterspitze auf eine Haltevorrichtung wie in Abb. 3.16 geschraubt, an welchem sie möglichst gerade ausgerichtet war. Die Position der Greiferöffnung am PicoIndenter kann nicht durch weitere Rotation angepasst werden. Dadurch musste die Endposition bei der Greiferpräparation am FIB beachtet werden.

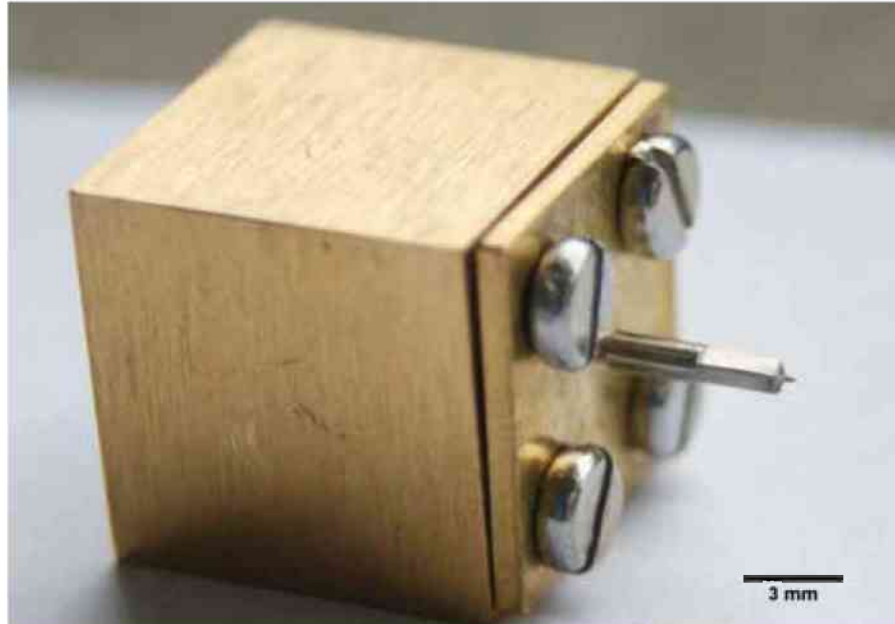


Abb. 3.16.: Haltevorrichtung für die Indenterspitze mit angebrachter Wolframnadel zur FIB-Präparation.

Abb. 3.17 zeigt den chronologischen Ablauf der FIB-Präparation. Dabei ist in Abb. 3.17 (a) die nadelförmige Ausgangsform zu sehen. Da der Querschnitt an der Spitze zu klein war, musste der Greifer in den hinteren Bereich der Wolframspitze geschnitten werden. Abb. 3.17 (b) zeigt den abgeflachten Bereich, welcher den Ausgangsbereich für den späteren Greifer bildete. Da der Bereich weiter vorne bei der späteren Anwendung Probleme bereiten könnte, wurde dieser zwischen Schritt (b) und (c) entfernt. Dafür wurden in dieser Diplomarbeit zwei unterschiedliche Methoden angewendet. Bei dem in Abb. 3.17 gezeigten Greifer wurde die überstehende Spitze von oben nach unten mittels FIB heruntergeschnitten. Da es sich um sehr viel zu entfernendes Material handelte, dauerte es sehr lange bis die Wolframspitze die gewünschte Länge hatte. Um die Zeit der FIB-Bearbeitung zu reduzieren, wurde beim zweiten hergestellten Greifer das vordere Ende „händisch“ entfernt. Dazu wurde die Probe, wie in Abb. 3.18 an der gewünschten Länge von allen Seiten „eingeschnitten“. Der obere zu entfernende Teil wurde nur mehr von einem kleinen Steg mit einem Querschnitt von ca. $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$ gehalten. Der Steg wurde nicht mit dem FIB durchtrennt, sondern die Indenterspitze wurde ausgebaut und unter dem Stereomikroskop betrachtet. Dort konnte das obere Ende mit einer Pinzette abgebrochen und sicher entfernt werden. In Abb. 3.17 (c) kann man die Greiferform bereits erahnen. Im flachen Bereich wurde ein Fenster hineingeschnitten. Anschließend wurde die dünnere Fensterwand durchtrennt und zu Greiferklingen wie in Abb. 3.17 (d) geschnitten.

Abb. 3.19 zeigt REM-Aufnahmen des bei den Versuchen eingesetzten Greifers. Dabei zeigt Abb. 3.19 (b) dass die Klingenöffnung $10,38\mu\text{m}$ betrug. Die Dicke des Greifers lag bei $15,99\mu\text{m}$. Allerdings muss darauf hingewiesen werden, dass die Klingen in den mit weißen Kreisen markierten Bereich B nicht parallel waren. Dadurch durfte dieser Greiferbereich nicht für die anschließenden Versuche verwendet werden, sodass sich der Biegebalken immer im Bereich A befinden musste.

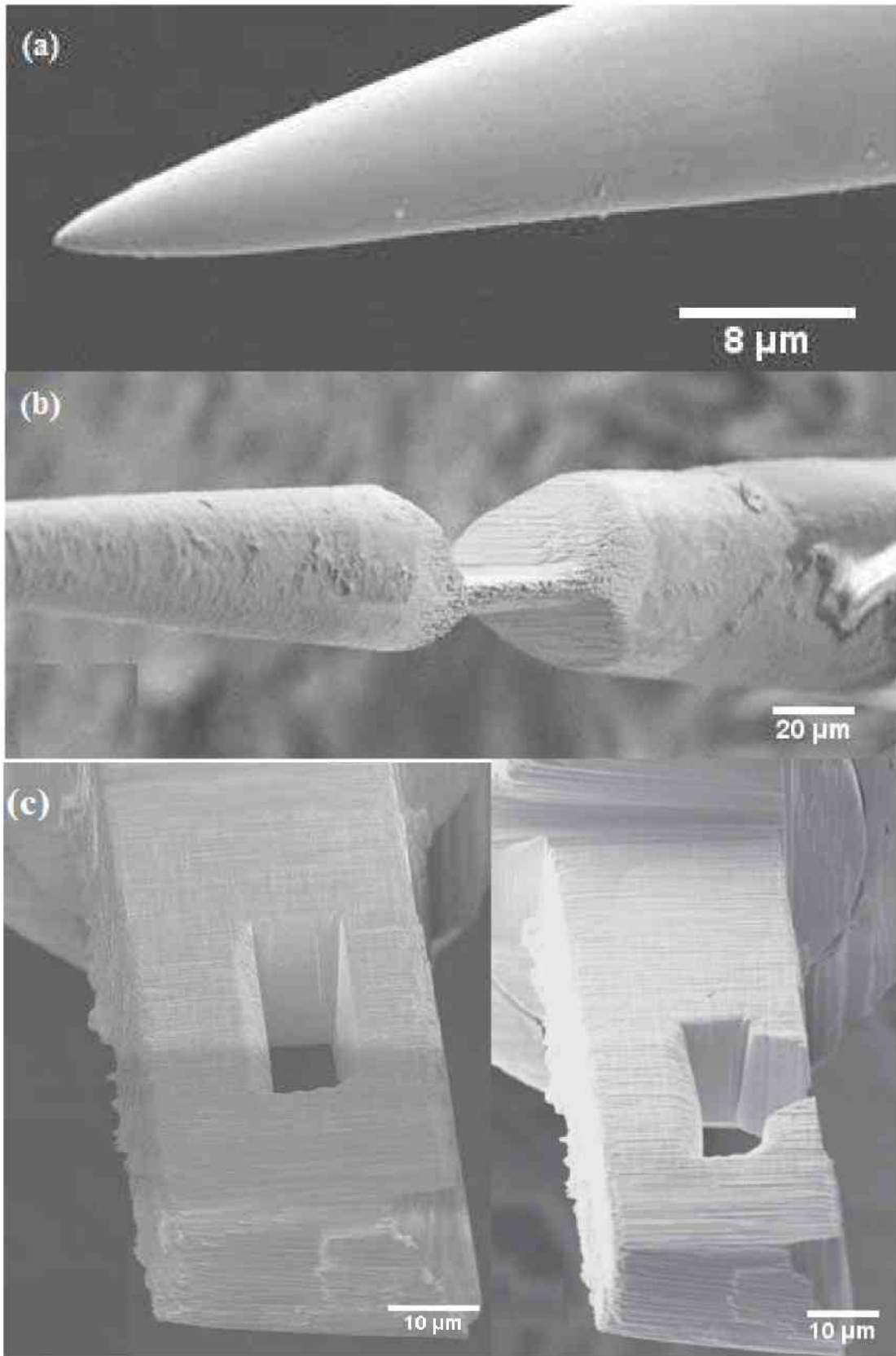


Abb. 3.17.: Chronologie der Greiferpräparation im FIB; (a) Nadelförmige Ausgangsgeometrie; (b) Freischnitt eines flachen Bereiches; (c) Flache Stelle mit Freischnitt eines Fensters; (d) Endgeometrie des Greifers.

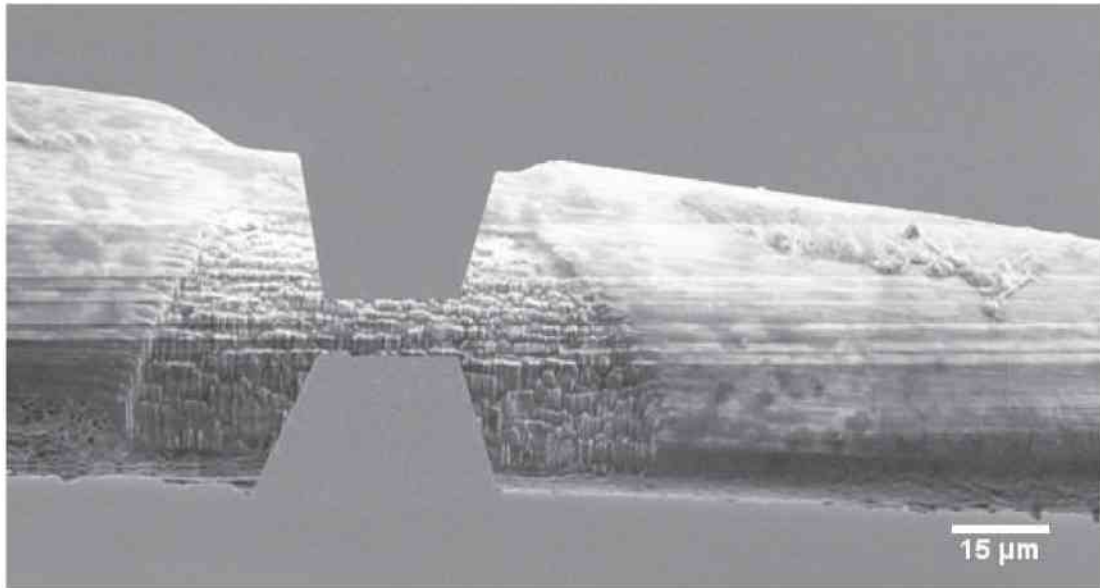


Abb. 3.18.:REM-Aufnahme des Steges in der Spitzenentfernung bei der „händischen“ Spitzenentfernung.

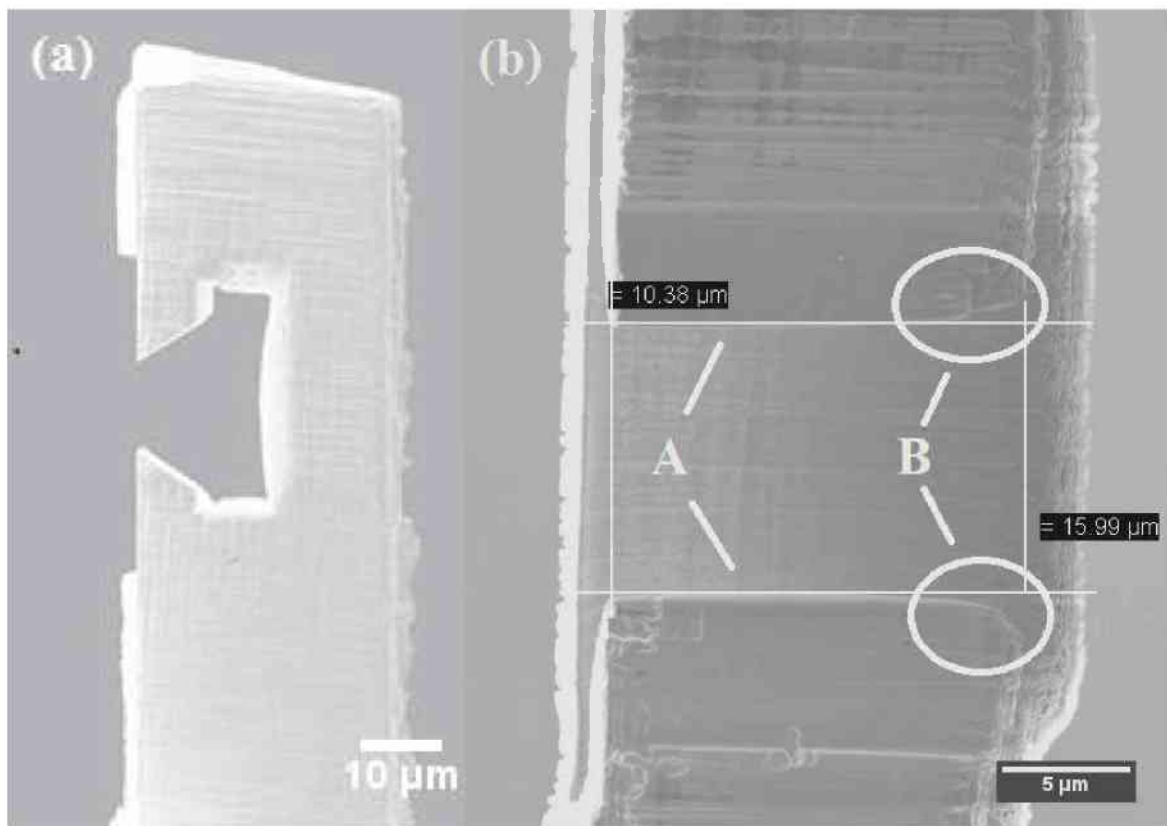


Abb. 3.19.: (a) REM-Aufnahme des Greifers von der Seite; (b) REM-Aufnahme der Greifervorderseite mit Bemaßungen der Öffnung. Im Bereich A sind die Klingenkanten parallel. Die Markierung zeigt den Bereich B der asymmetrischen Klingenkanten.

Ein kritischer Moment war die Montage der Indenterspitze an die Transducerstange des Pico-Indenter. Da die Stangenaufhängung keine großen Kräfte aufnehmen kann, durfte der Indenter nur mittels Drehmomentenschlüssel angeschraubt werden. Abb. 3.20 zeigt schematische den Drehmomentenschlüssel (Probe Mounting Tool), welcher über eine ebenfalls abgebildete Indenterspitze geschoben werden musste. Somit ist sichergestellt, dass die Stange dabei nicht tordiert wird und das System keinen Schaden nimmt. Bei diesen Versuchen wurden anstatt Diamantspitzen selbst hergestellte Wolframdoppelklingengreifer verwendet. Diese sind äußerst empfindlich und würden bei Kontakt mit dem Drehmomentenschlüssel sofort plastisch verbogen werden (Abb. 3.21).

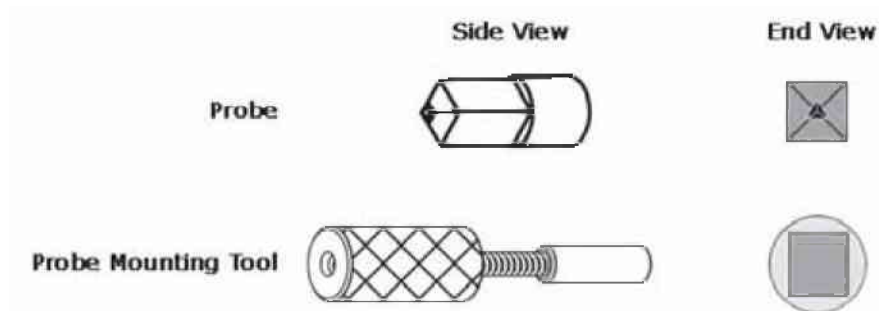


Abb. 3.20.: Schematische Zeichnung des Drehmomentenschlüssels (Probe Mounting Tool) und der anzuschraubenden Indenterspitze (Probe) [21].

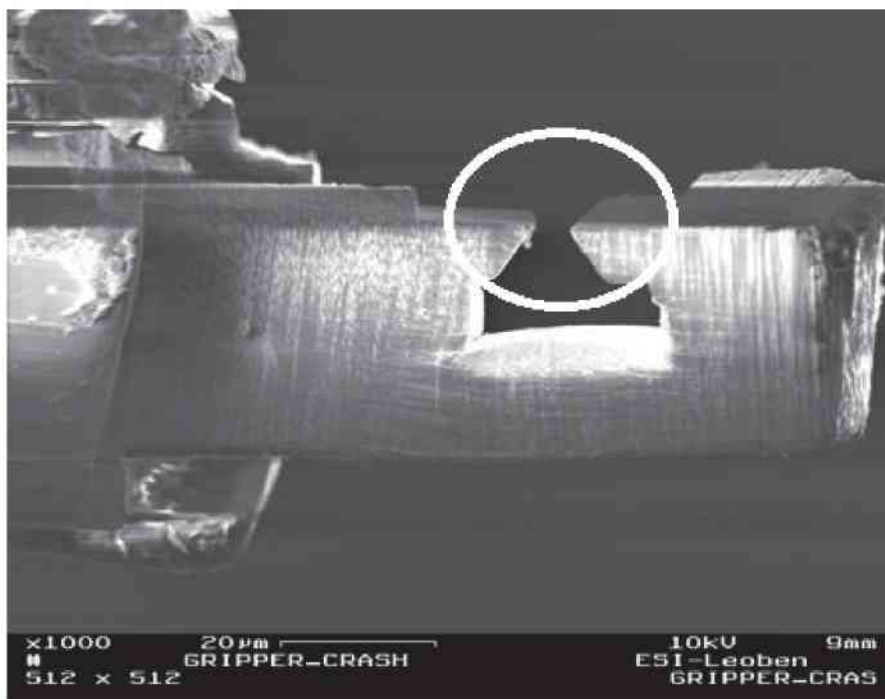


Abb. 3.21.: REM-Aufnahme des verformten Greifers nach Zusammenstoß mit dem Drehmomentenschlüssel bei der Montage auf den PicoIndenter. Die Markierung zeigt die Verdrehung der oberen Greiferklinge.

Um eine Beschädigung des Doppelklingengreifers zu vermeiden, wurde eine spezielle Vorrichtung zur Montage des Greifers konstruiert. Diese besteht aus einer Führung welche mittels Schrauben in zwei Richtungen bewegt werden kann. Die Bewegungsrichtungen sind in Abb. 3.22 (a) dargestellt. Dadurch ist eine exakte Positionierung möglich und der Drehmomentenschlüssel kann ohne Widerstand über den Greifer geschoben werden und diesen anschließend auf die Transducerstange schrauben. Abb. 3.22 (b) zeigt eine Nahaufnahme des Halters mit Greifer, kurz vorm Einfädeln des Drehmomentenschlüssels. Die Montage des Greifers auf die Transducerstange des PicoIndenters ist in Abb. 3.22 (c) – (d) dargestellt.

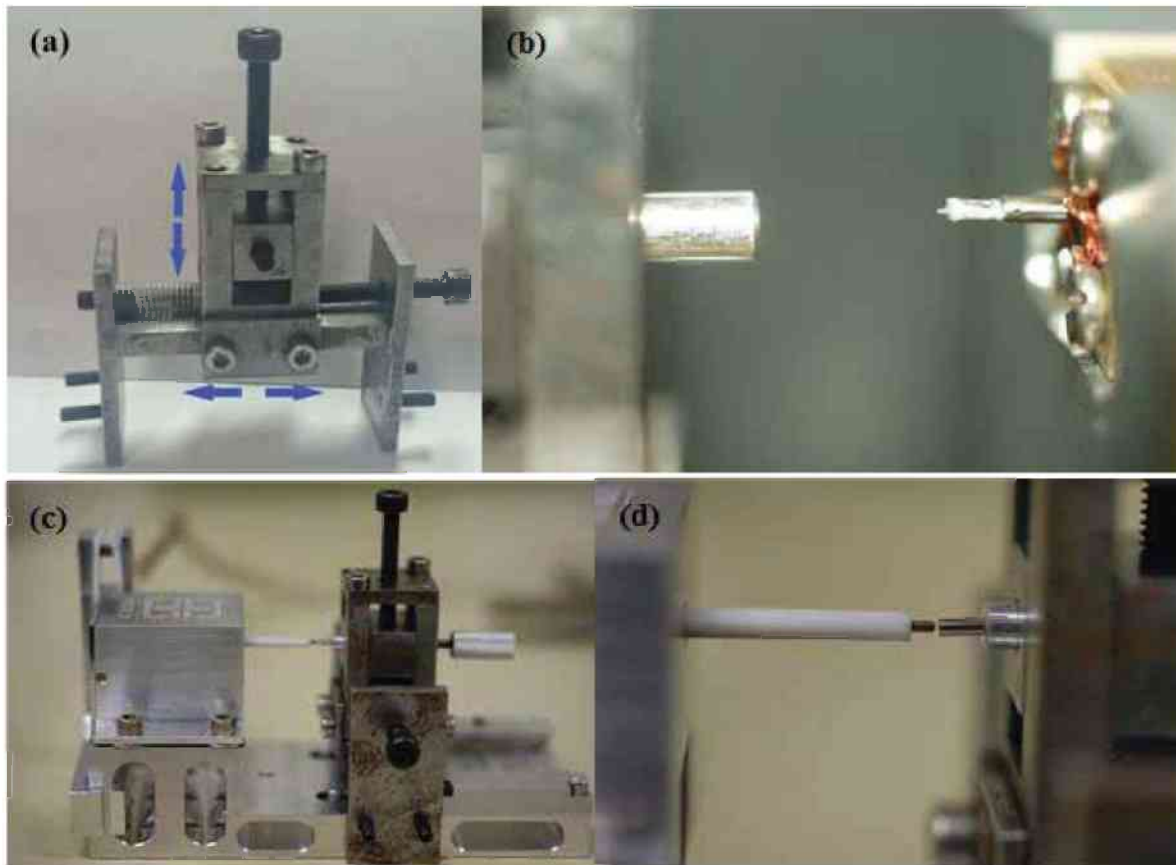


Abb. 3.22. (a) Vorrichtung zur Montage der Indenterspitze an die Transducerstange des PicoIndenters; (b) Nahaufnahme von der Indenterspitze und dem vorderen Teil des Drehmomentenschlüssels, welcher über die Wolframspitze geführt werden muss; (c) Position der Montagevorrichtung am PicoIndenter beim Anschrauben der Indenterspitze; (d) Nahaufnahme des Drehmomentenschlüssels mit eingefädelter Indenterspitze, während der Montage an die Transducerstange.

3.3. Versuchsdurchführung

Nach der erfolgreichen Montage des Greifers und der Probe wurde der PicoIndenter in das für *in situ* Versuche verwendete REM LEO 982 der Firma Zeiss eingebaut. Damit der Biegeversuch mit dem Spannungsverhältnis von $R = -1$ durchgeführt werden konnten, wurde der Bias Offset auf 1900 gesetzt. Dies entspricht einer Verschiebung der Nullposition um 1900nm in den Druckbereich. Anschließend musste der PicoIndenter auf die Bedingungen innerhalb der Vakuumkammer kalibriert werden. Die Kalibrierung kann entweder für den Zug- oder Druckbeanspruchung und mit den Mittelwerten aus beiden Bereichen durchgeführt werden. Hierfür muss man die für den Beanspruchungsbereich passenden Konstanten des „Load Scale Factors“, als auch des „Displacement Scale Factors“ eingeben. Diese sind unabhängig von der äußeren Umgebung und bleiben während des Kalibrierens konstant. Die Konstanten der elektrostatischen Kraft und des Plattenabstands d_0 sind von der Umgebung abhängig und werden durch das Kalibrieren an die aktuellen Bedingungen angepasst. Die elektrostatische Kraftkonstante liegt bei ca. $0,03\mu\text{N}/\text{V}^2$ und die Konstante des Plattenabstands bei ca. $80\mu\text{m}$. Da sich diese Werte iterativ der optimalen Einstellung annähern, liefern mehrere Kalibrierungsdurchgänge bessere Ergebnisse.

Nach erfolgreicher Kalibrierung wurde ein „Noise“-Test durchgeführt. Dieser misst das von der Umgebung abhängige Grundrauschen des PicoIndenters. Dabei wurde ein verschiebungsgesteuerter Versuch von ca. 10 sek mit einer gewünschten Verschiebung von null ausgeführt. Dabei wurden nur die Vibrationen von außen, welche die Indenterspitze zum Schwingen brachten gemessen. Stellt man die Schwingungsamplitude über der Frequenz dar, sieht man bei welchen Frequenzen der Ausschlag am größten war. Schwingungsamplituden unter 10^{-4} sind akzeptabel und garantieren aussagekräftige Versuche.

Um eine stabile Versuchsführung zu ermöglichen, mussten noch die Regelkonstanten eingestellt werden. Tabelle 3.5 fasst die für zyklische Biegeversuche optimierten Regelkonstanten zusammen.

Um die Stabilität und Genauigkeit des PicoIndenters auszutesten, wurden einige Versuchsdurchläufe ohne Probe ausgeführt. Dazu wurde wie in Abb. 3.23 eine bestimmte Verschiebung als Funktion der Zeit vorgegeben. Führte der Greifer alle Bewegungen wie vorgegeben aus, so konnte mit den eigentlichen Versuchen begonnen werden.

P-Gain	1,0
I-Gain	0,5
D-Gain	0,5
A-Gain	1,0
Q-Control	0,5

Tabelle 3.5.: Bei den Versuchen verwendete Regelkonstanten.

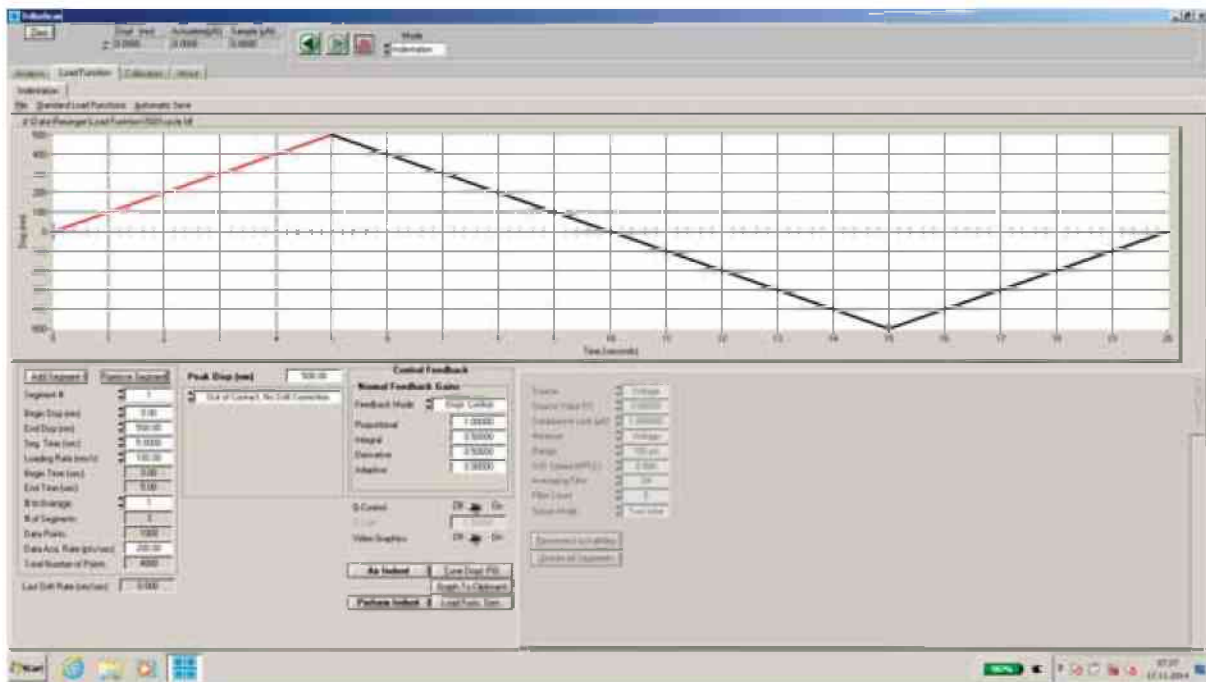


Abb. 3.23.: Eingabefenster der Hysitronsoftware für das vorgeben einer Verschiebungskurve als Funktion der Zeit sowie weiterer Versuchsparameter (Anzahl der Datenpunkte usw.)

Nach Abschließen der Kalibrierung erfolgte die Probenpositionierung zwischen den Greiferringen wozu das untere Ende des Biegebalkens in den Spalt des Greifers gebracht wird. Dabei können Verschiebungen mit einer Präzision von wenigen Nanometern realisiert werden. Der „stick and slip“- Mechanismus des Piezos erschwert das Einfädeln der Probe. Manchmal sprang die Probe nach kleinen Verschiebungen um ca. 100nm zurück. Dadurch könnte die Probe ungewollt mit dem Greifer zusammenstoßen und die Probe zerstören... Abb. 3.24 zeigt die Endposition der Probe in der Greiferöffnung, wobei die Pfeile die Bewegungsrichtung des Greifers markieren. Um eine symmetrische $R = -1$ Belastung zu realisieren wird vorausgesetzt, dass sich die Probe exakt in der Mitte zwischen den Klängen des Greifers befindet. Bei der Probenpositionierung muss eine plastische Verformung der Probe vermieden werden. Um einen auftretenden Drift auszugleichen, musste die Probenposition nach einer gewissen Zeit neuerlich kontrolliert und korrigiert werden.

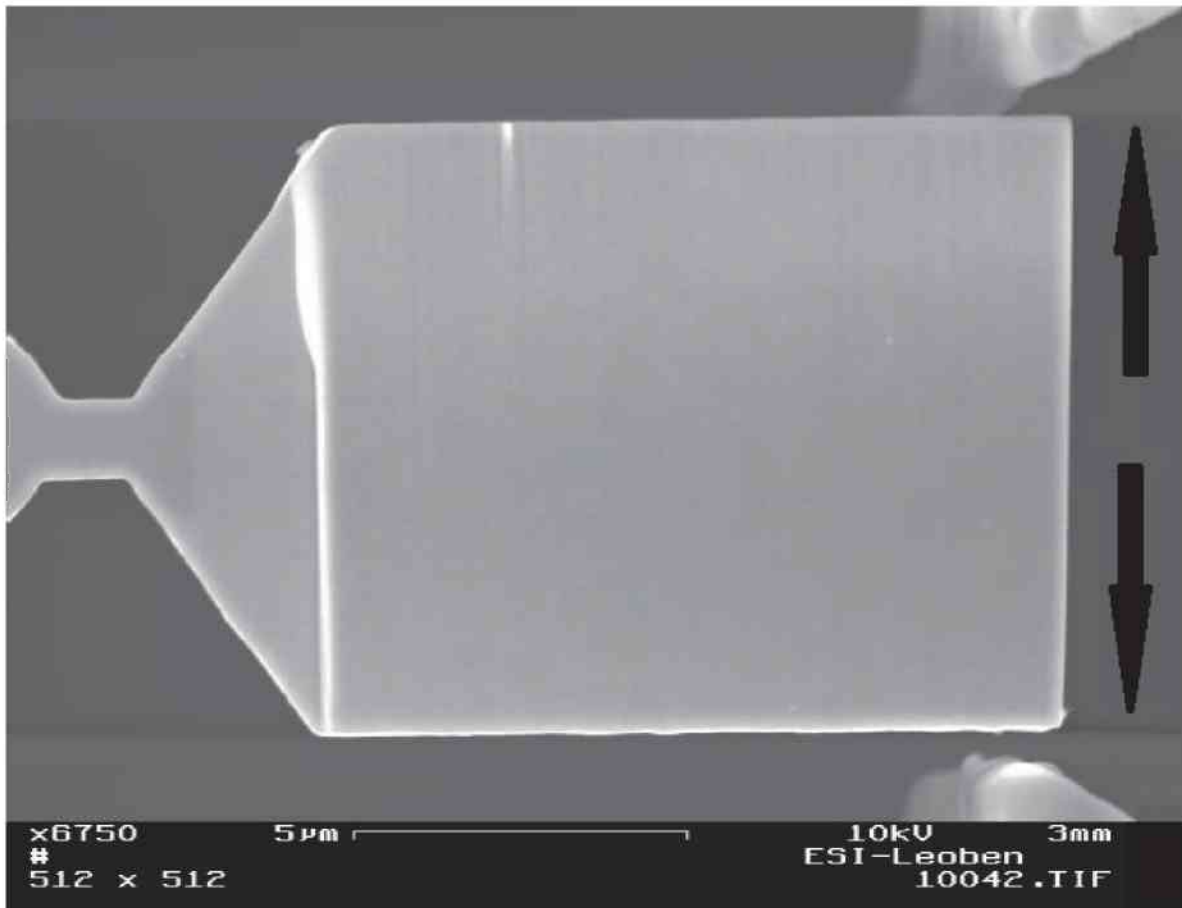


Abb. 3.24.: Endposition des Biegebalkens zwischen den Greiferklinge. Die Pfeile markieren die vorgegebenen Verschiebungsrichtungen.

Die Versuche wurden verschiebungsgesteuert mit unterschiedlichen Dehnraten bei Raumtemperatur durchgeführt.

Die ersten Versuche dienten zur Optimierung des PicoIndenters und dabei wurden die Proben mit verschiedensten Verschiebungsamplituden und unterschiedlichen Zyklenzahlen getestet. Zudem wurde der PicoIndenter einmal auf Zug, einmal auf Druck und einmal mit dem Mittelwert dieser beiden Bereiche kalibriert. Bei diesen Versuchen wurden ein Bias Offset von 1500nm und 1900nm verwendet.

Anschließende Versuche dienen zur Untersuchung der Strukturstabilität bei zyklischer Belastung. Dazu wurden die Proben in Versuchsblöcken mit einer bestimmten plastischen Amplitude zyklisch belastet. Jeder Versuchsblock hatte eine definierte Zyklenzahl. Nach jedem Block wurde die Probe ausgebaut und in ein für Strukturbestimmung vorgesehene REM eingebaut und mittels BSE, Inlens und EBSD untersucht. Anschließend wurde die Probe wieder auf die Stage des PicoIndenters montiert und nach einer neuerlichen Kalibrierung der nächste Versuchsblock gestartet.

3.4. Versuchsauswertung

In Abb. 3.25 sind die Kraft-Verschiebungskurven von Probe 1.1 ohne Spaltkorrektur (orange) und mit Spaltkorrektur (blau) dargestellt. Man sieht, dass diese Probe einen Leerweg von ca. 200nm in jede Richtung hatte. Dieser Leerweg ist darauf zurückzuführen, dass der Biegebalken 400nm kleiner war als der Spalt zwischen den Greiferklingen. Die blaue Kurve zeigt dieselbe Kurve mit vollzogener Spaltkorrektur. Hierzu wurden die Messpunkte des Leerweges von den Versuchsdaten subtrahiert und anschließend der Leerweg von den Verschiebungswerten abgezogen. Zudem werden für eine bessere Übersichtlichkeit bei der Beschreibung der Kraft-Verschiebungs- sowie Spannungs-Dehnungskurven wie in Abb. 3.25 die erste Zyklenhälfte mit Z1 und die zweite Zyklenhälfte mit Z2 abgekürzt.

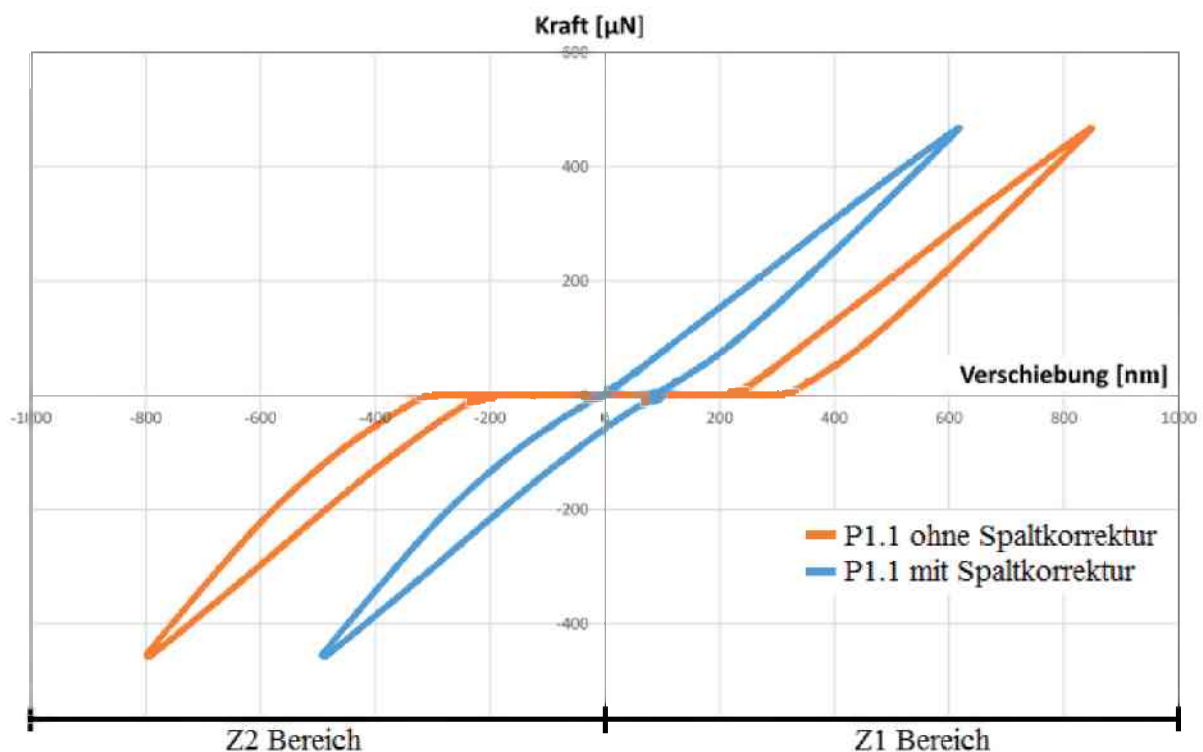


Abb. 3.25.: Kraft-Verschiebungskurve des 20. Zyklus von Probe 1.1 ohne Spaltkorrektur (orange) und mit Spaltkorrektur (blau). Die erste Zyklenhälfte wird als Z1 Bereich und die zweite Zyklenhälfte als Z2 Bereich bezeichnet.

Die ursprünglichen Kraft-Verschiebungskurven mussten des Weiteren um die Geräternachgiebigkeit korrigiert werden. Um die Geräternachgiebigkeit von der gemessenen Verschiebung abziehen zu können, wurden Videos von der Verschiebung der Probenbasis während des Versuchs aufgenommen. Daraus kann man den gemessenen Kraftwerten die von der Kraft abhängige Probenbasisverschiebung zuordnen die lediglich durch die Nachgiebigkeit des Systems und der nadelförmigen makroskopischen Probe verursacht wird. Aus zwei Messpunkten kann man mit Hilfe von Gleichung 3.2 die Konstante der Nachgiebigkeit C berechnen. Dabei ist $u_{Rand,n}$ die Probenverschiebung bei Messpunkt n , F_n die zum Zeitpunkt n der Verschiebung aufgebrauchte Kraft. Die effektive Verschiebung u_{eff} entspricht der tatsächlichen Verschiebung an der Verjüngung des Biegebalkens, ohne Nachgiebigkeit und kann mittels Gleichung 3.3 berechnet werden. Dabei ist u_{nom} die vom Gerät aufgenommene Gesamtverschiebung und $F(u)$ die wegabhängigen Kraft [19].

$$C = \frac{\sum_{n=1}^2 u_{Rand,n}/F_n}{2} \quad (3.2)$$

$$u_{eff} = u_{nom} - C * F(u) \quad (3.3)$$

Die Biegespannung in der Randfaser wurde nach der von Grosinger [22] hergeleiteten Gleichung 3.4 berechnet. Dabei sind σ_{RF} die Spannung in der Randfaser, F die aufgebrauchte Kraft, l_b die Biegelänge, h die Höhe der Verjüngung, b die Dicke des Biegebalkens. und e der Abstand zwischen Randfaser und neutraler Faser.

Für die Randfaserdehnung ε_{RF} wurde Gleichung 3.5 verwendet. Dabei sind u_{eff} die Biegebalkenverschiebung nach Gleichung 3.3, e der Abstand zwischen Randfaser und neutraler Faser, δl die Länge der Verjüngung und l_b die Biegelänge [22].

$$\sigma_{RF} = \frac{F * l_b}{b * h^3 / 12} * \frac{h}{2} \quad (3.4)$$

$$\varepsilon_{RF} = \frac{u_{eff} * e}{\delta l * l_b} \quad (3.5)$$

4. Versuchsergebnisse

Im Zuge dieser Diplomarbeit wurden mehrere Proben hergestellt und untersucht. Abb. 4.1 zeigt eine schematische Darstellung einer Biegeprobe mit eingezeichneter Biegekraft, wobei F für die Biegekraft, l_b für die Biegelänge, δl für die Länge der Verjüngung, h für die Höhe des verjüngten Bereiches, b für die Dicke des Biegebalkens und e für den Abstand zwischen Randfaser und neutraler Faser steht. Tabelle 4.1 zeigt eine Übersicht der untersuchten Proben und deren Abmessungen, sowie die Biegelänge und Auflagefläche des Greifers, die dazu dienen den PicoIndenter PI85 für Ermüdungsversuche zu optimieren. Zu diesem Zweck wurden Versuche mit verschiedenen Einstellungen (Bias Offset und Kalibrierparameter) durchgeführt. Durch die verschiedenen Probendimensionen konnten die Datenaufzeichnungen für Versuche mit verschiedener Maximalkraft getestet werden. Lag die Biegebalkenbreite b an der Stelle des Greiferkontaktes unter $1,5 \mu\text{m}$ so wurde die Kontaktfläche als „klein“ anderenfalls als „groß“ bezeichnet.

In Tabelle 4.2 sind die Abmessungen, Biegelängen und Versuchsparameter der Proben zur Untersuchung der Kornstabilität während zyklischer Biegebelastung aufgeführt. Die unterschiedlichen Versuchsblöcke wurden chronologisch mit A, B und C bezeichnet.

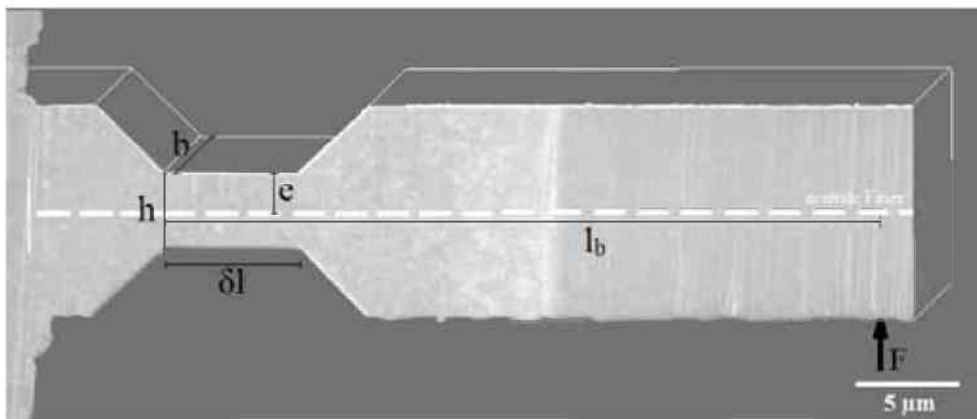


Abb. 4.1.: Schematische Darstellung des Biegebalkens mit den Abmessungen und der eingezeichneten neutralen Faser.

Probe	Abmessungen $h \times b \times \delta l$ [μm]	Biegelänge l_b [μm]	Kontaktfläche zwischen Greifer und Probe
Wolfram	1,6 x 1,8 x 5,0	13,7	klein
1.1	3,8 x 4,2 x 3,9	7,0	groß
1.2	2,4 x 3,2 x 4,6	12,0	groß
1.3	2,4 x 3,2 x 4,6	9,7	klein

Tabelle 4.1.: Übersicht der Proben zur Optimierung der Prüfparameter.

Probe	Block	Abmessungen $h \times b \times \delta l$ [μm]	Biege- länge l_b [μm]	Anzahl der Last- wechsel	Plastische Dehnungsamplitude [-]	Dehnrate [1/sek]
2.1	A	1,1 x 0,8 x 1,1	13,7	200	$6,7 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \cdot 10^{-3}$
2.2	A	1,1 x 0,4 x 1,1	12,0	200	$3,3 \cdot 10^{-3}$	$7,2 \cdot 10^{-4}$
	B	1,1 x 0,4 x 1,1	11,9	200	$3,8 \cdot 10^{-3}$	$7,5 \cdot 10^{-4}$
	C	1,1 x 0,4 x 1,1	13,0	400	$4,4 \cdot 10^{-3}$	$8,5 \cdot 10^{-4}$
3	A	3,0 x 3,2 x 2,9	13,2	100	$5,8 \cdot 10^{-3}$	$8,5 \cdot 10^{-4}$
	B	3,0 x 3,2 x 2,9	12,5	100	$4,9 \cdot 10^{-3}$	$8,5 \cdot 10^{-4}$

Tabelle 4.2.: Übersicht der Proben zur Untersuchung der Kornstabilität bei zyklischer Biegebelastung.

4.1. Härteverlauf über HPT–Scheibe

Abb. 4.2 zeigt die Ergebnisse der Härtemessungen über den Querschnitt der HPT-Scheibe des untersuchten ufg Kupfer. Dazu wurden entlang der radialen Achse Mikrohärteversuche nach Vickers durchgeführt, wobei im Probenmittelpunkt $r = 0$ gilt. Ein Vergleich des hier gemessenen Härteverlaufs mit jenem von Kremmer [19] auf OFHC Kupfer zeigt, dass die Härte-
werte von Kremmer etwas höher liegen. Im Schnitt lag die Härte von Kremmer bei 151 HV1 und der hier gemessene Härtewert bei 138 HV1. Der Grund für den Unterschied könnte in einer leicht höheren Umformtemperatur oder einer etwas höheren Reinheit liegen.

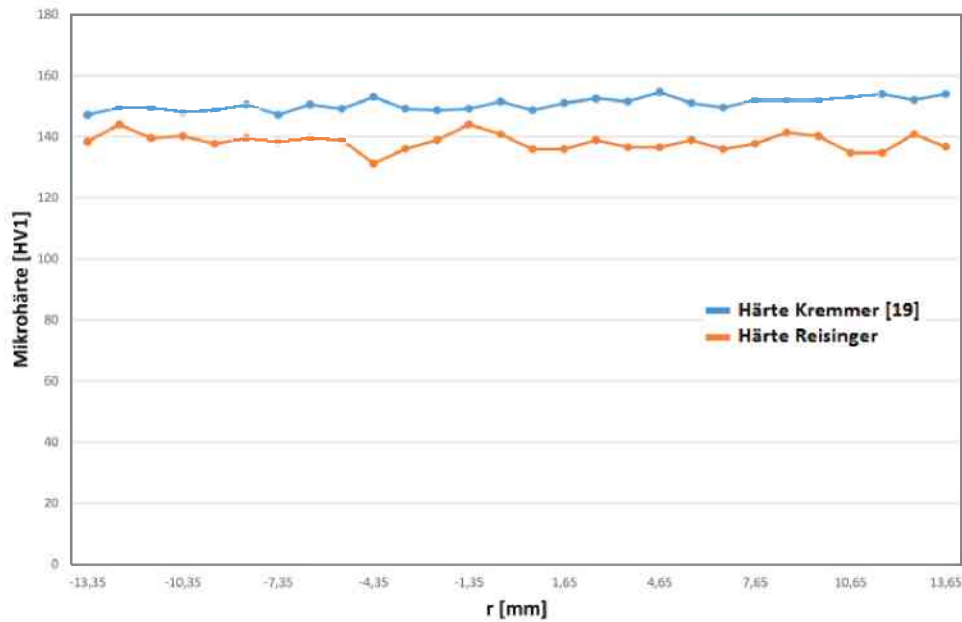


Abb. 4.2.: Vergleich der Härtewerte für die HPT-Probe von Kremmer [19] (blau) und der in dieser Diplomarbeit verwendeten HPT-Probe (orange).

4.2. Messungen am PicoIndenter PI85 der Firma Hysitron

4.2.1. Vorversuche am PicoIndenter

Bei den ersten Messungen wurde das Verhalten des PicoIndenters bei verschiedensten Verjüngungsquerschnitten ($1,6\mu\text{m} \times 1,8\mu\text{m}$, $3,8\mu\text{m} \times 4,2\mu\text{m}$, $2,4\mu\text{m} \times 3,2\mu\text{m}$), Kalibrierungsparametern (Druck, Zug sowie Mittelwert aus Zug und Druck) und Softwareeinstellungen (Bias Offset) untersucht.

4.2.1.1. Wolframprobe

Um die Nichtlinearität der Kraftaktivierung des PicoIndenters bei höheren Kräften zu untersuchen, wurden Messungen an einer Probe aus Wolfram durchgeführt. Durch die hohe Streckgrenze von Wolfram konnte die Probe trotz relativ großer Verschiebungsamplituden weitgehend im elastischen Bereich untersucht werden. Abb. 4.3 zeigt die Kraft-Verschiebungskurven der Wolframprobe für verschiedene Verschiebungsamplituden zwischen 170nm und 740nm ohne Korrektur der Systemnachgiebigkeit. Da sich die Verschiebungsamplituden im Z1 Bereich und im Z2 Bereich unterscheiden, wird die durchschnittliche Verschiebungsamplitude angegeben. Es wurde ein Bias Offset von 1900nm und eine Kalibrierung im Druckbereich verwendet. In Z1 weicht keine der elastischen Belastungskurven signifikant von der schwarz schematisch eingezeichneten elastischen Gerade ab. In Z2 verlassen die Kurven mit einer Verschiebungsamplitude größer als 410nm den linearen Bereich der elastischen Verformung. Dieses Verhalten auf eine Nichtlinearität der Kraftaktivierung des PicoIndenters im Z2 Bereich zurückzuführen.

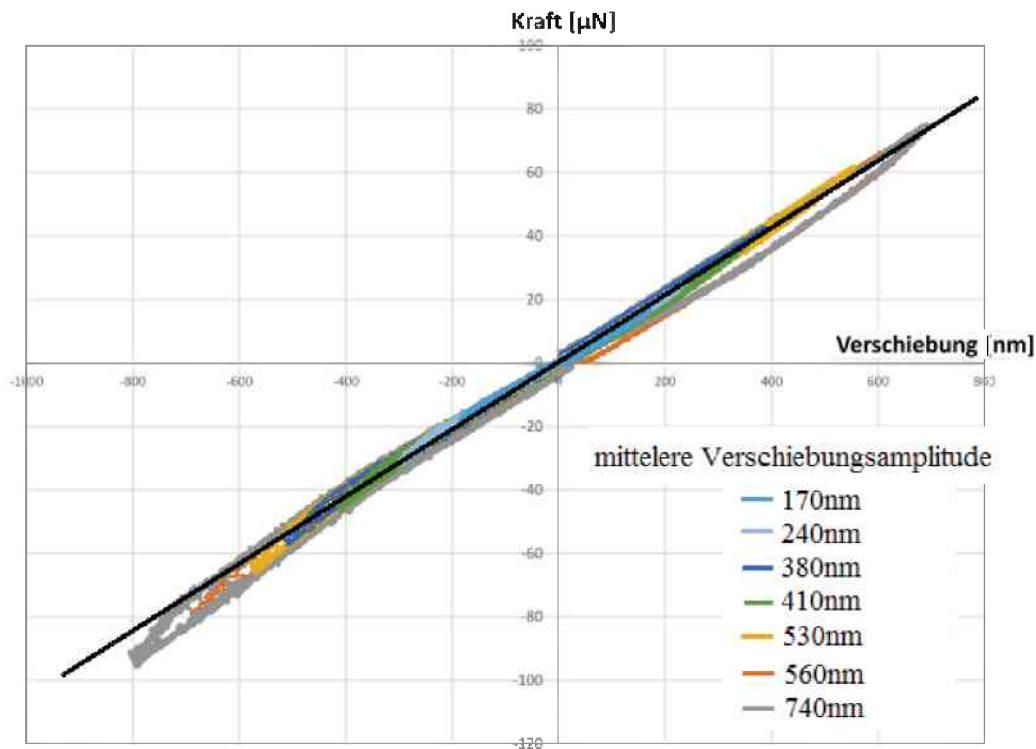


Abb. 4.3.: Kraft- Verschiebungskurven der Wolframprobe für verschiedenen Verschiebungsamplituden und der Einfluss der Nichtlinearität der Kraftaktivierung des PicoIndenters in Z2. Die schwarze Linie markiert den linearen Bereich von Z1 und Z2.

4.2.1.2. Probe 1.1

Probe 1.1 hatte mit $3,8\mu\text{m} \times 4,2\mu\text{m}$ den größten Querschnitt aller getesteten Proben. Bei Versuchen mit einer Biegelänge von $7\mu\text{m}$, einem Bias Offset von 1900nm und einer Kalibrierung im Druckbereich traten Kräfte von bis zu $800\mu\text{N}$ auf. Insgesamt wurde diese Probe mit 620 Zyklen und unterschiedlichen Verschiebungsamplituden geprüft. Abb. 4.4 zeigt die Kraft-Verschiebungskurve des 220. Zyklus bei einer vorgegebenen Verschiebungsamplitude von $\pm 550\text{nm}$. In Z1 betrug die effektive Verschiebung 549nm bei einem Kraftmaximum von $772\mu\text{N}$. In Z2 wurde eine effektive Verschiebung von 383nm und ein Kraftminimum von $-625\mu\text{N}$ erreicht. Die zunehmende Steigung der elastischen Belastungskurve im Bereich ab ungefähr 100nm ist wiederum auf die Nichtlinearität der Kraftaktivierung des PicoIndenters zurückzuführen.

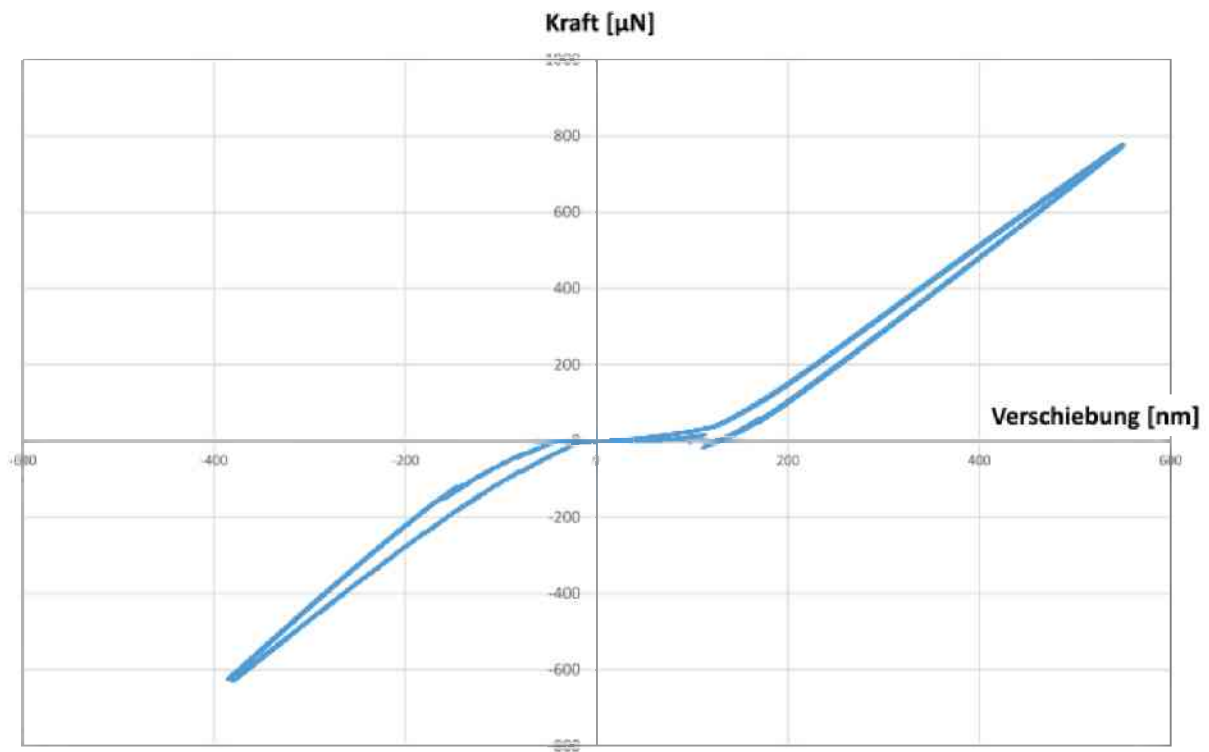


Abb. 4.4.: Kraft-Verschiebungskurve des 220. Zyklus von Probe 1.1 mit unterschiedlicher Maximalverschiebung in Z1 Bereich und Z2 Bereich.

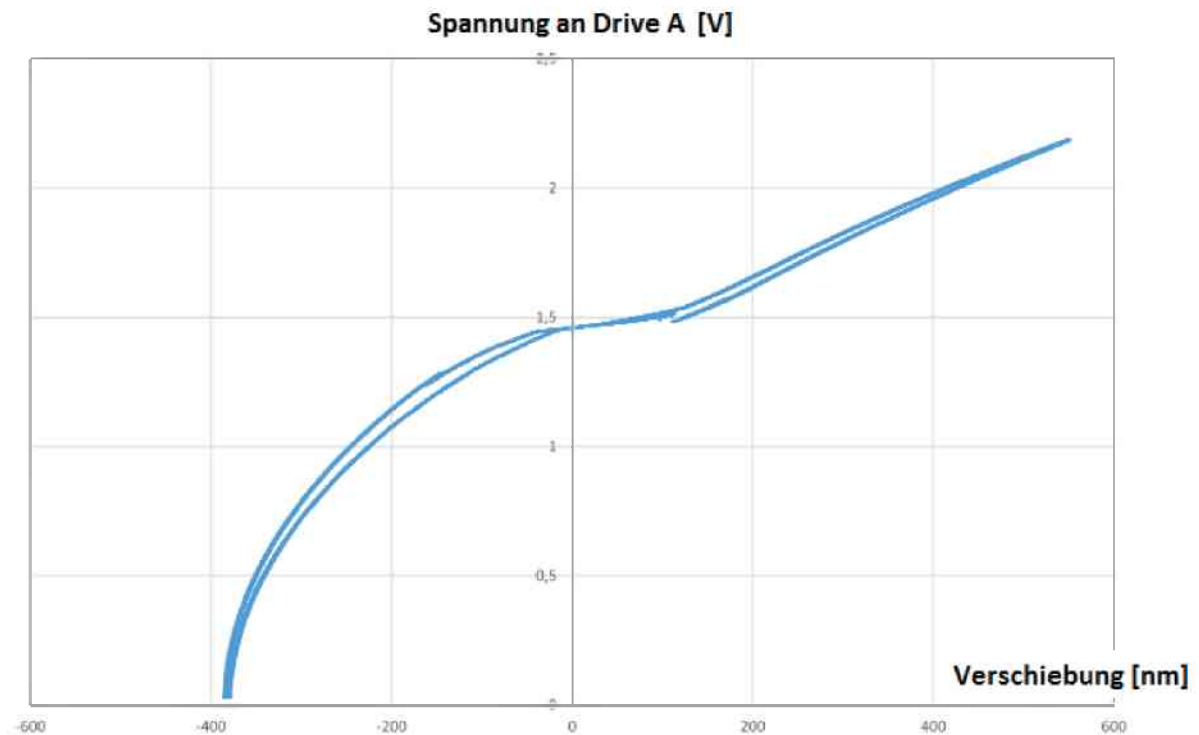


Abb. 4.5.: Zusammenhang der an den für die Kraftaktivierung zuständigen Drive A angelegten Spannung und der Gesamtverschiebung für Probe 1.1 für Versuchszyklus 220 der Probe 1.1.

Da die Ursache für die limitierte Wegamplitude und der daraus resultierenden stärkeren Belastung im Bereich Z1 wie in Abb. 4.4 ersichtlich ist, am kraftaktivierenden Kern des Transducers liegen könnte, ist in Abb. 4.5 der Zusammenhang zwischen der an den Kraftaktivator angelegten Spannung und der Gesamtverschiebung dargestellt. Die für das Bias Offset von 1900nm nötige Vorspannung beträgt 1,46V. Sobald der Greifer die Probe berührt ändert sich der Kurvenverlauf, indem die Spannung positiver (Z1 Bereich) oder negativer (Z2 Bereich) wird. In Z2 beträgt die angelegte Spannung bei einer Verschiebung von 400nm 0V. Dadurch ist das Kraftminimum von $-625\mu\text{N}$ erreicht und der Indenter hat sein Auslenkungsmaximum in die negative Z2 Richtung erreicht.

4.2.1.3. Probe 1.2

Um mit Probe 1.1 unter anderem den Einfluss der Krafthöhe auf die realisierbaren Verfahrwege des PicoIndenters untersuchen zu können, wurde diese mittels FIB nachbearbeitet. Dabei wurde b von $4,2\mu\text{m}$ auf $3,2\mu\text{m}$ und h von $3,8\mu\text{m}$ auf $2,4\mu\text{m}$ reduziert, sowie δl von $3,6\mu\text{m}$ auf $4,6\mu\text{m}$ erhöht. Der kleinere Probenquerschnitt führte zur Reduktion der maximalen Biegekraft, wodurch die vorgegebenen Verschiebungsamplituden wieder in beide Richtungen ausgefahren werden konnten. Für diese Versuche wurde der PicoIndenter mit den Kalibrierungsparametern für Zug, sowie dem Mittelwert aus den Parametern für Zug und Druck kalibriert. Für die Versuche wurden Bias Offsets von 1500nm und 1900nm verwendet. Ziel dieser Versuche war es, den optimalen Bias Offset- und geeignetes Kalibrierungsverfahren zu ermitteln, um die nichtlinearen Anteile der Kraft-Verschiebungskurve (siehe Abb. 4.3) zu verringern.

Durch Versuche im Vakuum ohne Probe konnte der Einfluss des unterschiedlichen Bias Offsets beobachtet werden.

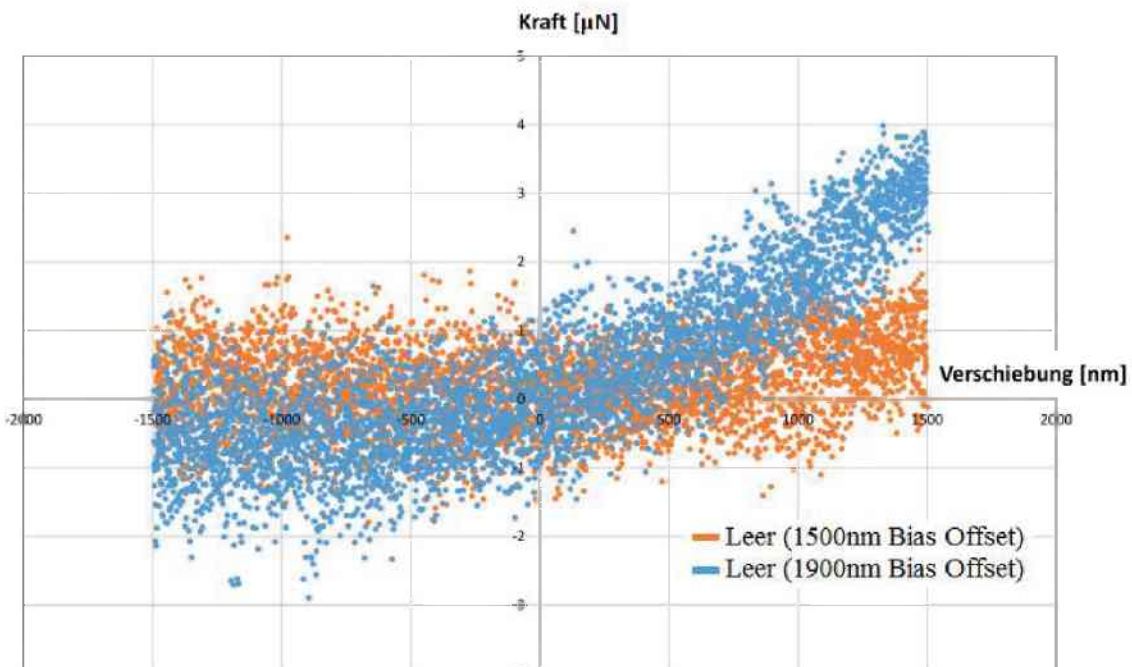


Abb. 4.6.: Vergleich der Kraft-Verschiebungskurven eines Versuchs im Vakuum ohne Probe bei einer Verschiebungsamplitude von 1500nm bzw. einem Bias Offset von 1500nm (orange) und einem Bias Offset von 1900nm (blau). Der PicoIndenter wurde in beiden Versuchen mit den Mittelwerten der Parameter des Zug- und Druckbereichs kalibriert.

Abb. 4.6 vergleicht die Kraft-Verschiebungskurven für Versuche ohne Belastung der Probe mit Bias Offsets von 1500 (orange) und 1900nm (blau). Bei beiden Versuchen wurde der Mittelwert der Kalibrierungskonstanten für den Zug- und Druckbereich verwendet. In beiden Fällen wurde eine Wegamplitude von 1500nm vorgegeben. Zu erwarten wäre hier eine konstante Kraft von 0N über den gesamten Verschiebungsbereich. Tatsächlich steigt die Kraft aber in Z1 an. Bei einem niedrigeren Bias Offset ist dieser Effekt weniger stark ausgeprägt als für ein höheren Bias Offset (vergleiche Abb. 4.6).

In weiterer Folge wurde versucht den Einfluss der verschiedenen Kalibrierungsparameter (Druck, Zug oder Mittelwert aus Zug und Druck) zu untersuchen.

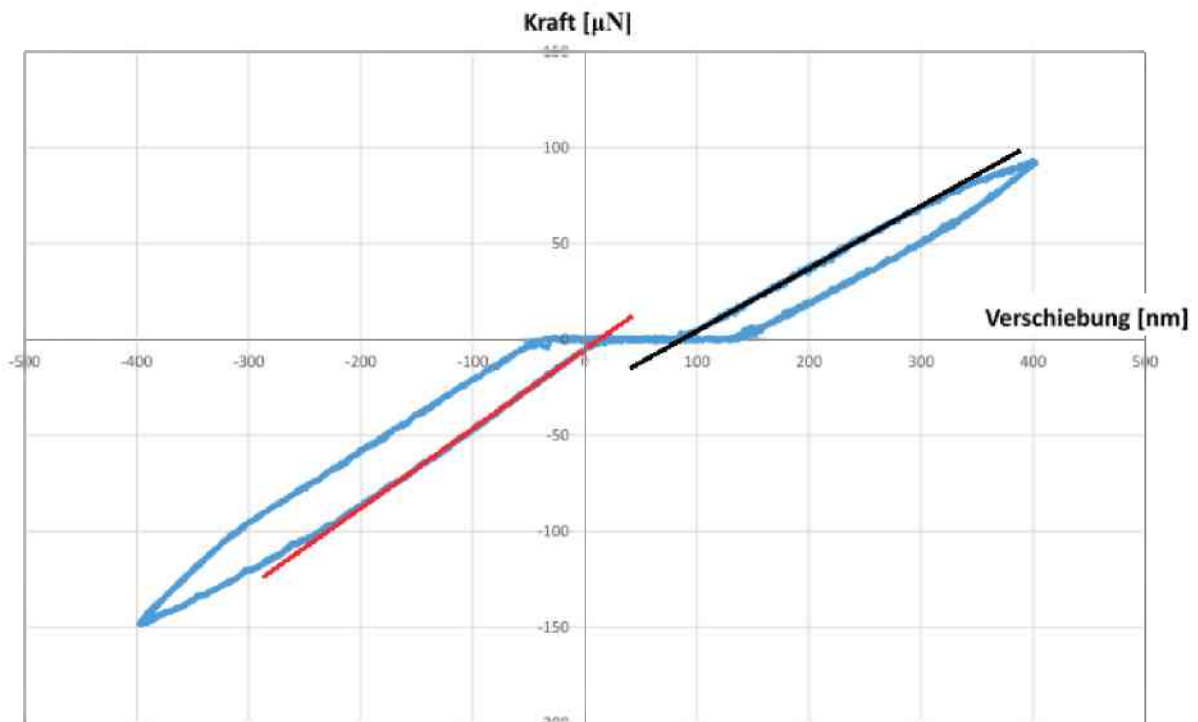


Abb. 4.7.: Kraft-Verschiebungskurve von Probe 1.2, bei einem Bias Offset von 1500nm und einer Kalibrierung mit den Mittelwerten der Zug- und Druck-Parameter. Die schwarze Gerade markiert das elastische Verhalten im Z1 Bereich und die rote Gerade das linear-elastische Verhalten im Z2 Bereich.

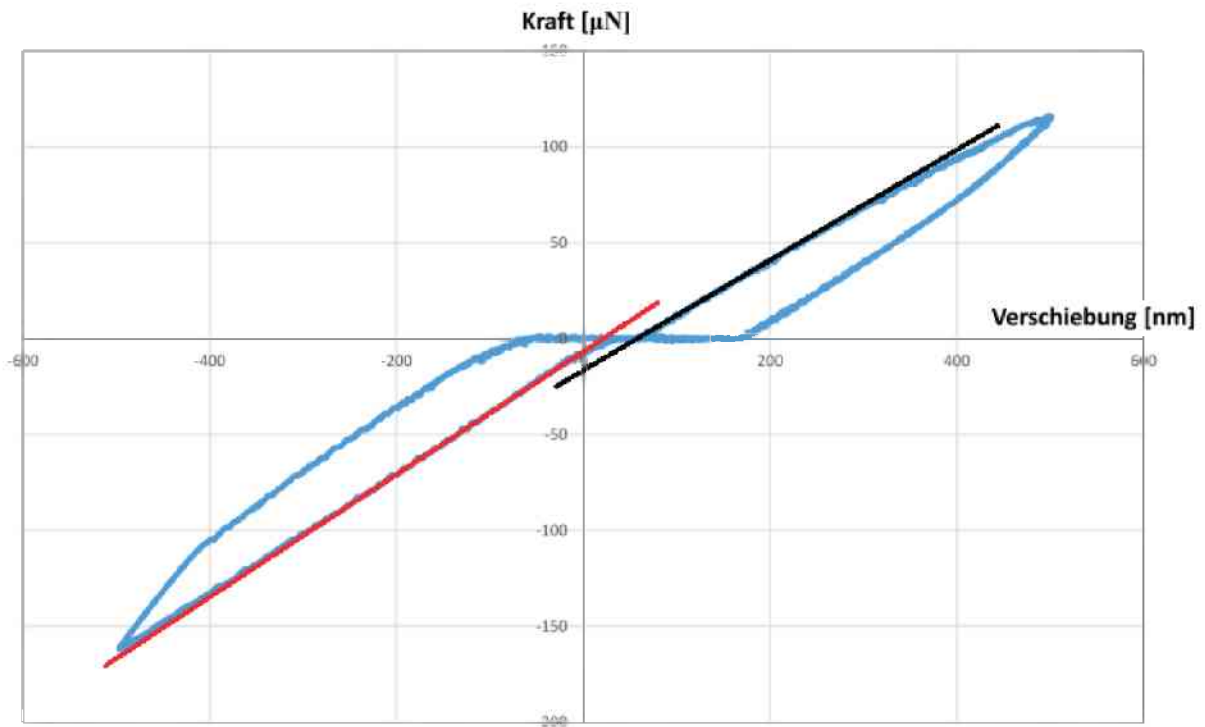


Abb. 4.8.: Kraft-Verschiebungskurve von Probe 1.2, bei einem Bias Offset von 1500nm und einer Kalibrierung mit den Parametern für den Zugbereich. Die schwarze Gerade markiert das elastische Verhalten im Z1 Bereich und die rote Gerade das linear-elastische Verhalten im Z2 Bereich.

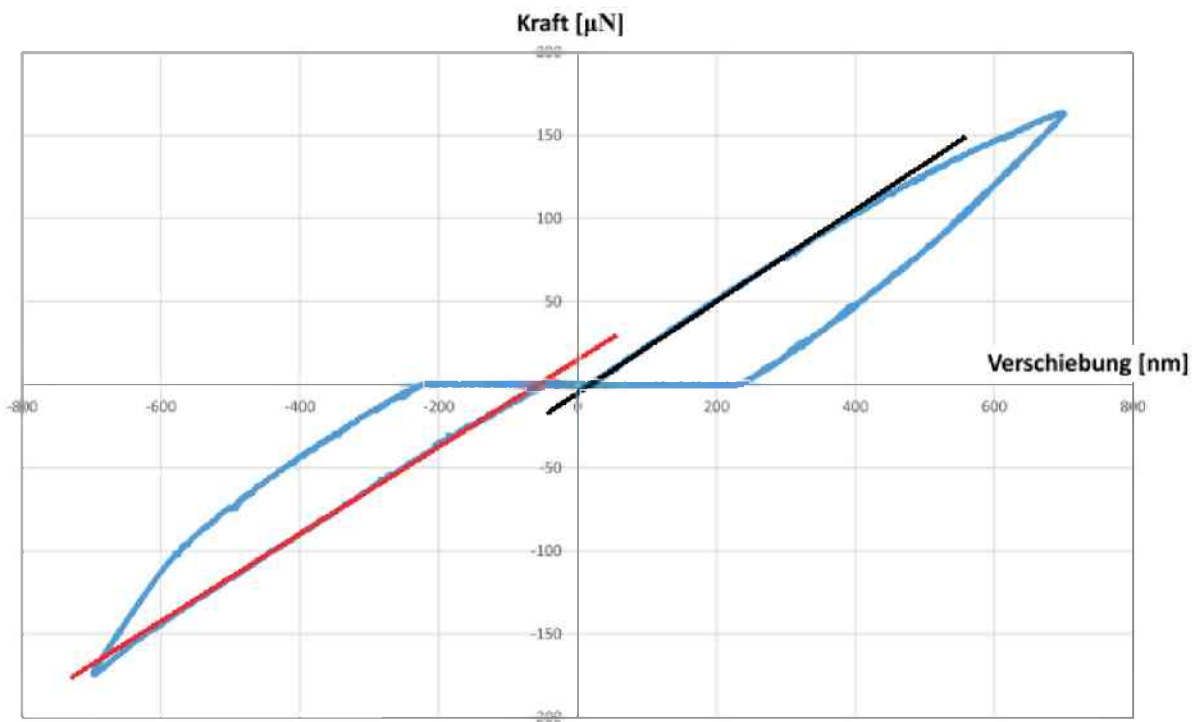


Abb. 4.9.: Kraft-Verschiebungskurve von Probe 1.2, bei einem Bias Offset von 1500nm und einer Kalibrierung mit den Parametern für den Druckbereich. Die schwarze Gerade markiert das elastische Verhalten im Z1 Bereich und die rote Gerade das linear-elastische Verhalten im Z2 Bereich.

Abb. 4.7 zeigt eine Kraft-Verschiebungskurve von Probe 2.1 mit einem Bias Offset von 1500nm und einer Kalibrierung mit den Mittelwerten der Parameter des Zug- und Druckbereichs. Die elastischen Belastungsgerade von Z1 ist schwarz und jene von Z2 rot markiert. Dabei ist ersichtlich dass die elastischen Geraden von Z1 und Z2 unterschiedliche Steigungen haben. Abb. 4.8 zeigt die Kraft-Verschiebungskurve von Probe 1.2 mit einem Bias Offset von 1500nm und einer Kalibrierung im Zugbereich. Auch bei diesen Einstellungen unterscheiden sich die elastischen Geraden von Z1 und Z2. In Abb. 4.9 ist die Kraft-Verschiebungskurve von Probe 2.1 mit einem Bias Offset von 1500nm und einer Kalibrierung im Druckbereich zu sehen. Hier unterscheiden sich die elastischen Geraden von Z1 und Z2 nur geringfügig in der Steigung.

Abb. 4.10 zeigt die Kurvenentwicklung von Versuchen an Probe 1.2 mit unterschiedlichen Verschiebungsamplituden. Dabei wurde eine Kalibrierung im Druckbereich und ein Bias Offset von 1500nm verwendet. Es ist ersichtlich, dass die Kurven in Z1 zuerst der Kurve der geringeren Verschiebungsamplitude folgen und diese danach perfekt fortsetzen. Bei den Versuchen mit einer Amplitude von 700nm und 800nm befand sich die Probe auf einer anderen Position, wodurch der Spalt zwischen Greifer und Biegebalken größer war. Dadurch starten diese Kurven etwas später. Bei einsetzen der plastischer Verformung verlassen die Kurven die elastische Gerade. Im Bereich von Z2 ändert sich die Steigung des linear-elastischen Verformungsanteils aufgrund der Nichtlinearität der Kraftaktivierung des Pico-Indenters mit der Verschiebungsamplitude. Die Abweichung von der elastischen Gerade aufgrund einsetzender plastischer Verformung ist bei allen Kurven im Z2 Bereich weniger stark ausgeprägt.

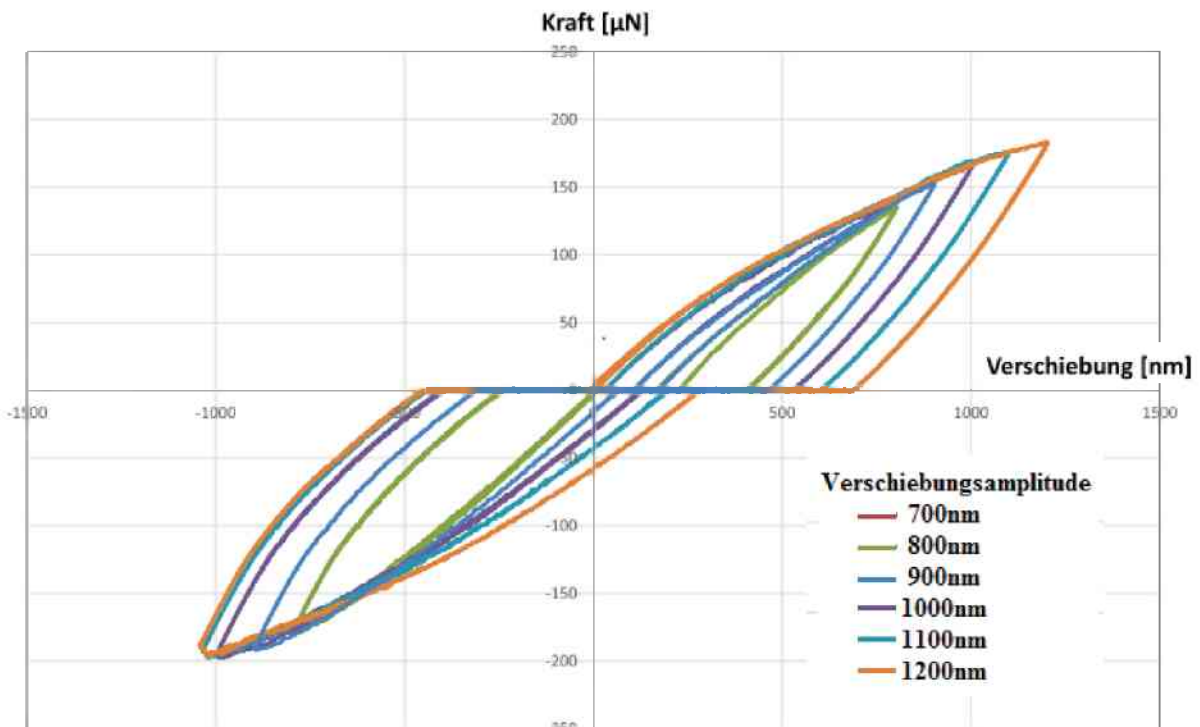


Abb. 4.10.: Kurvenentwicklung von Probe 1.2 bei unterschiedlichen Verschiebungsamplitude mit einer Kalibrierung im Druckbereich und einem Bias Offset von 1500nm.

4.2.1.4. Probe 1.3

Eine ungünstige Ausrichtung zwischen Biegebalken und Greifer kann neben der Biegebelastung zu einer zusätzlichen Torsion führen, die sich in den mechanischen Daten wieder spiegelt (Abb. 4.12, Pfeilmarkierung). Dadurch kommt es in der Kraft-Verschiebungskurve bei Erstkontakte zwischen Greifer und Biegebalken zu einem graduellen Anstieg der Kraft. In der Entlastungskurve nimmt die Kraft beim Loslösen des Greifers von der Biegeprobe graduell ab. Um die ungewollte Torsion zu minimieren wurde die Breite des Biegebalkenendes (Angriffspunkt des Greifers) von $2,4\mu\text{m}$ auf $0,8\mu\text{m}$ reduziert (Abb. 4.11, Pfeilmarkierung).

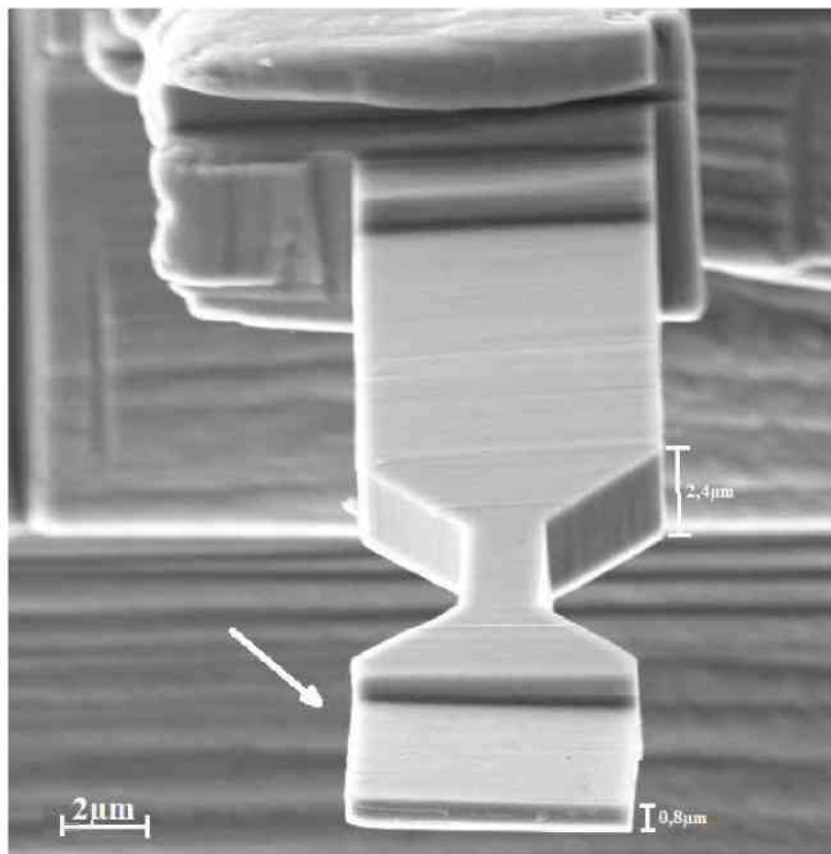


Abb. 4.11.: REM-Übersichtsaufnahme von Probe 1.3. Der Pfeil markiert die Geometrieänderung.

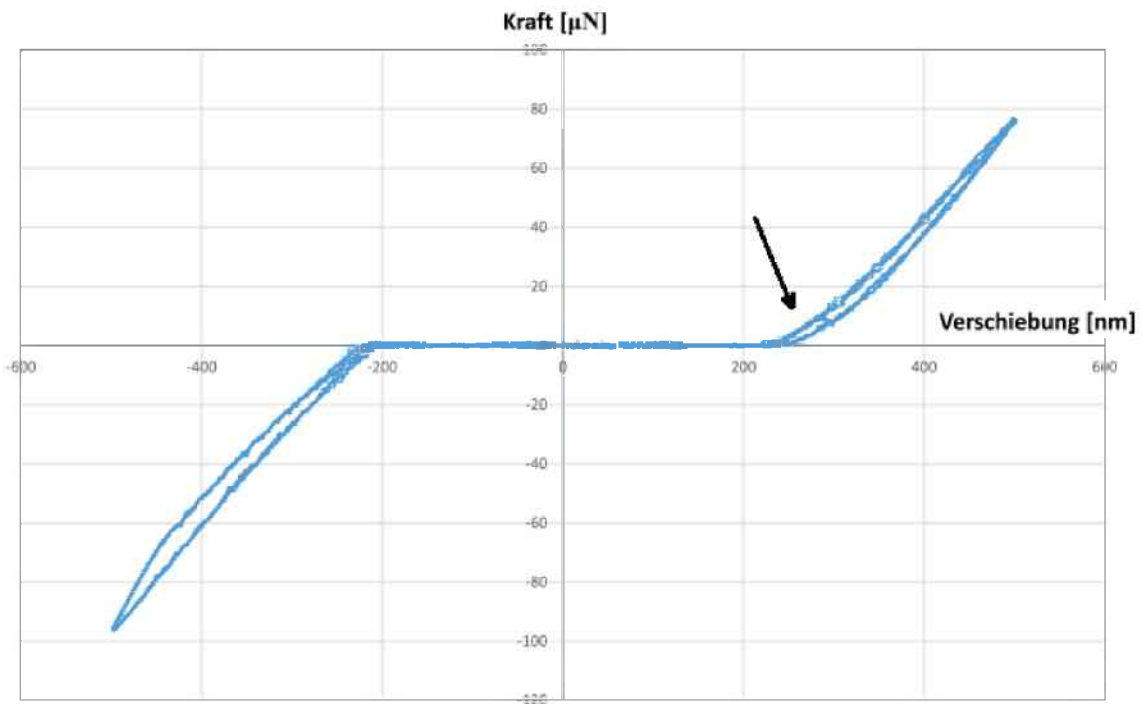


Abb. 4.12.: Kraft-Verschiebungskurve von Probe 1.2 mit starkem Torsionseinfluss aufgrund einer schlechten Ausrichtung zwischen Biegebalken und Greiferklunge. Aus dieser schlechten Ausrichtung folgt eine vorerst einseitige Belastung und erst mit steigender Belastung ist die ganze Schneide in Kontakt. Daraus resultiert die starke Änderung der Nachgiebigkeit (Pfeilmarkierung).

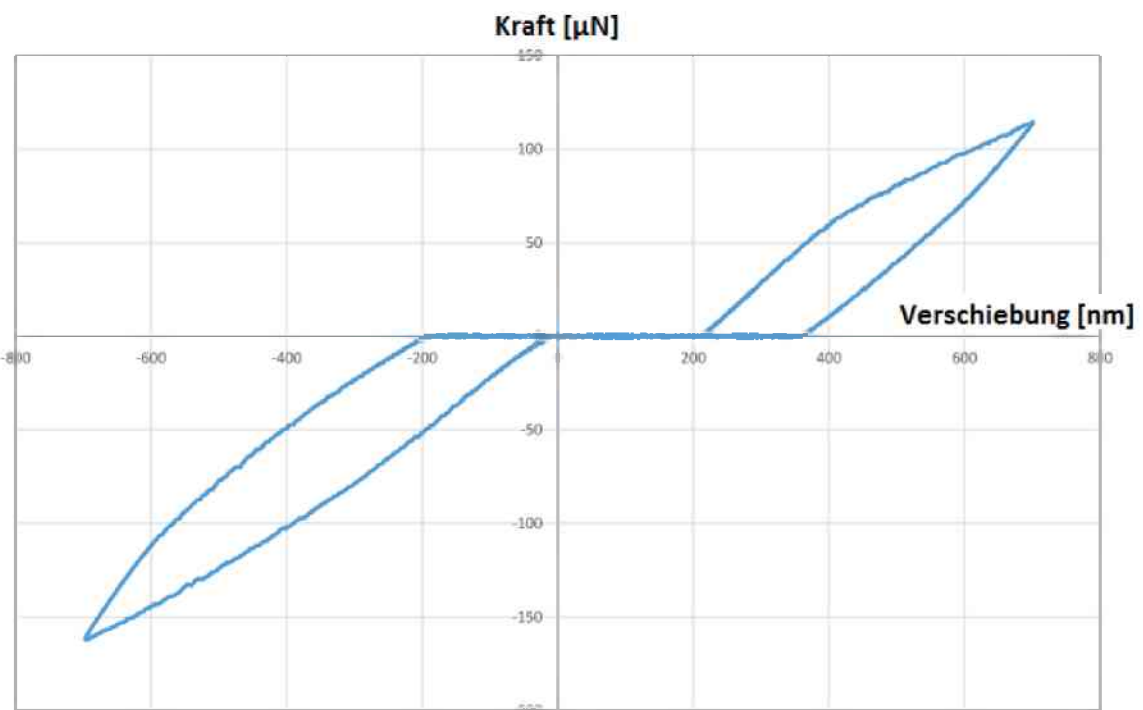


Abb. 4.13.: Kraft-Verschiebungskurve für Probe 1.3 ohne sichtbare Torsionsbelastung.

Abb. 4.13 zeigt eine Kraft-Verschiebungskurve von Probe 1.3 verringerte Breite des Biegebalkenendes. Vergleicht man diese mit der Kurve in Abb. 4.12 so fällt auf, dass keine signifikanten Torsion auftrat.

4.2.2. Strukturstabilität von ultrafeinkörnigem Kupfer bei zyklischen Biegeversuchen

Bei den weiteren Proben wurden zyklischen Ermüdungsversuche und Strukturuntersuchungen durchgeführt um die Strukturstabilität von ufg Kupfer bei zyklischer Biegebelastung zu untersuchen

4.2.2.1. Probe 2.1

Da diese Probe einen kleinen Querschnitt von $1,1\mu\text{m} \times 0,8\mu\text{m}$ hatte, sind die vom PicoIndenter aufbrachten Kräfte sehr gering. Für die Kalibrierung wurden die Parameter des Druckbereichs verwendet und der Bias Offset betrug 1900nm. Das Spannungsmaximum lag bei 589MPa. Abb. 4.14. zeigt die Spannungs-Dehnungskurve des 20. Zyklus von Probe 2.1. Um das Rauschen zu minimieren wurde jeweils der Mittelwert von zehn aufeinander-folgenden Messpunkten aufgetragen. Dadurch konnte der Einfluss des Rauschens minimiert werden. Die plastische Dehnungsamplitude bei diesem Versuchsblock betrug $\epsilon_{pl} = 6,7 \cdot 10^{-3}$. Nach 200 Zyklen ohne sichtbare Entfestigung wurde die Probe ausgebaut und im REM auf Strukturänderungen untersucht. Leider konnte die Kornstruktur weder mittels EBSD noch über den Inlens- oder BSE-Detektor sichtbar gemacht werden, da die Oberfläche zu stark kontaminiert wurde.

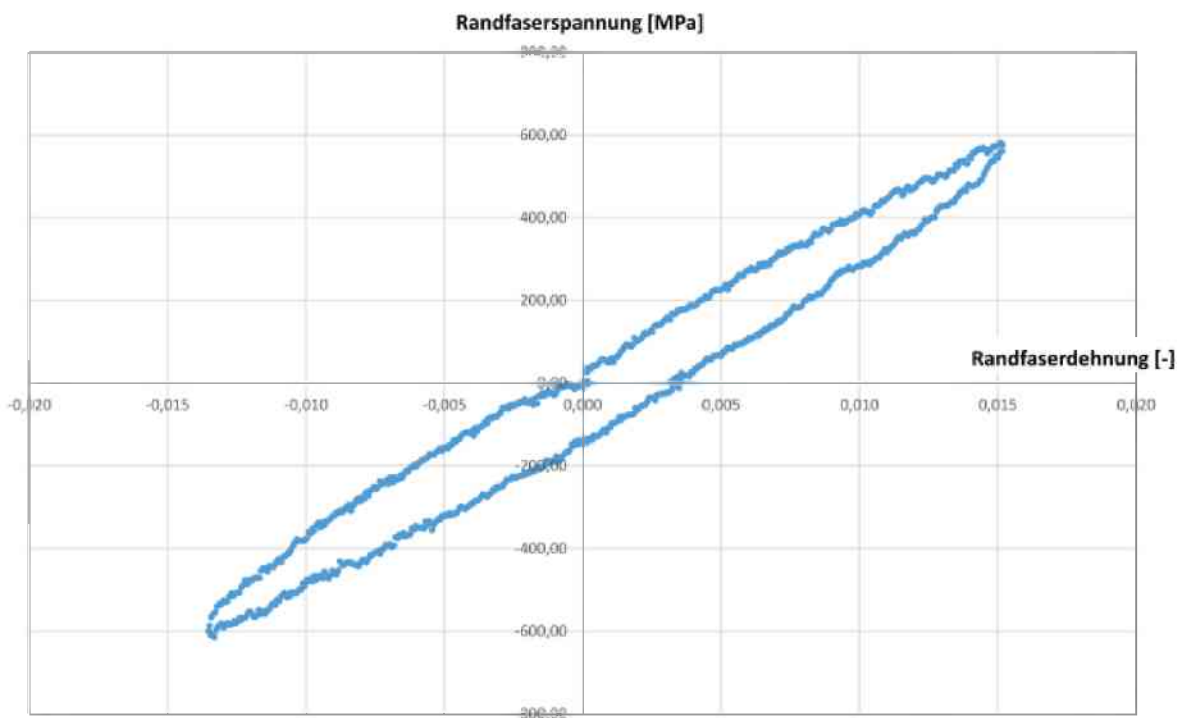


Abb. 4.14.: Spannungs-Dehnungskurve von Probe 2.1 bei Zyklus 20

4.2.2.2. Probe 2.2

Um neue Versuche mit Probe 2.1 durchführen zu können, wurde die kontaminierte Oberfläche mittels FIB entfernt. An der neu polierten Oberfläche konnten wieder EBSD-, BSE- und Inlens-Untersuchungen durchgeführt werden. Anschließend wurde diese Probe in mehreren Blöcken bis zu einer Gesamtzyklenzahl von 1000 Zyklen getestet. In Block A wurden 200 Zyklen mit einer plastischen Dehnungsamplitude von $3,3 \cdot 10^{-3}$ durchgeführt. Abb. 4.15 zeigt die Entwicklung der Spannungs-Dehnungskurven während der 200 Zyklen von Block B. Dabei betrug die plastische Dehnungsamplitude $3,8 \cdot 10^{-3}$. Um die Entwicklung der Kurve übersichtlicher zu gestalten wurde nur jeder 100. Zyklus aufgetragen. Die Kurven der unterschiedlichen Zyklen wurden mit verschiedenen Farben belegt. Dabei steht N1 für den ersten Zyklus des Blocks. Die Kurven von Block B liegen relativ nahe beisammen, und beim Vergleichen der Spannungmaxima und Minima konnte keine Entfestigung beobachtet werden. In Block C wurden 400 weitere Zyklen mit einer plastischen Dehnungsamplitude von $4,4 \cdot 10^{-3}$ durchgeführt. Die Kurvenentwicklung ist in Abb. 4.16 dargestellt. Es wurde wieder jeder 100. Zyklus eingezeichnet. Aus der Betrachtung der Spannungmaxima und Minima geht kein eindeutiger Trend in Form einer graduellen Zu- oder Abnahme mit steigender Zyklenzahl hervor, obwohl die Gesamtschwankung in Bereich Z1 bei 16 MPa und in Bereich Z2 bei 42 MPa liegt.

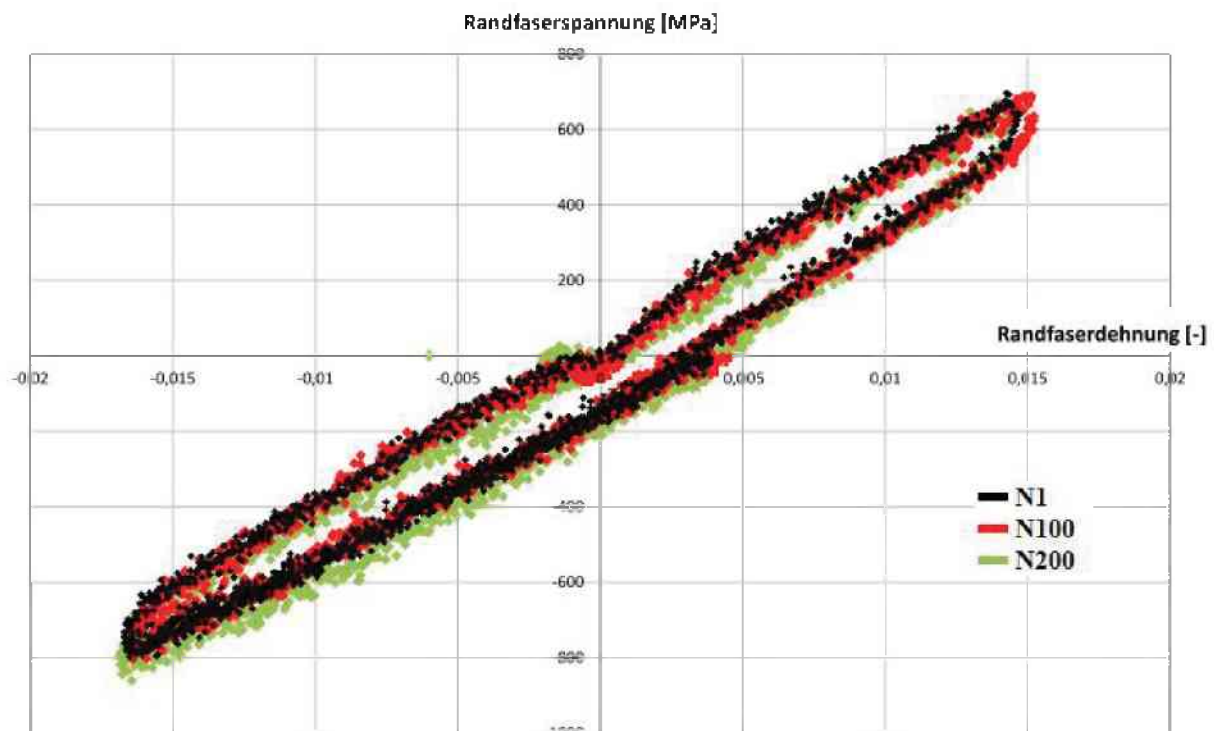


Abb. 4.15.: Entwicklung der Spannungs-Dehnungskurve von Probe 2.2 während Versuchsblock B (200 Zyklen).

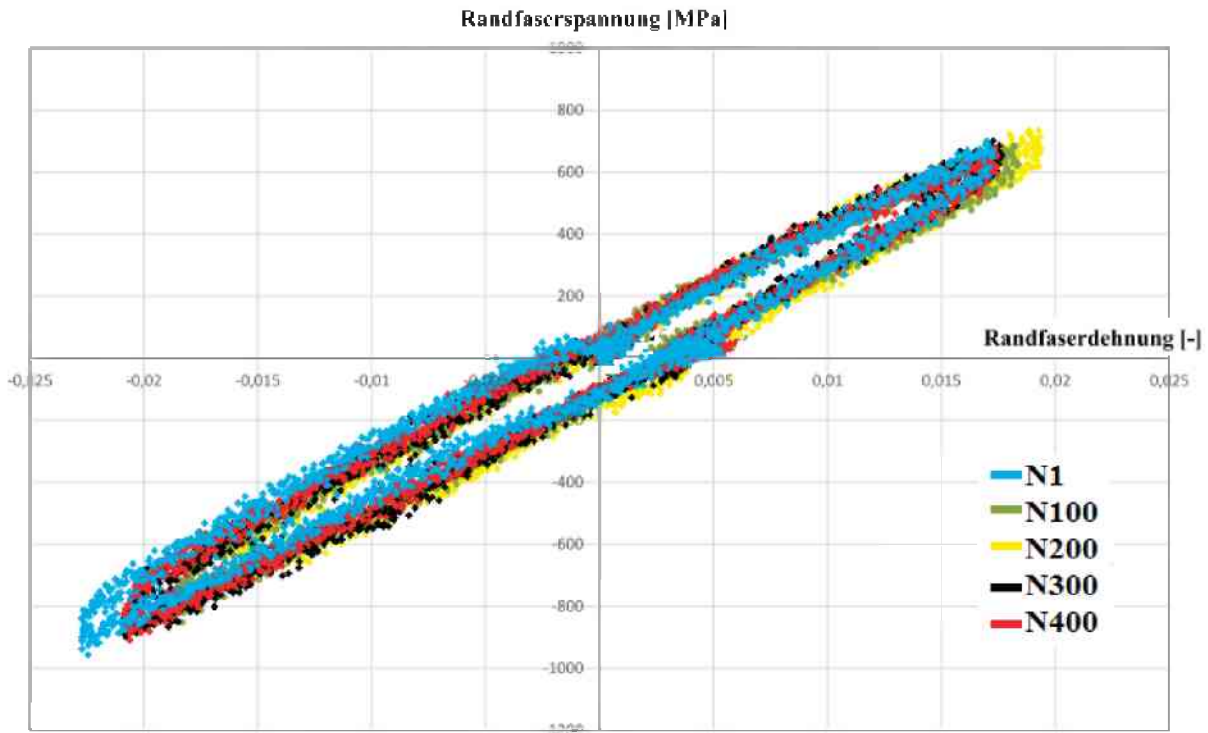


Abb. 4.16.: Entwicklung der Spannungs-Dehnungskurve von Probe 2.2 während Versuchsblock C (400 Zyklen).

4.2.2.3. Probe 3

Probe 3 mit einem Verjüngungsquerschnitt von $3,0\mu\text{m} \times 3,2\mu\text{m}$ wurde in zwei Versuchsblöcken zu je 100 Zyklen getestet. Dabei wurde eine Kalibrierung mit den Parametern des Druckbereichs und ein Bias Offset von 1900nm verwendet. Es wurde in Block A eine plastische Dehnungsamplitude $5,8 \cdot 10^{-3}$ und in Block B eine plastische Dehnungsamplitude von $4,9 \cdot 10^{-3}$ aufgebracht. In Abb. 4.17 ist die Entwicklung der Spannungs-Dehnungskurve über die 100 Zyklen von Block A aufgetragen. Um die Kurvenentwicklung übersichtlicher zu gestalten, wurde nur jeder zwanzigste Zyklus aufgetragen. Die Kurven der unterschiedlichen Zyklen wurden mit verschiedenen Farben belegt. Es wurde dabei in Z1 eine Randfaserdehnung von 558MPa bis 574MPa und in Z2 von -613MPa bis -866MPa erreicht. Nach N1 wurde die Probenposition verändert. Daher stimmt diese Kurve nicht ganz mit den anderen dieses Blocks überein. Im Bereich Z2 streuen die Spannungsminima je Zyklus stark, was eine explizite Aussage über eine Entfestigung erschwert.

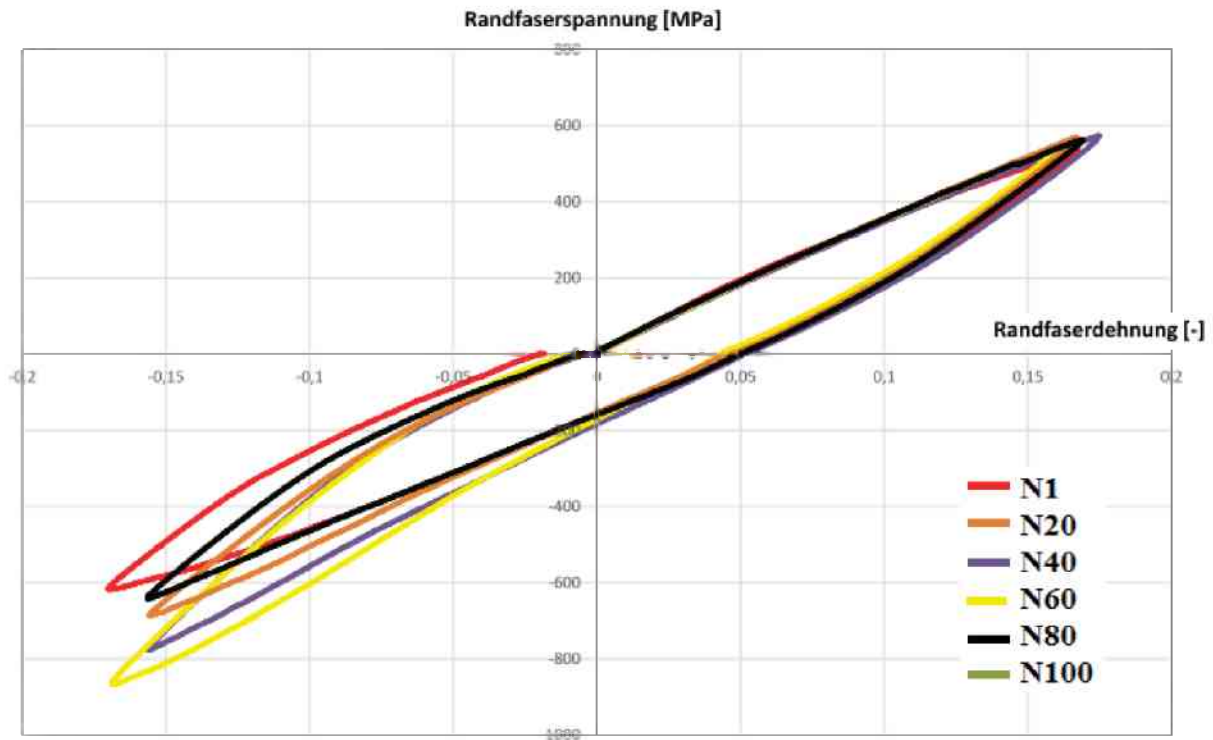


Abb. 4.17.: Entwicklung der Spannungs-Dehnungskurven von Probe 3 während Versuchsblock A (100 Zyklen).

Abb. 4.18 zeigt die Kurvenentwicklung während des Blocks B. Die Spannungsmaxima in Z1 betragen zwischen 534MPa und 580MPa sowie die Minima in Z2 lagen zwischen -682MPa und -699MPa zeigte keine eindeutige Ab- oder Zunahme in Abhängigkeit von der Zyklenzahl. Nach den ersten Zyklen musste die Probenposition korrigiert werden. Daher wurde die plastische Dehnungsamplitude ab den 20. Zyklus in den Bereich Z1 verschoben.

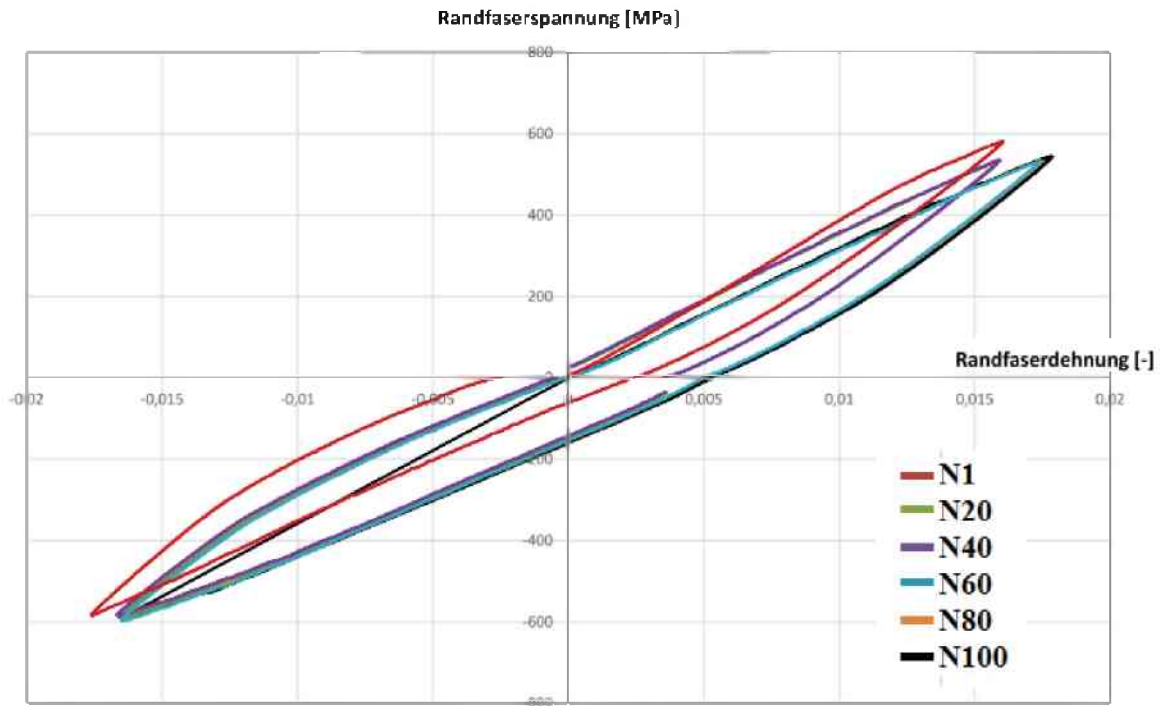


Abb. 4.18.: Entwicklung der Spannungs-Dehnungskurven von Probe 3 während Versuchsblock B (100 Zyklen).

Die Vergrößerung der Spannungsmaxima von Z1 in Abb. 4.19, sowie die Vergrößerung der Minima von Z2 in Abb. 4.20 zeigen, dass zwar eine große Streuung der Spannungsmaxima von 46MPa im Bereich von Z1 und von 17MPa im Bereich von Z2 vorliegt, der fehlende Trend in deren Entwicklung lässt jedoch auf keine Entfestigung schließen.

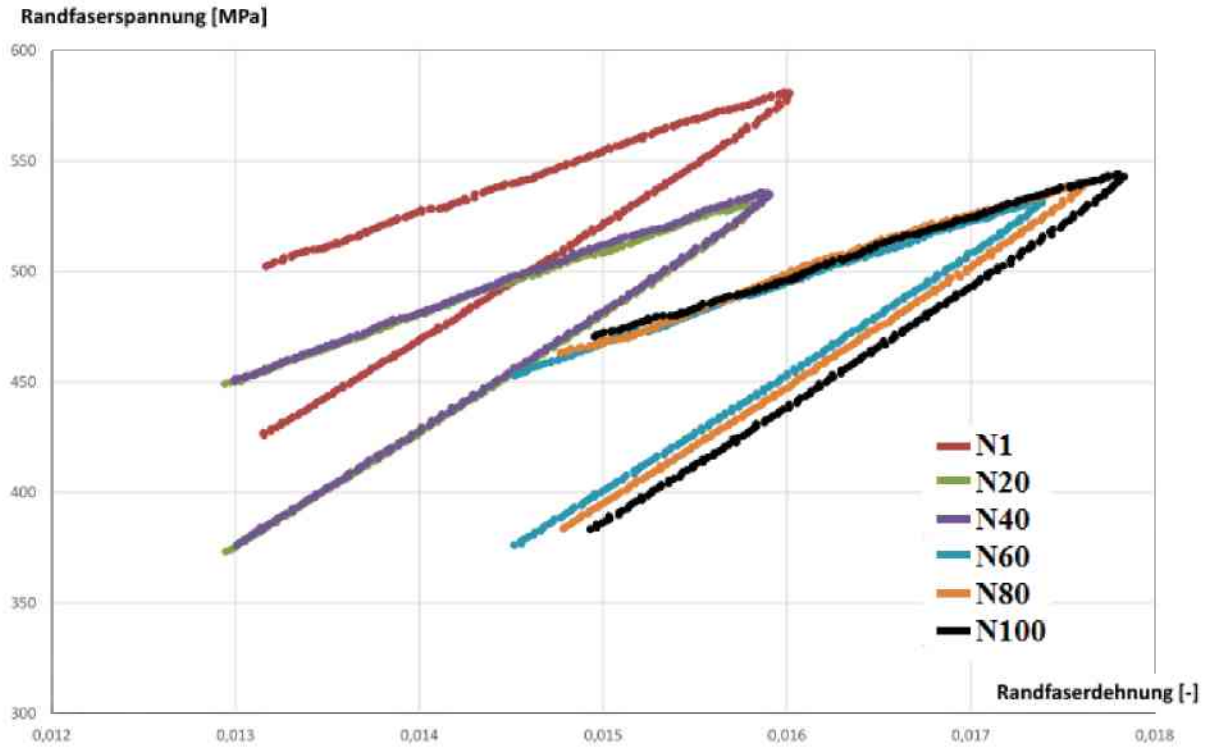


Abb. 4.19.: Vergrößerung der Spannungmaxima von Z1 in Block B der Probe 3.

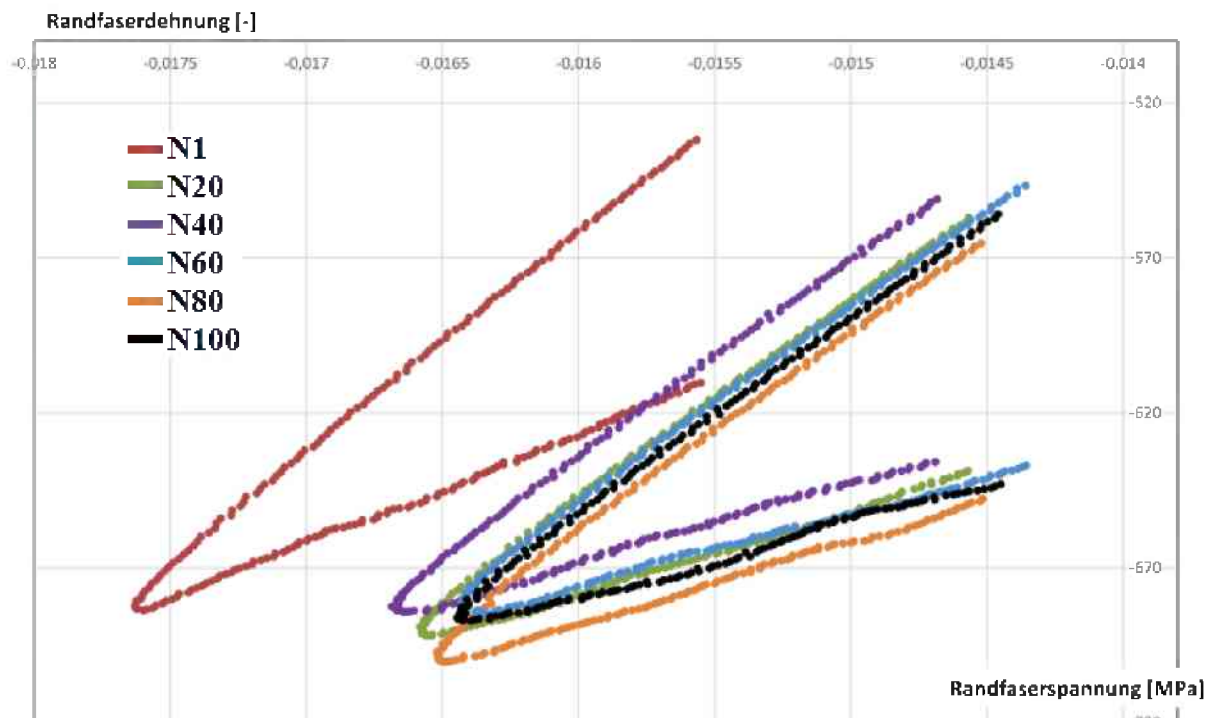


Abb. 4.20.: Vergrößerung der Spannungsminima von Z2 in Block B der Probe 3.

4.3. Die Entwicklung der Mikrostruktur

Zwischen den einzelnen Versuchsblöcken (A, B und C) wurden mittels Inlens- BSE-Detektoren und EBSD-Strukturaufnahmen durchgeführt, um die Entwicklung der Kornstruktur aufgrund zyklischer Belastung zu beobachten.

4.3.1. Strukturentwicklung von Probe 2.2

Abb. 4.21-4.32 zeigt BSE-Aufnahmen der Verjüngung von Probe 2.2. vor Versuchsbeginn bzw. nach den einzelnen Versuchsblöcken. Dabei steht $\epsilon_{pl,A}$ für die plastische Dehnungsamplitude und N_A für die Zyklenzahl in Block A. Leider sind die einzelnen Körner in den Aufnahmen nur schlecht aufgelöst, trotzdem kann keine signifikante Strukturänderung, wie beispielsweise Kornwachstum, nach den insgesamt 1000 Zyklen aller Versuchsblöcke erkannt werden. Allerdings kam es zu einer Schädigung mit anschließender Rissbildung (Abb. 4.24, Pfeilmarkierung).

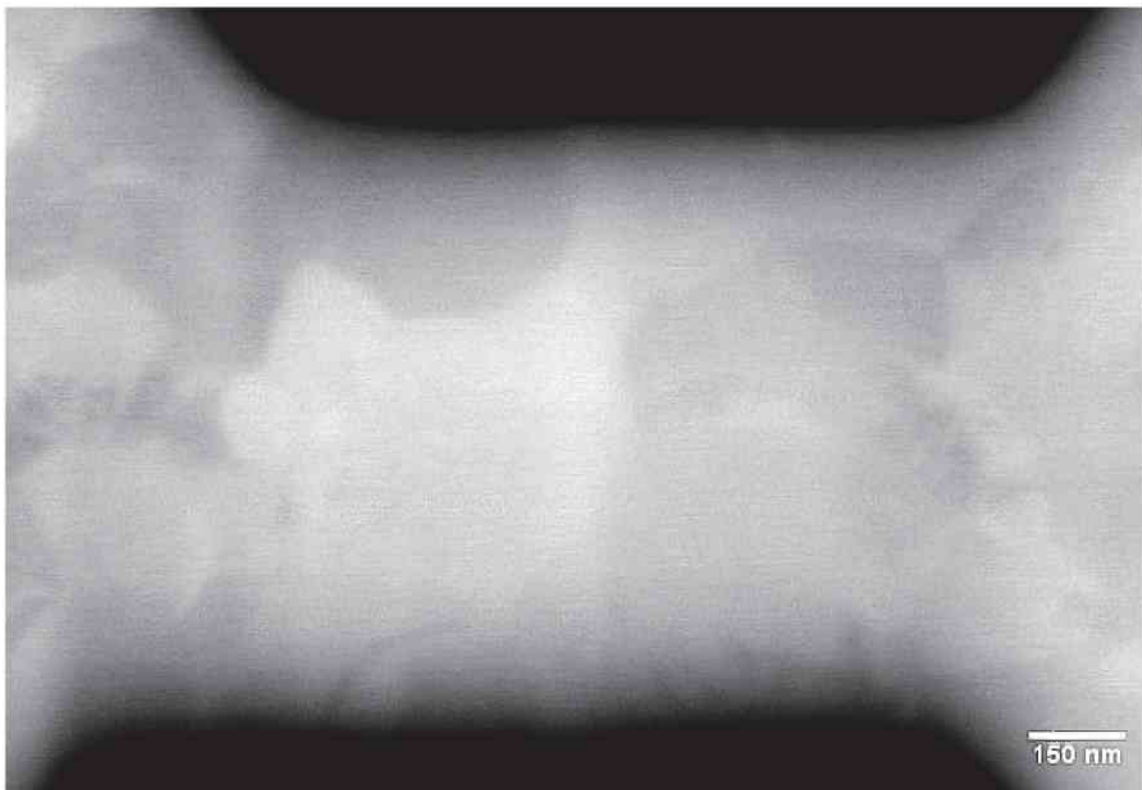


Abb. 4.21.: BSE-Aufnahme von Probe 2.2 vorm Start der zyklischen Ermüdungsversuche.

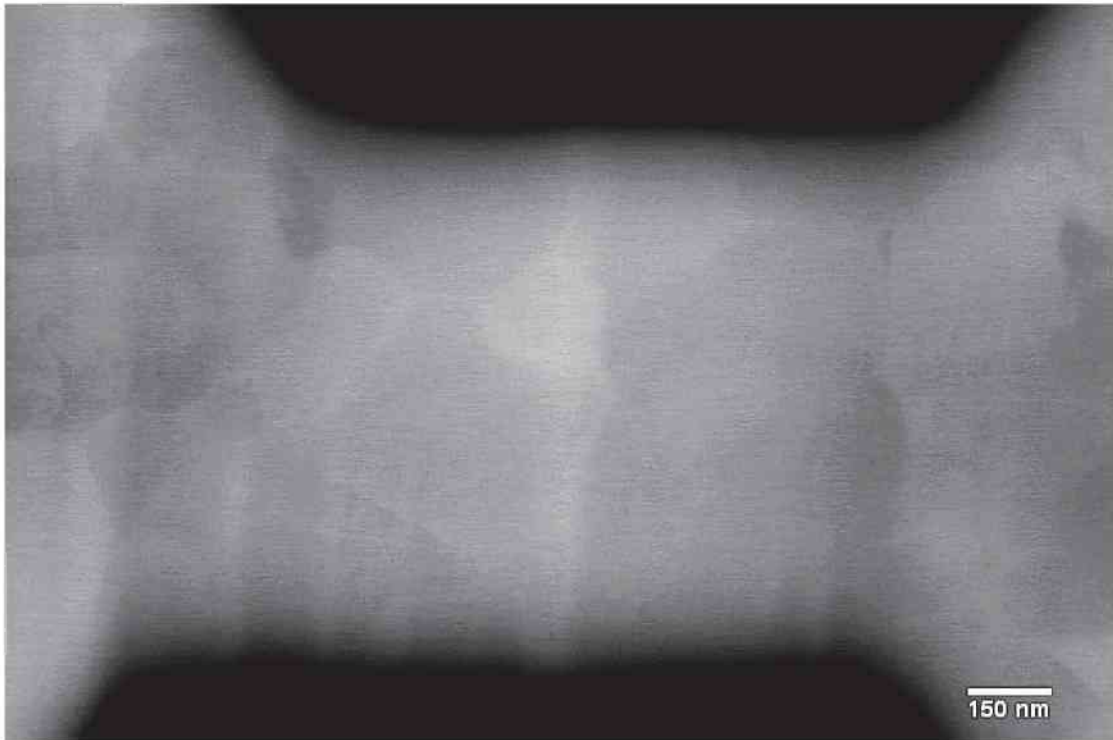


Abb. 4.22.: BSE-Aufnahme von Probe 2.2 nach Versuchsblock A. ($\epsilon_{pl,A} = 3,3 \cdot 10^{-3}$; $N_A = 200$).

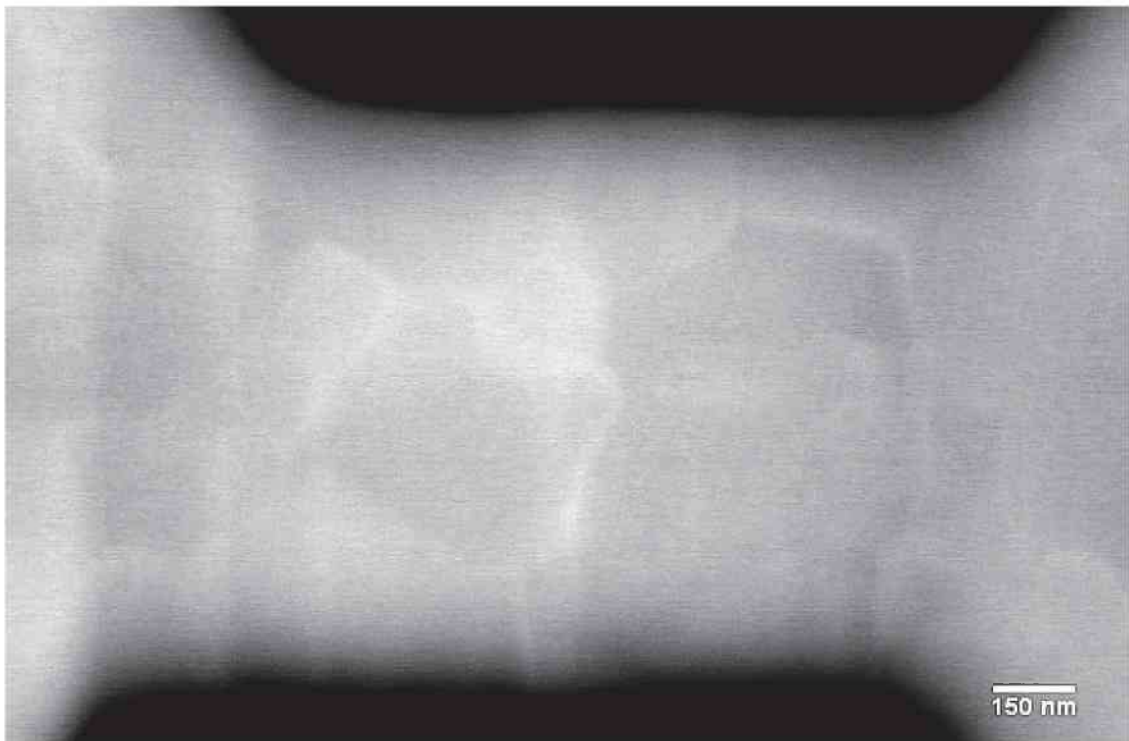


Abb. 4.23.: BSE-Aufnahme von Probe 2.2 nach Versuchsblock B (A + B; $\epsilon_{pl,A} = 3,3 \cdot 10^{-3}$; $N_A = 200 + \epsilon_{pl,B} = 3,8 \cdot 10^{-3}$; $N_B = 200$).

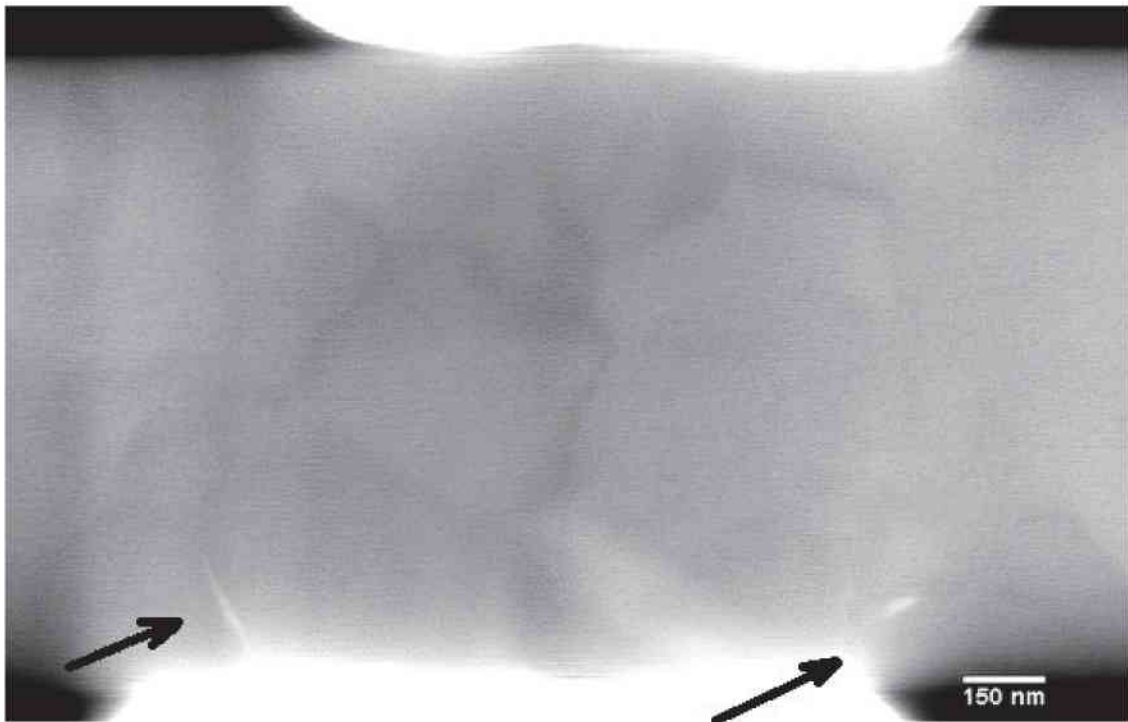


Abb. 4.24.: BSE-Aufnahme von Probe 2.2 nach Versuchsblock C. ($A + B + C$; $\epsilon_{pl,A} = 3,3 \cdot 10^{-3}$; $N_A = 200$ + $\epsilon_{pl,B} = 3,8 \cdot 10^{-3}$; $N_B = 200$ + $\epsilon_{pl,C} = 4,4 \cdot 10^{-3}$; $N_C = 400$). Die Pfeile markieren Risse, welche sich im letzten Versuchsblock bildeten.

Abb. 4.25 zeigt eine EBSD Aufnahme von Probe 2.2 vor Beginn der zyklischen Ermüdungsversuche. Da nach dem ersten Versuchsblock keine aussagekräftigen EBSD-Aufnahmen mehr möglich waren, konnte die Strukturentwicklung nur mit den BSE-Aufnahmen verfolgt werden.



Abb. 4.25.: EBSD-Aufnahme von Probe 2.2 vorm Start der zyklischen Ermüdungsversuche.

4.3.2. Strukturentwicklung von Probe 3

Bei Probe 3 konnten nur mit BSE und EBSD aussagekräftige Strukturaufnahmen gemacht werden.

Abb. 4.26-4.28 zeigt BSE-Aufnahmen der Verjüngung von Probe 3 vor Versuchsbeginn bzw. nach den einzelnen Versuchsblöcken. Ein Vergleich der Aufnahmen zeigt, dass sich die Ausgangsstruktur bereits nach 100 Zyklen änderte. Aufgrund der zyklischen Belastung wuchsen einige Körner, während andere schrumpften. Dies setzte sich in Versuchsblock B fort.

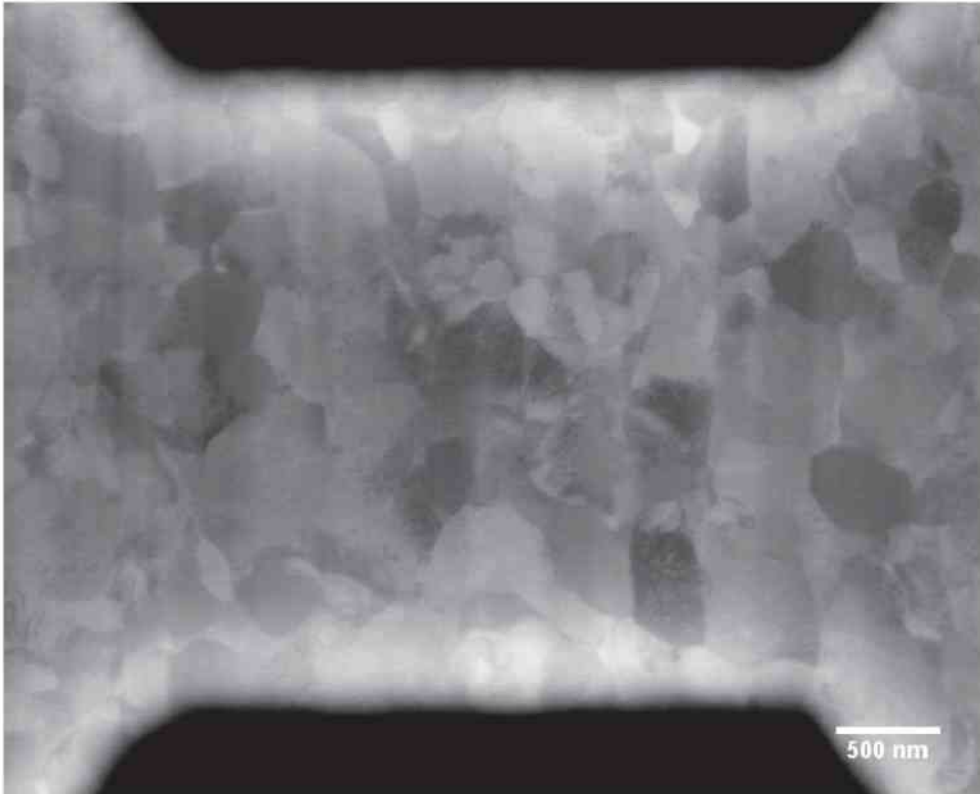


Abb. 4.26.: BSE-Aufnahme von Probe 3 vor Beginn der zyklischen Ermüdungsversuche.

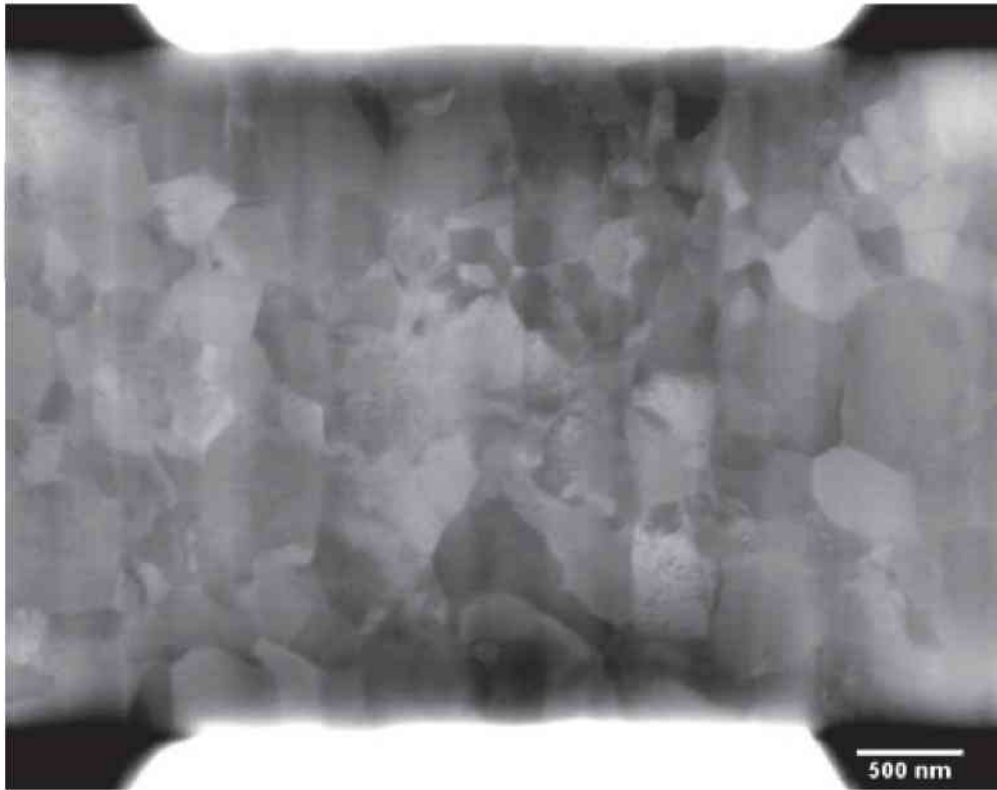


Abb. 4.27.: BSE-Aufnahme von Probe 3 nach Versuchsblock A ($\epsilon_{pl,A} = 5,8 \cdot 10^{-3}$; $N_A = 100$).

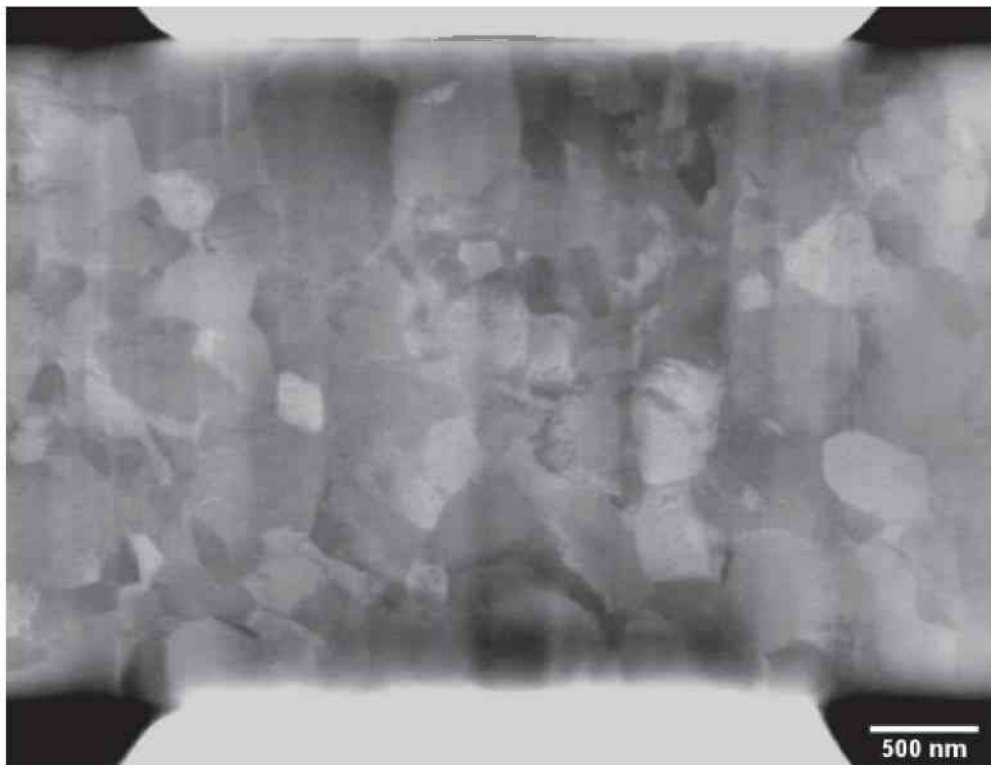


Abb. 4.28.: BSE-Aufnahme von Probe 3 nach Versuchsblock B (A + B; $\epsilon_{pl,A} = 5,8 \cdot 10^{-3}$; $N_A = 100 + \epsilon_{pl,B} = 4,9 \cdot 10^{-3}$; $N_B = 100$).

Abb. 4.29-4.31 zeigt EBSD-Aufnahmen der Ausgangsstruktur und deren Entwicklung in den Versuchsblöcken A und B. Durch die orientierungsspezifische Farbgebung der Körner können auftretenden Strukturänderungen gut beobachtet werden. Neben dem Wachstum und der Schrumpfung mancher Körner treten an anderen Stellen Körner hervor, welche in der Ausgangsstruktur noch nicht zu sehen waren. Zudem sind manche Körner nach den Versuchsblöcken A und B nicht mehr zu sehen.



Abb. 4.29.: EBSD-Aufnahme von Probe 3 vor Beginn der zyklischen Ermüdungsversuche.



Abb. 4.30.: EBSD-Aufnahme von Probe 3 nach den 100 Zyklen von Versuchsblock A.



Abb. 4.31.: EBSD-Aufnahme von Probe 3 nach den 100 Zyklen von Versuchsblock B.

5. Diskussion

5.1. Verbesserung der PicoIndenter Einstellungen

Ein großes Problem bei den Versuchen am PicoIndenter stellt die Nichtlinearität der Kraftaktivierung im Z2 Bereich dar. Betrachtet man die Kraft-Verschiebungskurven der Wolframprobe von Abb. 4.3, so ist ersichtlich, dass die Kurven in Z1 der elastischen Gerade folgen, während die Kurven in Z2 ab einer gewissen Verschiebungsamplitude vom linear-elastischen Verhalten in Richtung höherer Kraftwerte abweichen.

In Abb. 4.8 und Abb. 4.9 ist dieselbe Abweichung zu sehen. Eigentlich sollten die Kurven bei einsetzender plastischer Verformung in Z2 genauso wie in Z1 abfallen und die elastische Gerade verlassen. Aufgrund der Nichtlinearität der Kraftaktivierung nimmt die Steigung der Kurve in Z2 zu und wird somit in Richtung größerer Kraftwerte abgelenkt. Dieser Effekt könnte davon kommen, dass der PicoIndenter im Z1 Bereich eine andere Kalibrierung als im Z2 Bereich benötigt. Da die Kalibrierung nur für den Z1 Bereich durchgeführt wurde, weicht die Kurve im Z2 Bereich von der physikalisch zu erwartenden Kurve ab. Dieser Fehler ist bei einer Kalibrierung mit den Zugparameter (Abb. 4.8) geringer, als bei einer Kalibrierung mit den Druckparameter (Abb. 4.9). Lediglich bei einer Kalibrierung mit den Mittelwerten aus den Parametern für den Zug- und den Druckbereich scheint die Kurve sowohl in Z1 als auch in Z2 bei Einsetzen der plastischen Verformung von der elastischen Gerade abzuweichen (Abb. 4.7). Betrachtet man die Kurvenentwicklung bei einer Kalibrierung im Druckbereich in Abb. 4.10, so sieht man, dass die Kurven ab einer Verschiebungsamplitude von 900nm, daher große plastische Dehnungsamplitude auch im Z2 Bereich von der elastischen Gerade abweichen. Bei kleineren plastischen Dehnungen hat die Nichtlinearität der Kraftaktivierung einen größeren Einfluss, da nur geringe Verschiebungen abseits des elastischen Bereichs auftreten.

Ein Vergleich verschiedenster Kraft-Verschiebungskurven zeigt, dass die Nichtlinearität im Z2 Bereich ab einer Kraft von ungefähr $-35\mu\text{N}$ auftritt. Sowohl bei der Wolframprobe in Abb. 4.3 (kalibriert im Druckbereich), als auch bei den Kraft-Verschiebungskurven in Abb. 5.1 (kalibriert im Druckbereich) und in Abb. 5.2 (kalibriert im Zugbereich) startet dieser Effekt bei Kräften zwischen $-20\mu\text{N}$ und $-40\mu\text{N}$. Da die Nichtlinearität der Kraftaktivierung sowohl bei einem Bias Offset von 1500nm als auch bei 1900nm auftritt, ist diese unabhängig vom Bias Offset. Bei einer Kalibrierung mit den Mittelwerten aus dem Zugbereich und dem Druckbereich konnte keine Nichtlinearität der Kraftaktivierung beobachtet werden. Wird der PicoIndenter mit den Parametern des Zugbereiches oder des Druckbereiches kalibriert, wird eine Nichtlinearität im Z2 Bereich beobachtet.

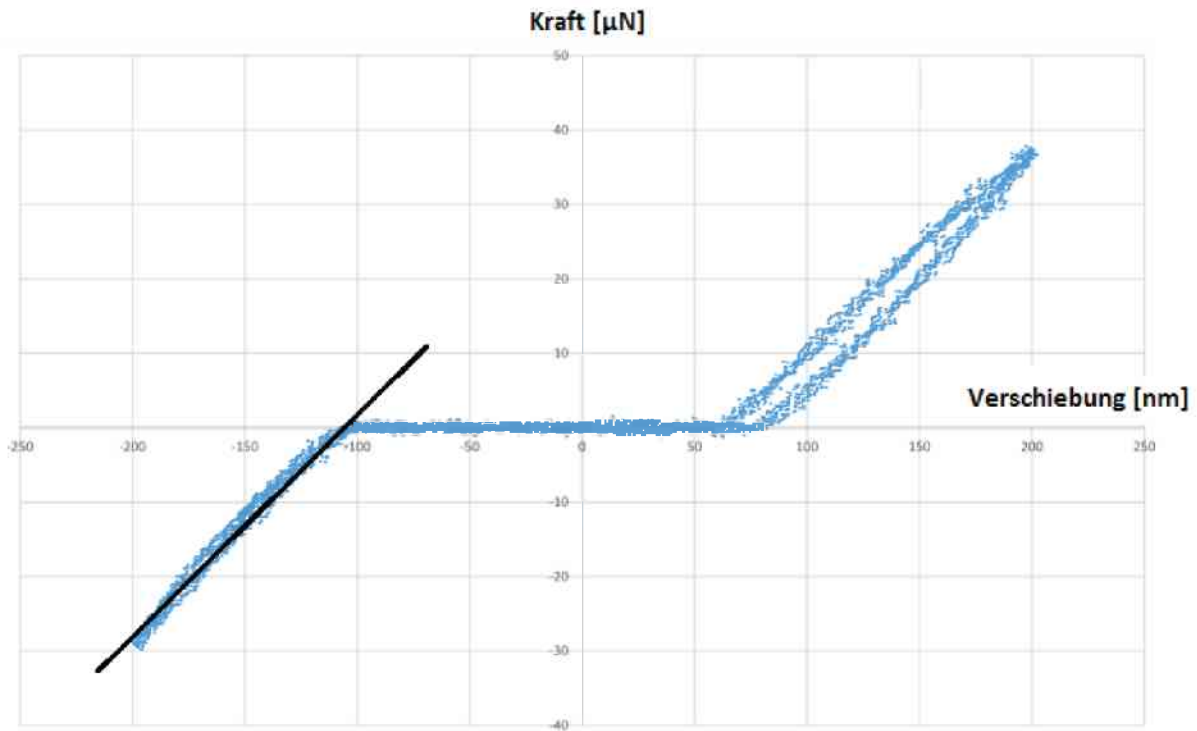


Abb. 5.1.: Kraft-Verschiebungskurve von Probe 1.2 mit einem Bias Offset von 1500nm und einer Kalibrierung im Druckbereich. Die schwarze Gerade markiert das linear-elastische Verhalten im Z2 Bereich.

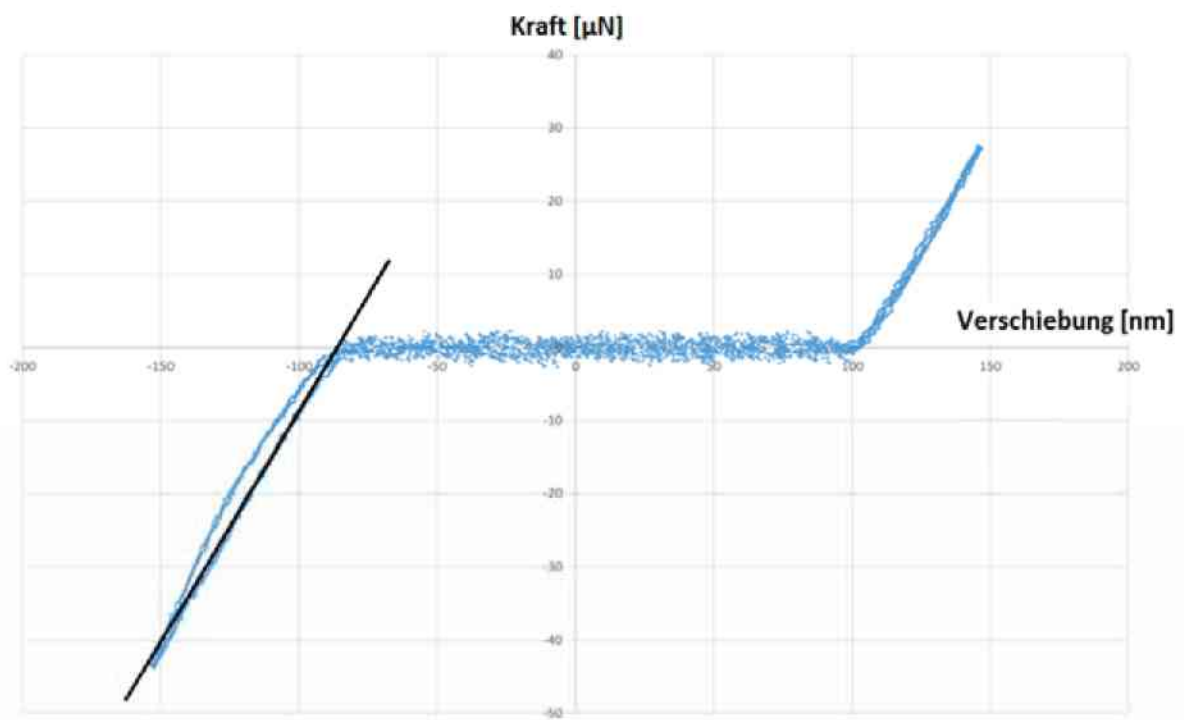


Abb. 5.2.: Kraft-Verschiebungskurve von Probe 1.3 mit einem Bias Offset von 1900nm und einer Kalibrierung im Zugbereich. Die schwarze Gerade markiert das linear-elastische Verhalten im Z2 Bereich.

In dieser Diplomarbeit wurde versucht die Nichtlinearität der Kraftaktivierung des Pico-Indenters unter der Annahme von ein paar Vereinfachungen zu korrigieren. So wurde etwa angenommen, dass die Nichtlinearität nur bei Messpunkten unter einem bestimmten Kraftschwellwert auftritt und der Fehler linear mit der Auslenkung zunimmt. Da sich dieser Schwellwert und der Fehler in der Linearität des elastischen Verformungsanteils proben- und kalibrierungsspezifisch ändert, muss diese Korrektur für jede Probe neu berechnet werden. Wird die Probe mit einer geringen Verschiebungsamplitude getestet, sodass die Probe rein elastisch verformt wurde, äußert sich der Schwellwert für den Start der Nichtlinearität in einem Knick in dem eigentlich linear verlaufenden elastischen Verformungsanteil. Dadurch kann wie in Abb. 5.3 ersichtlich eine zweite Gerade eingezeichnet werden (rot), welche den Datenpunkten nach Eintreten der Nichtlinearität der Kraftaktivierung folgt. Gleichung 5.1 beschreibt die schwarze und Gleichung 5.2 die rote Gerade. Dabei sind $F_1(x)$ die korrigierten Kraftwerte, $F_2(x)$ die gemessenen Kraftwerte, x die Verschiebung der Indenterspitze, k_1 die Steigung der schwarzen Geraden, k_2 die Steigung der roten Geraden, F_1 der Schnittpunkt der schwarzen Geraden mit der Kraft-Achse und F_2 der Schnittpunkt der roten Geraden mit der Kraft-Achse. Mithilfe dieser beiden Geradengleichungen kann man Gleichung 5.3 zur Korrektur der Kraftwerte aufstellen.

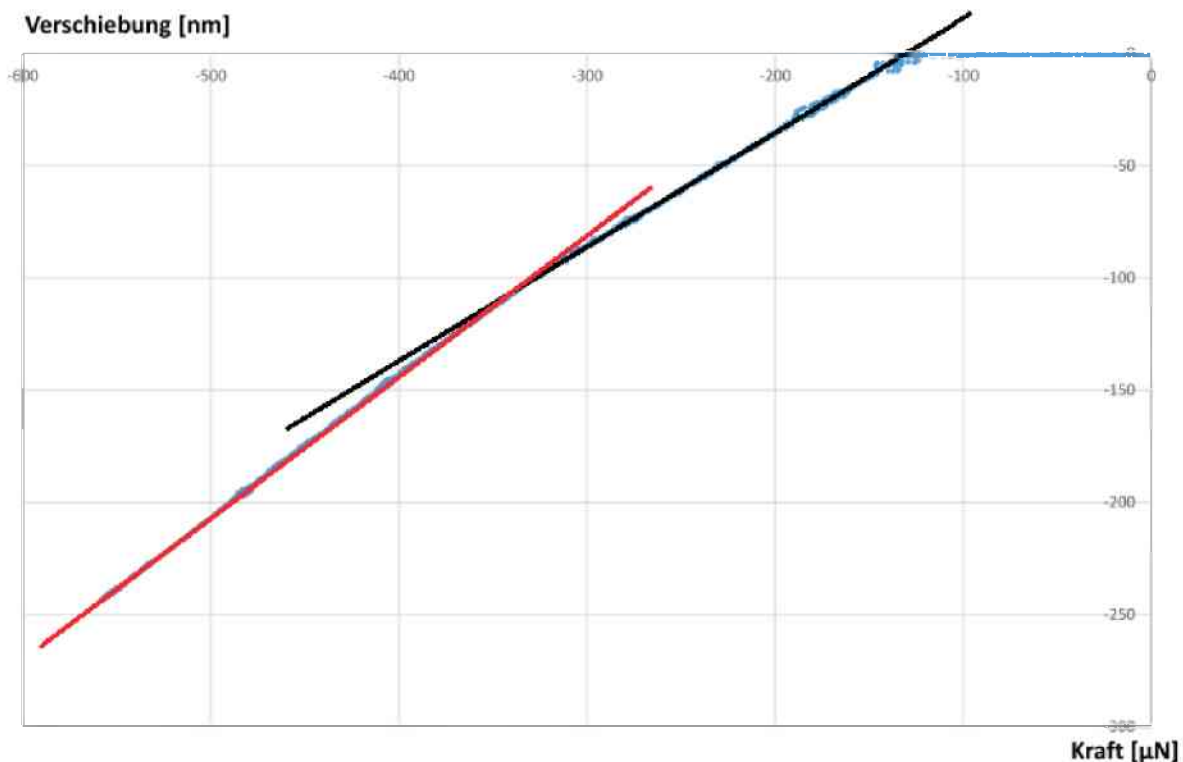


Abb. 5.3.: Kraft-Verschiebungskurve von Bereich Z2 der Probe 1.1 mit einem Bias Offset von 1900nm und einer Kalibrierung im Druckbereich. Die schwarze Linie markiert den linearen Verlauf der elastischen Verformung in Z2 und die rote Linie markiert die Steigungsänderung dieses Verlaufs bei Kräften unter dem proben- und kalibrierungsspezifischen Schwellwert von $-106\mu\text{N}$.

$$F_1(x) = k_1 * x + F_1 \quad (5.1)$$

$$F_2(x) = k_2 * x + F_2 \quad (5.2)$$

$$F_1(x) = k_1 * \frac{F_2(x) - F_2}{k_2} + F_1 \quad (5.3)$$

Die Veränderung der Kurve durch diese rechnerische Korrektur der Kraftwerte unter dem Kraftschwellwert (Iag bei $-20\mu\text{N}$) im Z2 Bereich wird für eine Kraft Verschiebungskurve von Probe 1.3 in Abb. 5.4 dargestellt. Als Vergleichskurve dient die unverändert Kraft-Verschiebungskurve von Probel.3 (graue Kurve). Die blaue Kurve zeigt den Kurvenverlauf mit korrigierten Kalibrierungsparametern. Diese können in der Software des PicoIndenters nachträglich verändert werden, wodurch die Nichtlinearität korrigiert werden kann. Da die Kurven mit veränderten Kalibrierungsparametern (blau) und mit der mathematischen Korrektur (orange) einen ähnlichen Verlauf haben, kann die mathematische Korrektur als gute Annäherung an die wahre Kraft-Verschiebungskurve angesehen werden.

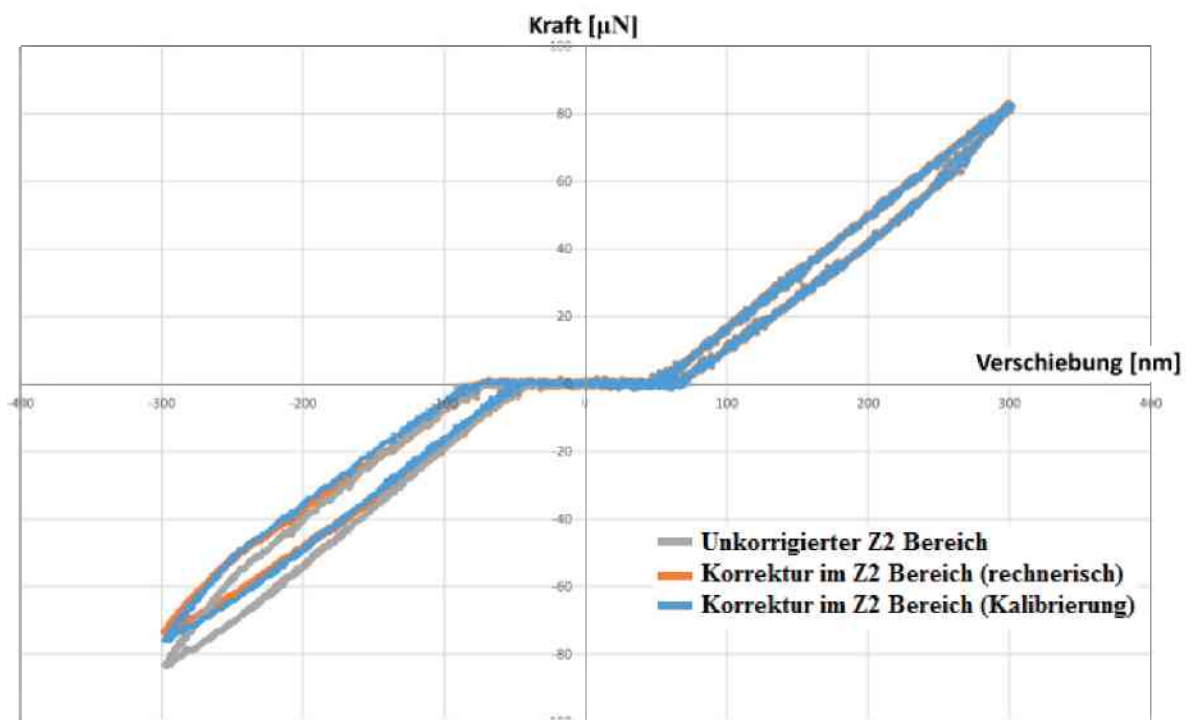


Abb. 5.4.: Kraft-Verschiebungskurve für Probe 1.3 mit einem Bias Offset von 1900nm und einer Kalibrierung im Druckbereich. Die graue Kurve zeigt die Kraft-Verschiebungskurve ohne Korrektur der Nichtlinearität der Kraftaktivierung im Z2 Bereich, die orange Kurve zeigt das Resultat der mathematischen Korrektur der Nichtlinearität im Z2 Bereich und die blaue Kurve zeigt die Auswirkung der nachträglichen Anpassung der Kalibrierung im Z2 Bereich.

Bei Versuchsdurchläufen im Vakuum ohne Belastung der Probe mit einem Bias Offset von 1900nm und 1500nm, sowie einer Kalibrierung mit den Mittelwerten der Zug- und Druckparameter, weichen die Kurven in Z1 ab einer gewissen Verschiebung vom linearen Verhalten ab. (Abb. 4.6). Da die zentrale Kondensatorplatte des kraftaktivierenden Kerns bei einem niedrigeren Bias Offset weniger vom eigentlichen Mittelpunkt ausgelenkt ist, steigt der Fehler mit zunehmendem Bias Offset. Somit weicht die Kurve mit einem Bias Offset von 1900nm stärker ab, als die Kurve mit einem Bias Offset von 1500nm.

Vergleicht man die unterschiedlichen Kalibrierungseinstellungen, so zeigt sich, dass die elastischen Geraden von Z1 und Z2 eine unterschiedliche Steigung haben, wenn der PicoIndenter mit dem Mittelwert der Parameter für den Zug- und den Druckbereich kalibriert ist. Die unterschiedlichen Steigungen deuten darauf hin, dass in mindestens einem dieser Bereiche ein Fehler auftritt. Der Unterschied der Geradensteigung ist für die Kalibrierung im Zugbereich und der Kalibrierung im Druckbereich geringer als für den Mittelwert aus Zug und Druck Parametern. (vergleiche Abb. 4.7 – 4.9). Dieser Steigungsunterschied könnte auch von einer unterschiedlich starken Torsion im Z1 und Z2 Bereich kommen. Somit wäre dieser Effekt von den Kalibrierungseinstellungen unbeeinflusst.

Bei sehr kleinen Probandimensionen hat das Rauschen des PicoIndenters einen sehr großen Einfluss auf die Versuchskurve. Abb. 5.5 vergleicht die Kraft-Verschiebungskurven von Probe 2.1 mit einer Datenrate von 200 Messpunkten pro Sekunde (orange) und von Probe 2.2 mit einer Datenrate von 100 Messpunkten pro Sekunde (blau). Die aufgebrachte plastische Dehnung lässt sich bei Probe 2.1 (orange Kurve) durch die Überlagerung der Belastungs- und Entlastungskurve nicht eindeutig bestimmen. Durch die Reduktion der Messpunkte bei den Versuchen an Probe 2.2 (blaue Kurve), wird das Rauschen unterdrückt und die aufgebrachte plastische Dehnung lässt sich gut bestimmen.

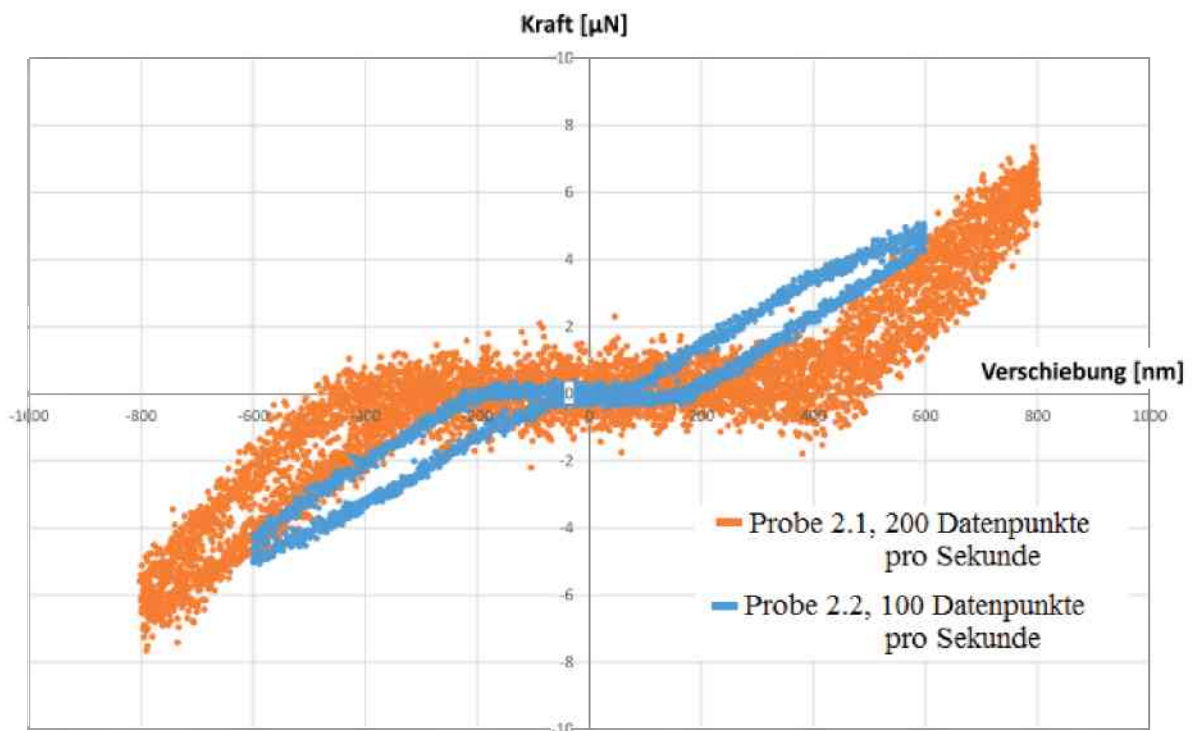


Abb. 5.5.: Kraft-Verschiebungskurve von Probe 2.1 mit 200 Datenpunkten pro Sekunde (orange) und Probe 2.2. mit 200 Datenpunkten pro Sekunde (blau).

Die Versuche an Proben 1.1 zeigten, dass die maximale Kraftaktivierung im Z2 Bereich die Querschnittsfläche der Verjüngung limitiert. Bei Probe 1.1 konnten daher keine großen plastischen Dehnungsamplituden erreicht werden, da die vorgegebenen Verschiebungsamplituden in Z2 nicht ausgefahren wurden. Der in Abb. 4.5 dargestellte Zusammenhang zwischen der an den Kraftaktivator angelegten Spannung und der zurückgelegten Verschiebung zeigt, dass am Ende von Z2 die angelegte Spannung 0V beträgt, wodurch keine Kraft mehr aktiviert werden konnte. Zu diesem Zeitpunkt wurde eine Kraft von $-625\mu\text{N}$ aufgebracht. Abb. 5.6 zeigt den Zusammenhang der an den kraftaktivierenden Kern angelegten Spannung und der Verschiebung für einen Versuch im Vakuum ohne Belastung der Probe mit einer Verschiebungsamplitude von 1500nm (blaue Kurve) und einem Versuch an Probe 1.1 mit einer Verschiebungsamplitude von 550nm (orange Kurve). Bei beiden Versuchen wurde ein Bias Offset von 1900nm verwendet. Die Spannung von 1,46V bei einer Verschiebung von 0nm, aktiviert jene elektrostatische Kraft, welche die zentrale Platte um 1900nm vom Mittelpunkt in Richtung äußere Platte bewegt und hält. Somit sind an dieser Stelle zum Zeitpunkt des Stillstandes, die rücktreibende Federkraft der Aufhängung und die elektrostatische Kraft in Richtung äußere Platte im Gleichgewicht. Im Z2 Bereich fällt die Kraft-Verschiebungskurve ohne Probenbelastung ab -1000nm stärker ab, als sie im Z1 Bereich bei äquivalenter Verschiebung ansteigt. Beim Versuch an Probe 1.1 betrug das Kraftmaximum im Z1 Bereich $550\mu\text{N}$ und das Minimum im Z2 Bereich $-535\mu\text{N}$. Bis der Greifer auf die Probenoberfläche trifft folgt die Kurven von Probe 1.1 jener vom Versuch ohne Probe. In Z1 nimmt die Spannung bei Probenkontakt linear mit einer größeren Steigung zu. In Z2 fällt die Spannung bei Probenkontakt sehr schnell ab. Dieser nichtlineare Abfall könnte die Nichtlinearität in der Kraftaktivierung verursachen. Erreicht die Spannung wie in Abb. 4.5 die 0V Grenze, ist die elektrostatische Kraft, welche die mittlere Platte zur äußeren Platte zieht null. Dadurch zieht lediglich die Federaufhängung, an welcher die zentrale Platte befestigt ist, in Richtung des Kondensatormittelpunkts. Da die Feder abhängig von der Auslenkung nur geringe Kräfte ausüben kann, stoppt die Indenterbewegung durch den hohen Probenwiderstand. Um eine größere Kraft aufbringen und die Probe weiter verformen zu können, müsste eine Spannung an Drive B angelegen werden. Da der PicoIndenter allerdings lediglich in einem der Bereiche (Zug oder Druck) aktiv betrieben werden kann, ist die rücktreibende Federkraft die maximale zu Verfügung stehende Kraft im Z2 Bereich.

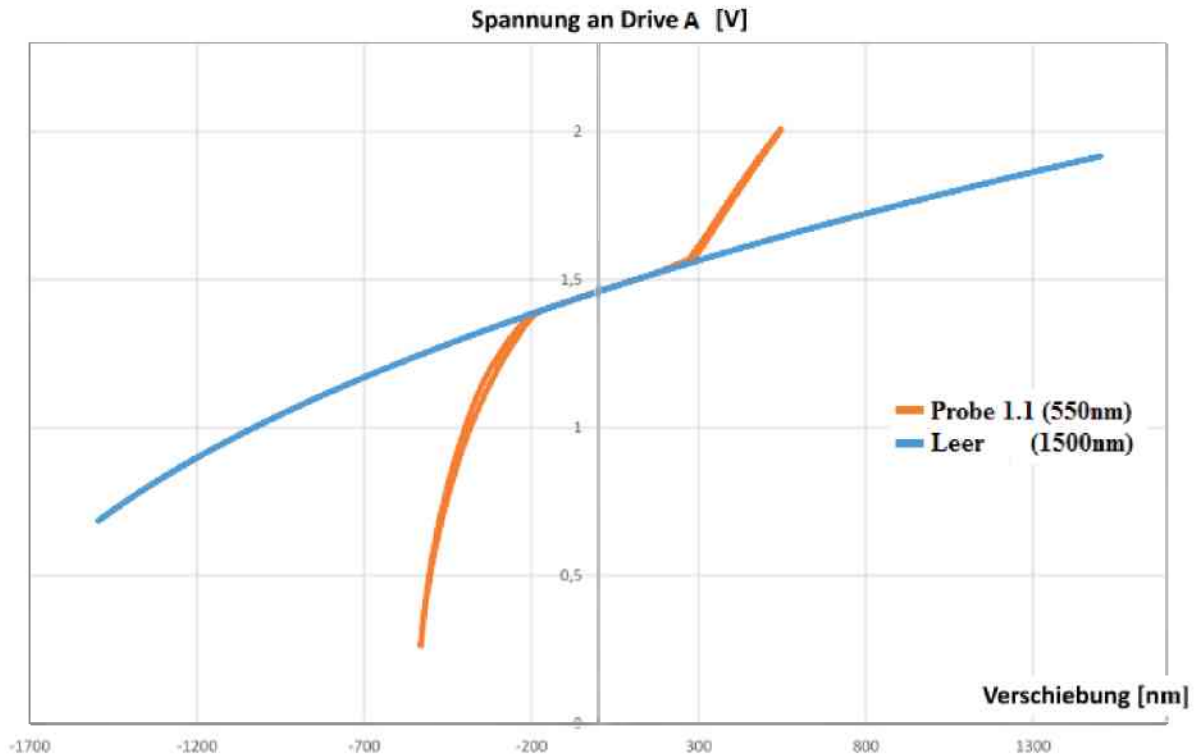


Abb. 5.6.: Zusammenhang der an den Kraftaktivator Drive A angelegten Spannung für die Versuche an Probe 1.1 mit einer Verschiebungsamplitude von 550nm (orange) und dem Versuch ohne Probe bei einer Verschiebungsamplitude von 1500nm (blau); bei einem Bias Offset von 1900nm.

Die Steifigkeit der Federaufhängung der zentralen Platte des kraftaktivierenden Kerns des Transducers lässt sich mit den Daten der Kraft-Verschiebungskurven in Abb. 5.7 berechnen. Bei diesen Versuchen wurden verschiedenste Probendimensionen, Bias Offset Einstellungen, Biegelängen sowie Verschiebungsamplituden verwendet. Dabei stoppte der PicoIndenter im Z2 Bereich bevor er die vorgegebene Verschiebungsamplitude erreichte. Mittels allgemeiner Feder-gleichung (Gleichung 5.4)(5.4) kann die von einer Feder aufgebrachte Kraft berechnet werden. Dabei sind F_{Feder} die Federkraft, k_{Feder} die Federsteifigkeit und $x_{Auslenkung}$ die Auslenkung der Feder, welche im Fall der Federaufhängung des PicoIndenters dem Abstand zwischen der zentralen Platte und dem Kondensatormittelpunkt des kraftaktivierenden Kerns entspricht. Nimmt man an, dass die Federkraft zum Zeitpunkt der maximal möglichen Auslenkung im Z2 Bereich mit der auf die Probe ausgeübten Kraft im Gleichgewicht steht, so kann F_{Feder} durch $F_{max,Z2}$ der Maximalkraft im Z2 Bereich ersetzt werden. Die Federauslenkung $x_{Auslenkung}$ entspricht der Differenz zwischen $x_{Bias\ Offset}$ der aufgrund des Bias Offset verursachten Verschiebung der Plattennulllage und $x_{max,Z2}$ der Maximalverschiebung im Z2 Bereich. Somit kann mittels Gleichung 5.5 $k_{Aufhängung}$ die Steifigkeit der Federaufhängung berechnet werden. In Tabelle 5.1 sind die für die Berechnung der Federsteifigkeit nötigen Daten der verschiedenen Versuche von Abb. 5.7 angeführt.

$$F_{Feder} = k_{Feder} * x_{Auslenkung} \quad (5.4)$$

$$k_{Aufhängung} = F_{max,Z2} / (x_{Bias Offset} - x_{max,Z2}) \quad (5.5)$$

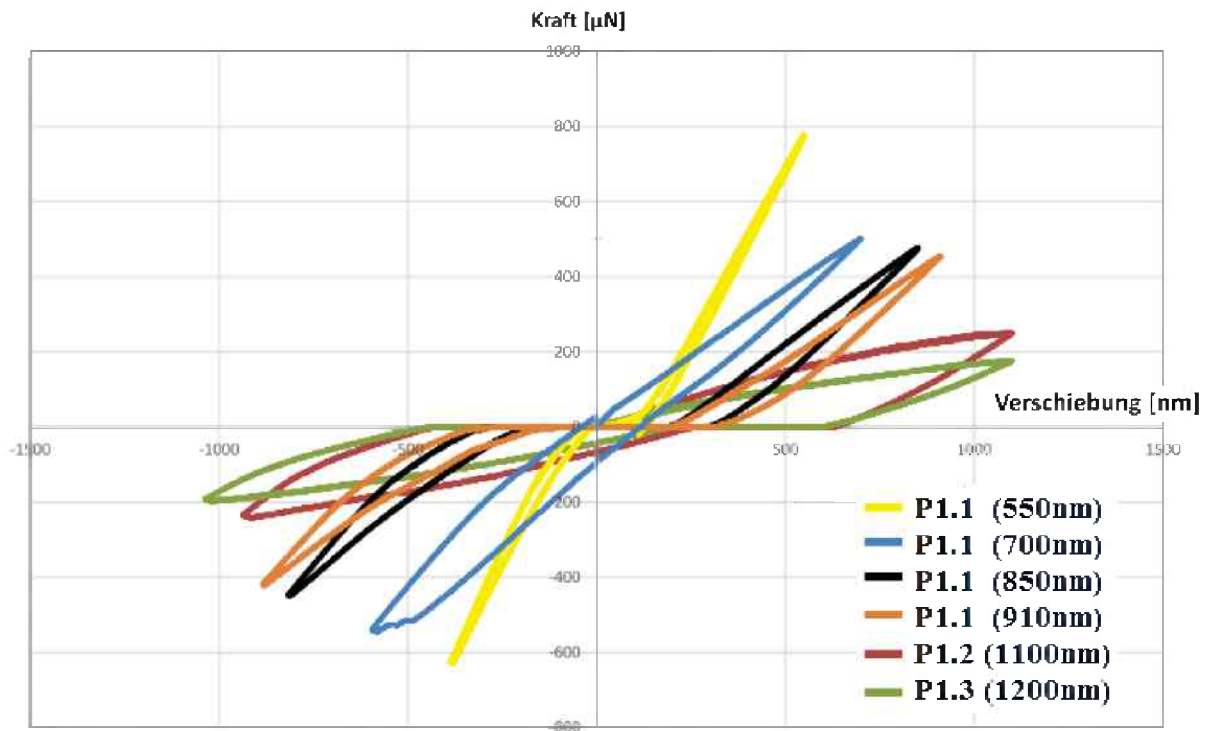


Abb. 5.7.: Kraft-Verschiebungskurven von Versuchen, bei denen der PicoIndenter im Bereich von Z2 die vorgegebene Verschiebungsamplitude nicht erreichte:

Kraft-Verschiebungskurve von Probe 1.1 mit einer vorgegebene Verschiebungsamplitude von $\pm 550\text{nm}$, $\pm 700\text{nm}$, $\pm 850\text{nm}$, $\pm 910\text{nm}$, sowie von Probe 1.2 mit ein mit vorgegebene Gesamtverschiebungsamplitude von $\pm 1100\text{nm}$ und von Probe 1.3 mit ein mit vorgegebene Gesamtverschiebungsamplitude von $\pm 1200\text{nm}$.

In allen Versuchen wurde der PicoIndenter mit den Kalibrierungsparametern des Druckbereichs kalibriert.

Bei P1.1 (550nm) wurde eine Biegelänge von $7,0\mu\text{m}$, bei P1.1 (700), P1.1 (850) und P1.1 (910) eine Biegelänge von $10,2\mu\text{m}$, bei P1.2 (1100) eine Biegelänge von $13,2\mu\text{m}$ und bei P1.3 (1200nm) eine Biegelänge von $12,5\mu\text{m}$ verwendet.

Bei den Versuchen an Probe 1.1 wurde ein Bias Offset von 1900nm und bei den Versuchen an Probe 1.2 und Probe 1.3 ein Bias Offset von 1500nm verwendet.

Probe	Bias Offset $x_{Bias\ Offset}$ [nm]	vorgegeben Verschiebung [nm]	Biege- länge l_b [μm]	Max. Kraft in Z2 $F_{max,Z2}$ [μN]	Max. Verschiebung in Z2 $x_{max,Z2}$ [nm]	Federsteifig- keit $k_{Aufhängung}$ [μN/nm]
1.1	1900	550	7,0	625	383	0,412
1.1	1900	700	10,2	541	589	0,413
1.1	1900	850	10,2	443	814	0,410
1.1	1900	910	10,2	416	881	0,408
1.2	1500	1100	13,2	232	929	0,406
1.3	1500	1200	12,5	196	1025	0,413

Tabelle 5.1.: Versuchsdaten der Versuche von Abb. 5.7 und den daraus berechneten Federsteifigkeitswerten.

Setzt man diese Daten aus Tabelle 5.1 in Gleichung (5.5) ein, so erhält man eine durchschnittliche Federsteifigkeit von $k_{Aufhängung} = 0,410$ [μN/nm] mit einer Standardabweichung von $\sigma_{k-Aufhängung} = 0,0036$ [μN/nm]. Die leichte Streuung von $k_{Aufhängung}$ für verschiedene Versuche kommt von den unterschiedlichen Kalibrierungen und Ungenauigkeiten der mechanischen Daten (Nichtlinearität der Kraftaktivierung). Aufgrund der geringen Standardabweichung, konnte die zuvor getroffene Annahme, dass die im Z2 Bereich aufgebrauchte Kraft nur von der Federaufhängung stammt bestätigt werden.

Durch die Kenntnis der Steifigkeit der Federaufhängung kann man die maximal zur Verfügung stehende Kraft im Bereich Z2 abschätzen. Diese hängt linear von der Verschiebung der zentralen Platte aus der Kondensatormittellage ab. Dadurch ergibt sich die in Abb. 5.8 dargestellte Abhängigkeit der Maximalkraft bei der Maximalverschiebung im Bereich Z2 für zyklische Wechselversuche mit unterschiedlichem Bias Offset Einstellungen.

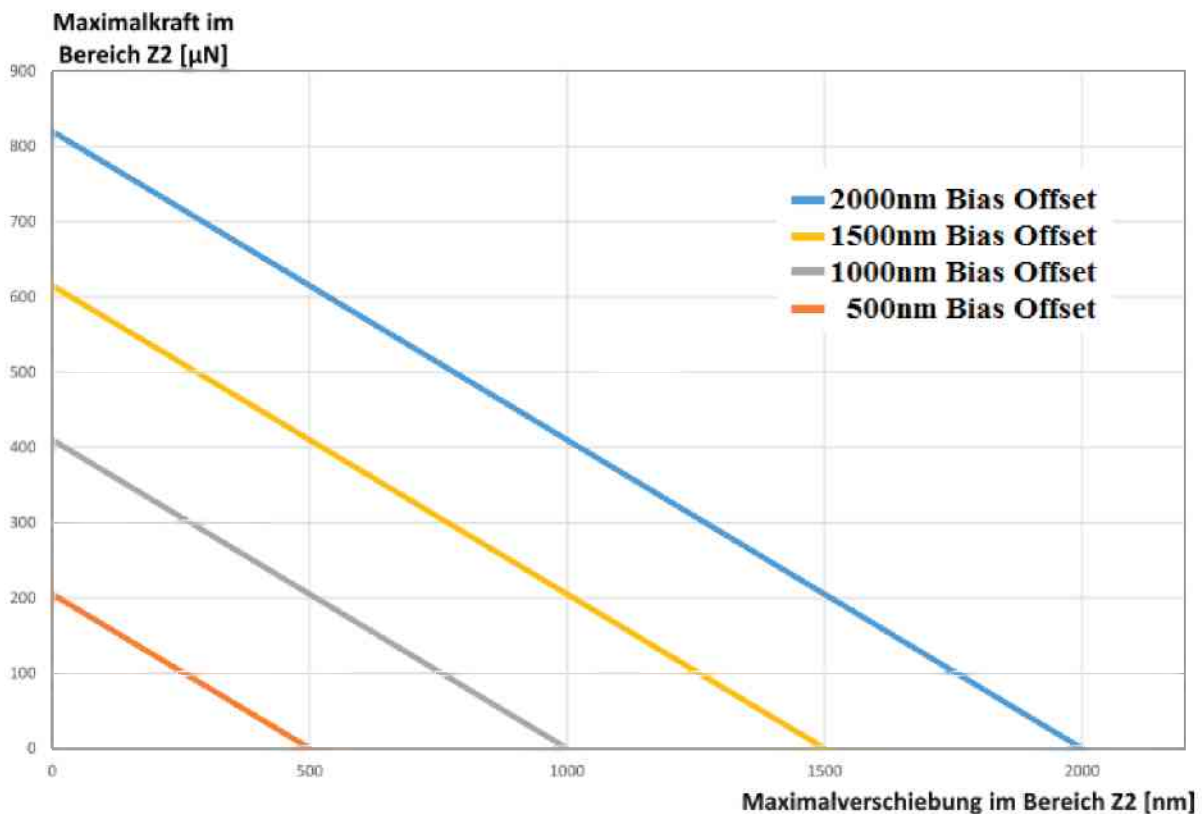


Abb. 5.8.: Abhängigkeit der Maximalverschiebung und der Maximalkraft im Bereich Z2 vom Bias Offset..

5.2. Probleme bei zyklischen Biegeversuchen am PicoIndenter

Ein großes Problem dieser Versuchsmethodik ist die Ausrichtung zwischen dem Biegebalken und dem Greifer. Diese beruht auf mehreren unterschiedlichen Einflussfaktoren. Einen großen Einfluss hat die Nichtparallelität der Greiferklingen zur Kontaktfläche des Biegebalkens. In Abb. 5.9 ist schematisch die Lage des Biegebalkens zu den Greiferklingen dargestellt. Die blaue und die rote Markierung entsprechen den Querschnitten von Biegebalken mit großer und kleiner Angriffsfläche und die schwarze Linie hebt die Kontur der Greiferklingen hervor. Da sich die Wolframspitze bei der FIB-Präparation nicht direkt am PicoIndenter sondern auf einer Haltervorrichtung wie in Abb. 3.16 befand, ist diese nach der Montage an die Transducerstange nicht perfekt ausgerichtet. Durch den Winkelunterschied zwischen dem Halter und der Transducerstange steht die Wolframspitze leicht nach oben, wodurch eine Fehlorientierung wie jene in Abb. 5.9. erklärt werden kann. Dadurch treffen die Greiferkanten zuerst an die Ober- oder Unterseite des Biegebalkens. Dieser wird tordiert bis die gesamte Biegebalkenfläche an der Greiferkante anliegt. Erst danach wird eine reine Biegebeanspruchung auf die Probe ausgeübt. Abb. 4.12 zeigt den Torsionseinfluss auf das Spannungs-Dehnungsdiagramm. Der parabelförmige Anstieg zu Kontaktbeginn wird durch Torsion hervorgerufen. Durch das Nachdrehen der Probe nimmt die Kontaktfläche zu und die Kraft steigt graduell an. Sobald die gesamte Probenfläche in Kontakt mit der Greiferklinge steht, folgt das Spannungs-Dehnungsdiagramm der elastischen Geraden. Zudem könnte ein Torsionsunterschied im Z1 und Z2 Bereich zu einer unterschiedlichen elastischen Steigung im Z1 und Z2 Bereich führen. Abb. 5.9 zeigt zudem den Einfluss der Biegebalkenbreite an der

Kontaktfläche zwischen den Greiferklingen und dem Biegebalken. Die blaue Markierung zeigt den Querschnitt eines breiten Biegebalkens und die rote Markierung den Querschnitt eines dünneren Biegebalkens. Die zurückgelegte Verschiebung von Zeitpunkt des ersten Kontaktes bis zum Vollkontakt ist mit x_1 (roter Biegebalken) und x_2 (blauer Biegebalken) eingezeichnet. Da x_1 kleiner als x_2 ist, ist auch der Torsionsanteil beim dünnen Biegebalkenenden kleiner.

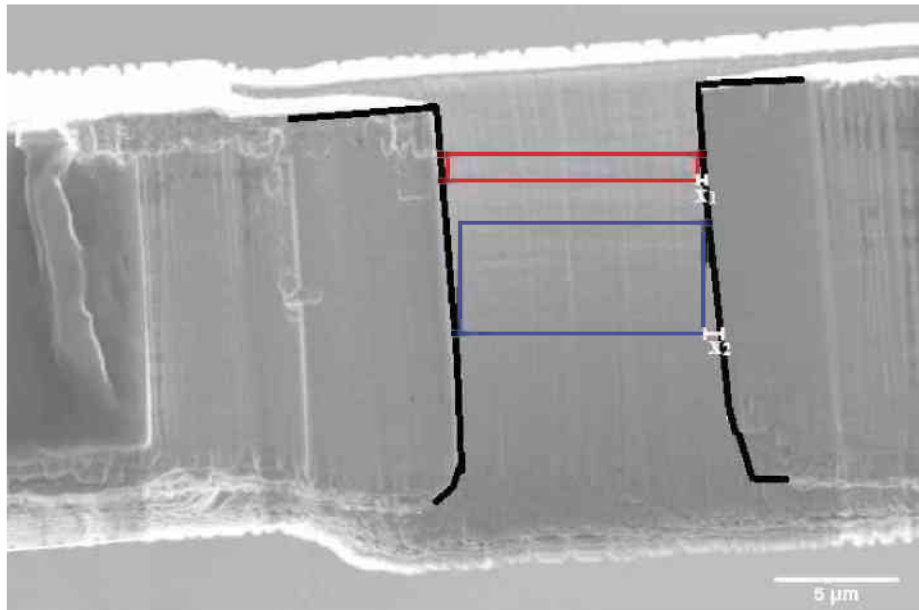


Abb. 5.9.: Die Position des Biegebalkens zwischen den Greiferklingen. Die blaue Markierung zeigt die Probenposition bei einer großen Biegebalkenbreite und die rote Markierung die Position eines Biegebalkens mit einer kleinen Breite. Durch den Größenunterschied ändert sich mit der Probendimension der Fehlerweg x .

Mit steigender Biegelänge sinkt der Torsionseinfluss. Durch die höhere Gesamtverschiebung nimmt der relative Weganteil der Torsion ab. Da der PicoIndenter auf eine negative Verschiebung von $2\mu\text{m}$ begrenzt ist, kann die Biegelänge nur in geringem Ausmaß erhöht werden. Eine weitere Möglichkeit den Torsionseinfluss einzuschränken ist die Reduktion der Angriffsfläche. Dies wurde bei Probe 1.3 realisiert. Der Vergleich der mechanischen Versuchsdaten von Probe 1.2 in Abb. 4.12 und von Probe 1.3 in Abb. 4.13 zeigt, dass der Torsionsanteil durch die Reduktion der Biegebalkendicke an der Kontaktfläche zwischen den Greiferklingen und der Probe stark verringert wurde.

Der Torsionsanteil wird auch von der individuellen Probenposition zwischen den Greiferklingen beeinflusst. Abb. 3.19 (b) zeigt, dass die Greiferklingenkanten in einen guten Bereich A und einem schlechten Bereich B unterteilt werden können. Bei *in situ* Versuchen war es nicht möglich die Biegebalkenposition im Greifer exakt zu bestimmen. Aus dieser unregelmäßigen Klingenoberfläche folgt, dass der Torsionsanteil der Belastung von der Position des Biegebalkens im Greifer abhängt. Befindet sich die Probe an Position A in Abb. 3.19 (b) so hat der Biegebalken eine gleichmäßige Auflagefläche, wodurch eine möglichst torsionsfreie Biegebeanspruchung aufgebracht werden kann. Befindet sich der Biegebalken im Bereich B von Abb. 3.19 (b), so trifft der Biegebalken auf eine schiefe Auflagefläche, welche eine zusätzliche Torsionsbelastung verursacht.

Die Stage des PicoIndenters unterlag einem großen Drift, wodurch sich die Position des Biegebalkens im Laufe eines Versuchsblocks änderte. Dadurch musste die Probenposition **regelmäßigen korrigiert werden**. Durch den „stick and slip“- Mechanismus des Piezos sprang die Probe unkontrolliert und nicht entsprechend dem vorgegebenen Weg. Das erschwert die Ausrichtung des Biegebalkens in der Mitte der Greiferklingen. Eine geringe Abweichung von der zentralen Position führt zu unterschiedlichen plastischen Dehnungsamplituden in Z1 und Z2 Bereich, wodurch auch die maximale Randfaserdehnung verändert wird und gegebenenfalls vom Wert vor der Probenneupositionierung abweicht. Aufgrund dieser Schwankungen konnten geringe zyklische Entfestigungen nicht eindeutig bestimmt werden.

Da der Drift richtungskonstant ist, nähert sich der Greifer ohne Probenneupositionierung konstant einer Probenseite an, während er sich von der anderen Seite entfernt. Dadurch ist wie in Abb. 5.10 zu sehen, die plastische Dehnungsamplitude $\epsilon_{pl, Z1}$ im Z1 Bereich kleiner, als die plastische Dehnungsamplitude im Z2 Bereich $\epsilon_{pl, Z2}$. Diese Asymmetrie akkumuliert sich mit zunehmender Versuchsdauer, was zu einem gebogenen Biegebalken wie in Abb. 5.11 führt.

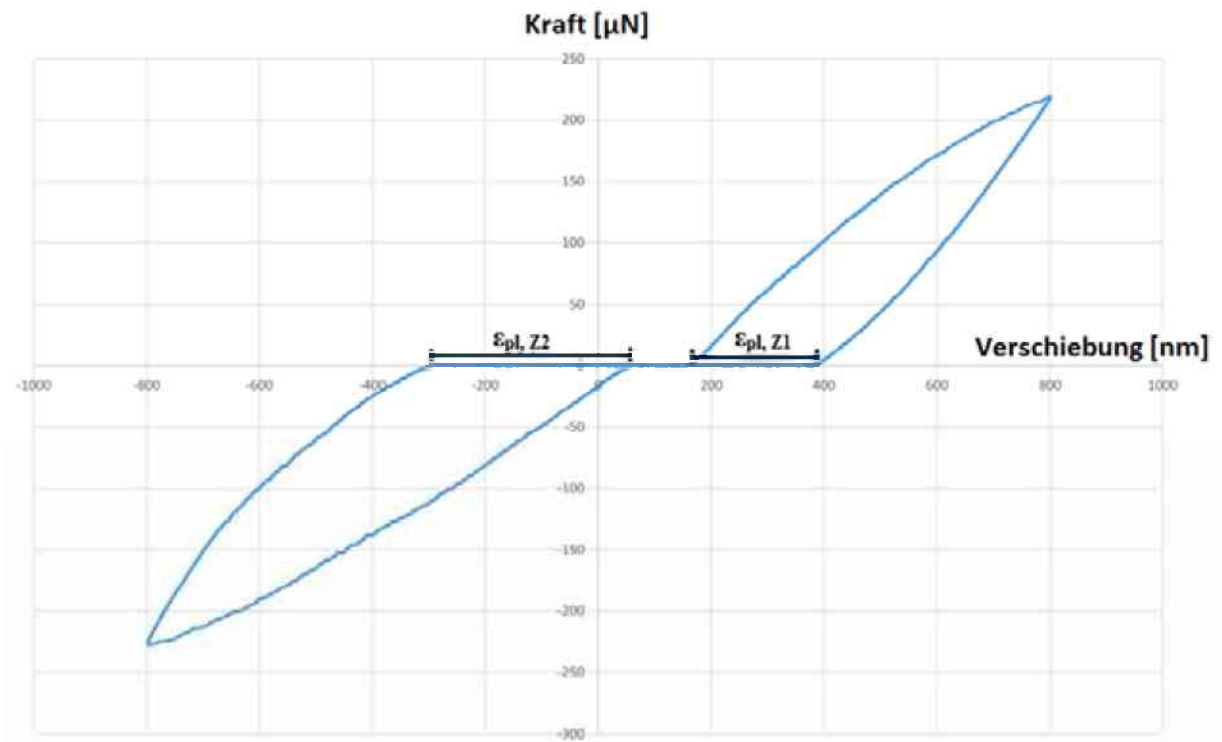


Abb. 5.10.: Durch den Drift verursachter Unterschied zwischen der plastischen Dehnungsamplituden in Z1 und in Z2 der Kraft-Verschiebungskurve von Probe 1.3.

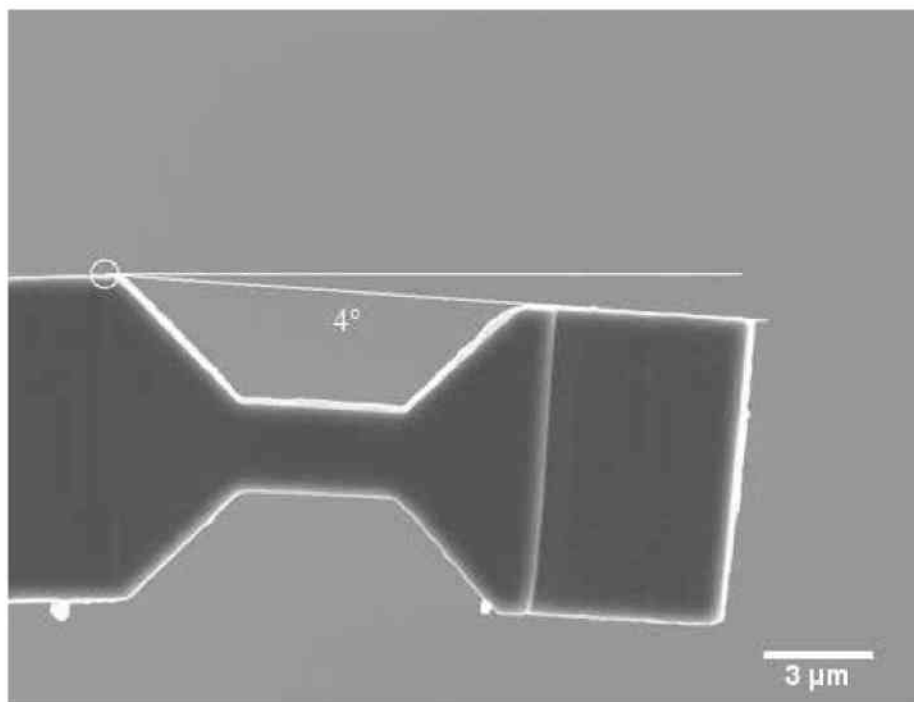


Abb. 5.11.: Um 4° verbogene Probe 3.1 nach Durchführung verschiedenster Versuche mit unterschiedlich großen plastischen Dehnungsamplituden.

Da die Stage des PicoIndenters nicht rotiert werden kann, muss die Probe händisch ausgerichtet werden, wodurch die Probe nicht optimal ausgerichtet werden kann. In Abb.: 5.12 ist die Fehlorientierung des Biegebalkens nach dem Probeneinbau schematisch dargestellt. Diese führt zu unterschiedlichen Biegelängen des Druck- bzw. Zugbereiches des Biegebalkens. Bei der Auswertung wurde ein Mittelwert der Biegelängen angenommen, wodurch die Absolutwerte der maximalen Randfaserspannungen je nach Abweichung von der tatsächlichen Biegelänge verfälscht werden. Da sich dieser Fehlerwinkel zwischen den verschiedenen Versuchsblöcken unterscheidet, werden die berechneten Spannungen und Dehnungen in Z1 und Z2 unterschiedlich stark verfälscht.

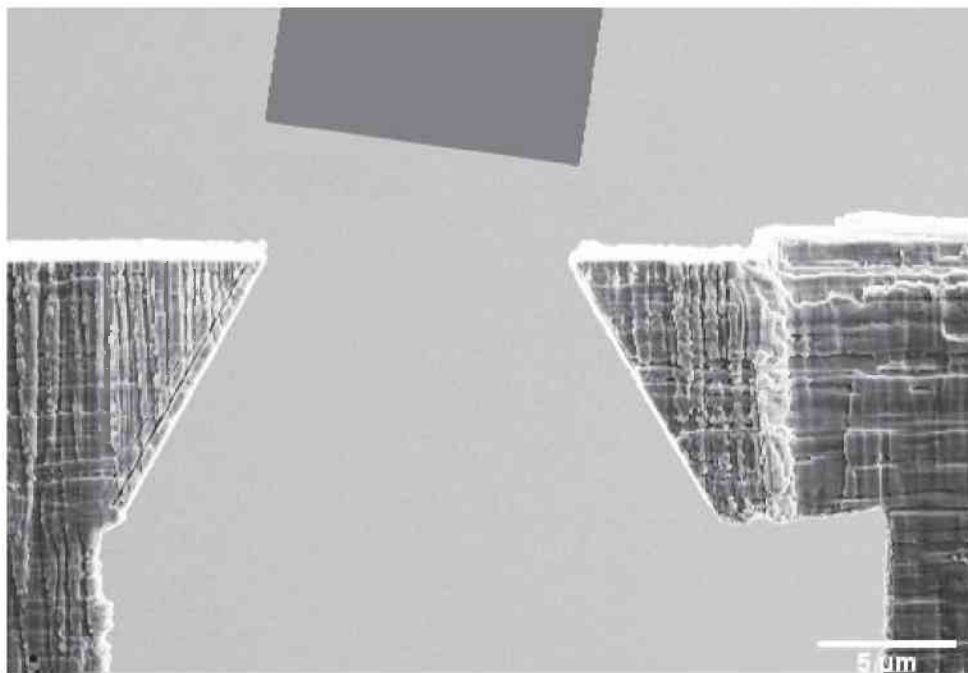


Abb.: 5.12.: Schematische Darstellung der Fehlorientierung des Biegebalkens nach Anbringung an die Stage des PicoIndenters.

5.3. Strukturentwicklung von ultrafeinkörnigem Kupfer bei zyklischer Belastung

Aus den Analysen der Strukturaufnahmen von Probe 2.2, mit einem Querschnitt von $h=1,1\mu\text{m}$ und $b=0,4\mu\text{m}$ geht hervor, dass bei Probe 2.2 keine Strukturänderung stattfand. Insgesamt wurde diese Probe mit 1000 Zyklen belastet. Da die Oberfläche nach 200 Zyklen mit einer plastischen Dehnung von $4,5\cdot 10^{-3}$ zu stark kontaminierte, musste die Probe im FIB nachgeschnitten werden. Dadurch lassen sich die Strukturaufnahmen von Probe 2.1 und Probe 2.2 nicht vergleichen. Für die restlichen 800 Zyklen, von denen Informationen über die Strukturentwicklung zur Verfügung stehen, wurde eine durchschnittliche plastische Dehnungsamplitude von $4,0\cdot 10^{-3}$ aufgebracht. Die Strukturentwicklung kann aufgrund der BSE-Aufnahmen nach den einzelnen Versuchsblöcken beurteilt werden. Aufgrund der kleinen Probendimensionen überstrahlen Kanteneffekte große Teile der Verjüngung. Obwohl dieser Kanteneffekt die Qualität der Strukturaufnahmen einschränkt, können aufgrund der BSE-Aufnahmen größere Strukturänderungen ausgeschlossen werden. Diese Beobachtung deckt sich mit den mechanischen Daten, bei denen keine signifikante Entfestigung zu sehen war. Die Schwankungen der Spannungsmaxima und Minima könnten auf eine unsymmetrische Belastung oder eine ungleiche plastische Dehnungsamplitude zurückzuführen sein.

Probe 3, mit einem Querschnitt von $h= 3,0\mu\text{m}$ und $b= 3,2\mu\text{m}$ wurde in zwei Versuchsblöcken zu je 100 Zyklen mit einer durchschnittlichen plastischen Dehnungsamplitude von $5,35\cdot 10^{-3}$ getestet. Vor und nach jedem Versuchsblock konnten mittels BSE und EBSD Strukturaufnahmen gemacht werden. Vor allem die EBSD-Aufnahmen weisen auf eine Korngrenzbewegung während dieser Ermüdungsversuche hin. Durch den Drift während der EBSD- und BSE-Untersuchungen sind die verschiedenen EBSD- und BSE-Aufnahmen unterschiedlich stark verzerrt. Dadurch lassen sich die Korngrößen nicht exakt herausmessen und vergleichen. Allerdings kann aufgrund der Korngeometrie und der Orientierung, die Korngrenzbewegung untersucht werden. Abb. 5.13 zeigt die Veränderungen der Ausgangsstruktur von Probe 3. Körner mit der Markierung (a) wuchsen in Laufe des Ermüdungsversuchs während Körner mit der Markierung (b) schrumpften. An Stellen mit einer Markierung (c) befanden sich nach 200 Zyklen Körner, welche in der Ausgangsstruktur noch nicht zu sehen waren. Diese könnten aufgrund der zyklischen Wechselbeanspruchung aus dem Probenvolumen an die Oberfläche gedrückt worden sein. Körner mit einer Markierung (d) sind in den Strukturaufnahmen nach 200 Zyklen nicht mehr zu sehen. Diese könnten aufgrund der Korngrenzbewegung von anderen Körnern annektiert worden sein. Diese Strukturänderungen sind bereits nach den ersten 100 Zyklen von Block A zu sehen und setzen sich in den weiteren 100 Zyklen von Block B fort. Um weitere zuverlässige Aussagen über die Entwicklung der Korngrenzen machen zu können, müssten weitere Versuchsblöcke durchgeführt werden. Diese waren aufgrund eines Zusammenstoßes zwischen der Probe und dem Greifer nicht möglich.

Beim Vergleich der Strukturentwicklung von Abb. 5.13 mit den mechanischen Daten von Abb. 4.17 und Abb. 4.18 stellt man fest, dass die Korngrenzbewegung zu keiner signifikanten Entfestigung führte. Abb. 5.14 zeigt die Auswirkung der Korrektur der Nichtlinearität der Kraftaktivierung des PicoIndenters auf die Bestimmung der Entfestigung. Da alle Spannungs-Dehnungskurven eines Versuchsblocks im selben Ausmaß von Nichtlinearität abgelenkt werden, hat dieser Fehler in der Kraftaktivierung keine Auswirkung auf das Auflösungsvermögen einer mechanischen Entfestigung. Die zuvor beschriebenen Probleme (Drift und schlechte Ausrichtung zwischen Probe und Greifer) schränken die Vergleichbarkeit der maximalen und minimalen Randfaserspannungswerte ein, wodurch die Auswirkung eines geringen Kornwachstums wie in Probe 3 auf die mechanischen Daten schwer nachweisbar ist.

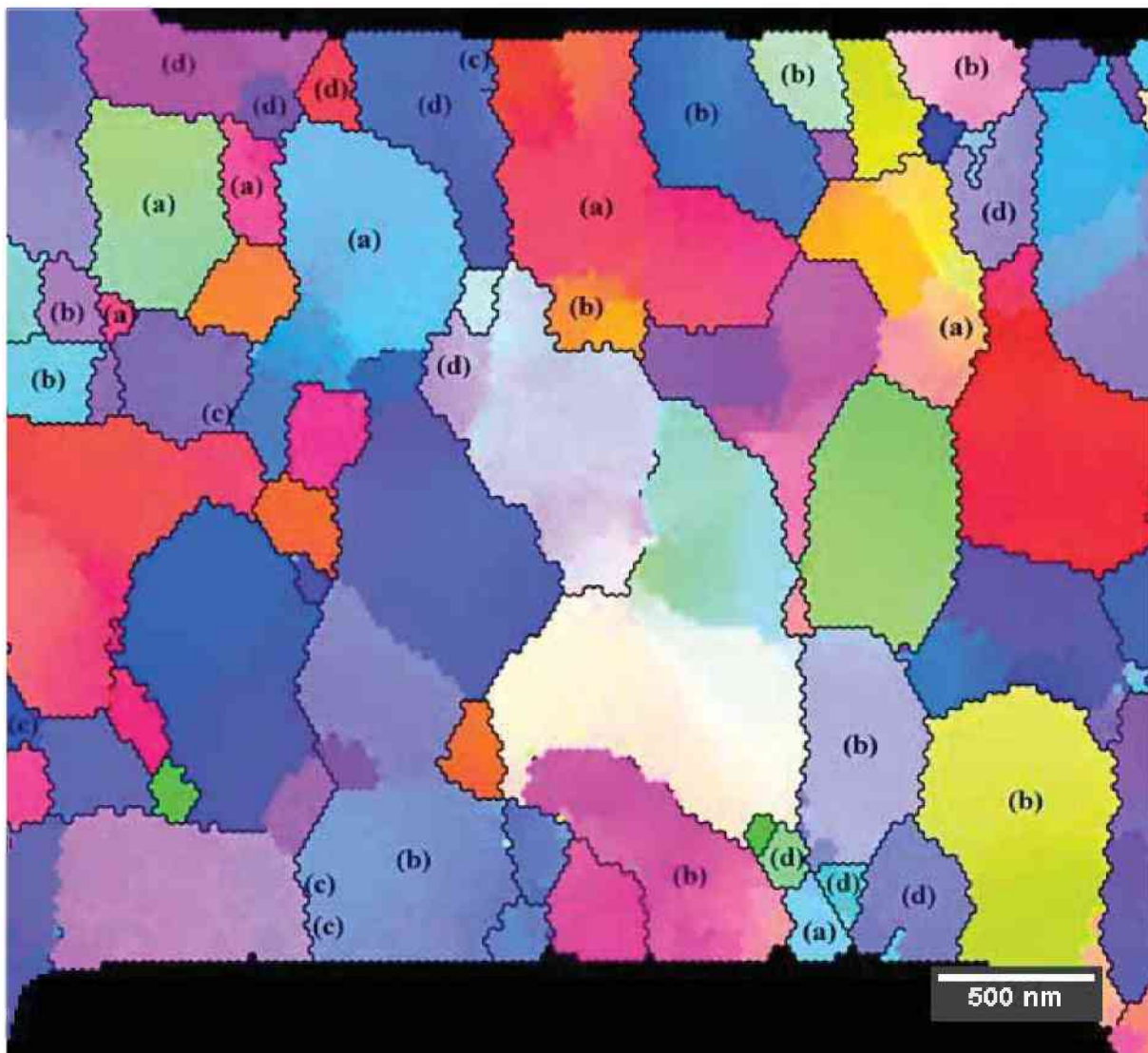


Abb. 5.13.: Veränderung der Ausgangsstruktur von Probe 3 aufgrund der Ermüdungsversuche in Versuchsblock A und B; mit (a) markierte Körner wuchsen aufgrund der Wechselbelastung, mit (b) markierte Körner schrumpften aufgrund der Wechselbelastung, an mit (c) markierten Stellen traten neue Körner hervor, mit (d) markierte Körner waren nach Versuchsblock B nicht mehr vorhanden.

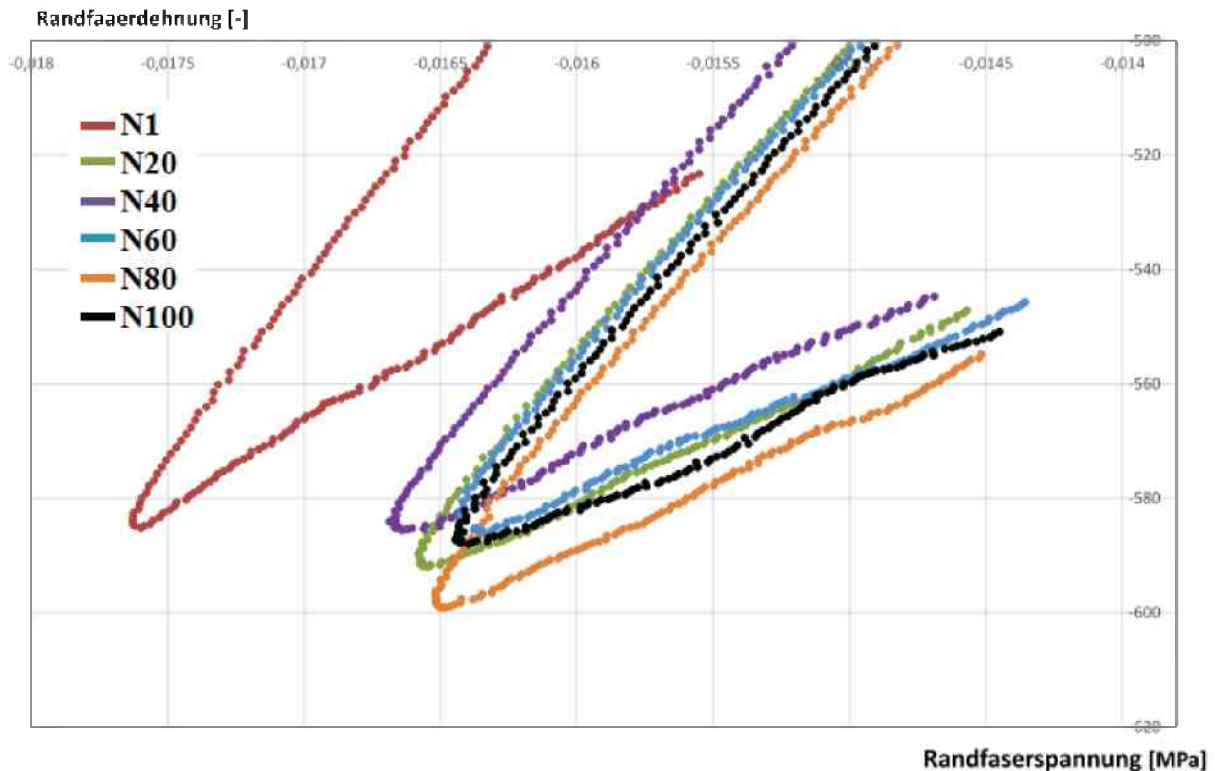


Abb. 5.14.: Vergrößerter Bereich der Randfaserstressungmaxima in Z2 für Versuchsblock B von Probe 3 mit wie zuvor erwähnter Korrektur der Datenpunkte.

Ein möglicher Grund weshalb in Probe 3 im Gegensatz zu Probe 2.2 eine Korngrenzverschiebung beobachtet werden konnte liegt darin, dass die durchschnittliche plastische Dehnungsamplitude in den Versuchsblöcken von Probe 3 größer war als in Probe 2.2. Zudem sind aufgrund der größeren Gradientenfläche von $3,0\mu\text{m} \times 2,9\mu\text{m}$ (Probe 3) im Vergleich zu der Gradientenfläche von $1,1\mu\text{m} \times 1,1\mu\text{m}$ (Probe 2.2) bedeutend mehr Körner zu sehen. Ein weiteres entscheidendes Kriterium ist die Qualität der Strukturaufnahmen. Da bei Probe 2.2 keine EBSD-Aufnahmen möglich waren und bei den BSE-Aufnahmen die Struktur durch die Kanteneffekte stark überstrahlt, stehen weniger Informationen zur Verfügung. Dadurch können geringe Korngrenzverschiebungen nicht wahrgenommen werden.

6. Zusammenfassung und Ausblick

Ufg Materialien besitzen durch ihr feinkörniges Gefüge hohe mechanische Festigkeitswerte, die einer vergleichsweise hohen Duktilität gegenüberstehen. Da neben den statisch-mechanischen Eigenschaften, die Ermüdungseigenschaften für deren Anwendbarkeit entscheidend sind, müssen ufg Materialien mit zyklischen Ermüdungsversuchen getestet werden. Ufg Materialien können mittels diverser SPD-Verfahren hergestellt werden. Dabei wird das Ausgangsmaterial zu großen Scherdehnungen hochverformt. Da während der Umformung viele Defekte (Versetzungen und Korngrenzen) eingebracht werden, ist die Mikrostruktur in einem metastabilen Zustand. Durch zyklische Belastung kann es zu Strukturänderungen kommen, was sich in einer Abnahme der Ermüdungsfestigkeit widerspiegelt.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde mittels HPT hergestelltes ufg Kupfer *in situ* am PicoIndenter PI85 auf seine Ermüdungseigenschaften untersucht. Dieses Gerät hat laut Herstellerangaben ein nominelles Kraftauflösungsvermögen von 3 nN, sodass bereits durch geringe Strukturänderungen hervorgerufene Entfestigungen im Spannungs-Dehnungsdiagramm erkannt werden können. Da dieses Gerät zum ersten Mal für Versuche mit zyklischer Wechsellast verwendet wurde, lag ein Schwerpunkt dieser Arbeit bei der Entwicklung der Versuchsmethodik. So wurden Biegebalken aus ufg OFHC Kupfer mit unterschiedlichen Dimensionen hergestellt und zyklisch getestet. Dabei konnte eine Nichtlinearität der Kraftaktivierung in der zweiten Hälfte eines Versuchszyklus beobachtet werden. Dieser Fehler startet ab einem proben- und kalibrierungsspezifischen Schwellwert und nimmt proportional zur Auslenkung zu. Zudem wurden unterschiedliche Kalibrierungsparameter gewählt und verglichen. Durch diesen Vergleich stellte sich heraus, dass es bei allen möglichen Einstellungen zu Fehlern in der mechanischen Datenaufzeichnung kommt. Die besten Ergebnisse erzielt man bei einer Kalibrierung mit den Mittelwerten der Parameter aus Zug und Druckbereich, sowie einem Bias Offset von 1500nm. In Kapitel 5.1 wird eine Möglichkeit aufgezeigt, wie der Fehler der Nichtlinearität der Kraftaktivierung in der zweiten Hälfte des Versuchszyklus mathematisch korrigieren werden könnte. Die Querschnittsgröße der Probe ist ein weiterer entscheidender Einflussfaktor auf das Verhalten des PicoIndenters. So stellte sich eine Probendimension mit $h=3\mu\text{m}$ und $b=3\mu\text{m}$ als optimale Lösung heraus. Testen man Proben mit einem größeren Querschnitt so nehmen die Kräfte zu und der PicoIndenter kann in der zweiten Hälfte des Versuchszyklus nicht genügend Kraft aufbringen, um eine ausreichend große plastische Dehnungsamplitude zu ermöglichen. Dieses Limit beruht auf der Bauweise des PicoIndenters und ist vom gewählten Bias Offset abhängig. Bei einem kleineren Probenquerschnitt nimmt die Kraft zu sehr ab, sodass das Rauschen des PicoIndenters die Versuchsdaten stark beeinflusst.

Mit diesem Wissen konnten Ermüdungsversuche mit mehreren Versuchsblöcken durchgeführt werden. Die mechanischen Daten wurden anschließend mit den Aufnahmen der Strukturuntersuchungen mittels BSE, Inlens und EBSD verglichen.

Dabei zeigte sich, dass an Probe 2.2 mit einem Querschnitt von $h=1,1\mu\text{m}$ und $b=0,4\mu\text{m}$ keine signifikante Korngrenzbewegung stattfand. Jedoch bildeten sich aufgrund der 1000 Zyklen mit einer durchschnittlichen plastischen Dehnungsamplitude von $4,5 \cdot 10^{-3}$ erste Risse mit einer Länge von einigen 10nm. Diese führten allerdings zu keiner wahrnehmbaren Entfestigung während des Ermüdungsversuches.

Die Ermüdungsversuche an Probe 3, mit einem Querschnitt von $h=3,0\mu\text{m}$ und $b=3,2\mu\text{m}$ verursachten eine durch zyklische Wechselbelastung induzierte Korngrenzbewegung. Dabei wurden 200 Zyklen mit einer durchschnittlichen plastischen Dehnungsamplitude von $5,35 \cdot 10^{-3}$ aufgebracht. Während der Ermüdungsversuche konnte allerdings keine zyklische Entfestigung beobachtet werden.

Eine mögliche Ursache für die unterschiedliche Strukturstabilität könnte der Unterschied in der plastischen Dehnungsamplitude der Versuche an Probe 2.2 und Probe 3 sein. Zudem sind die Strukturaufnahmen von Probe 3 aussagekräftiger, wodurch bereits kleine Korngrenzbewegungen beobachtet werden konnten.

Diese Versuchsmethodik kann nicht klären, ob zyklischer Wechsellast zu einem kontinuierlichen oder schrittweisen Kornwachstum führt. Zudem konnte weder der Startpunkt des Kornwachstums, noch die Wachstumsgeschwindigkeit bestimmt werden. Dazu müsste die Struktur *in situ* während der zyklischen Belastung untersucht werden. Da die Probe durch den Elektronenstrahl im REM LEO 982 sehr stark kontaminierte, mussten die Strukturuntersuchungen nach dem jeweiligen Versuchsblock durchgeführt werden. Ein Plasmareiniger könnte die aufwachsende Kontaminationsschicht sofort entfernen. Da am ESI zukünftig ein Plasmareiniger am REM LEO 982 zu Verfügung steht, könnten am REM LEO 982 Ermüdungsversuche mit zeitgleichen Inlens-Strukturaufnahmen durchgeführt werden. Aus diesen Versuchen könnten Informationen über die Wachstumskinetik von Körnern gewonnen werden.

Literaturverzeichnis

- [1] J. Zrník, S. V. Dobatkin, I. Mamuzič. Processing of metals by severe plastic deformation (SPD) - Structure and mechanical properties respond. *Metalurgija* 47(3):211-216, 2008.
- [2] M. Goto, K. Kamil, S. Z. Han, K. Euh, S. S. Kim, Y. Yokoho. Effect of grain refinement due to severe plastic deformation on the growth behaviour of small cracks in copper. *International Journal of Fatigue* 50:63-71, 2013.
- [3] A. Vorhauer, R. Pippan. On the homogeneity of deformation by high pressure torsion. *Scripta Materialia* 41:921-925, 2004.
- [4] N. Luga, N. Llorca, J. M. Cabrera, Z. Horita. Microstructures and mechanical properties of pure copper deformed severely by equal-channel angular pressing and high pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, 477:366–371, 2008.
- [5] T. Hebesberger, H. P. Stüwe, A. Vorhauer, F. Wetscher, R. Pippan. Structure of Cu deformed by high pressure torsion. *Acta Materialia* 53:393-402, 2008.
- [6] K. Edalati, T. Fujioka, Z. Horita. Microstructure and mechanical properties of pure Cu processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, 497:168-173, 2008.
- [7] J. Gil Sevillano, J. Aldazabal. Ductilization of nanocrystalline materials for structural applications. *Scripta Materialia* 51:795-800, 2004.
- [8] G. Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Berlin ; Heidelberg ; New York : Springer, 2007.
- [9] M. Vormwald, D. Radaj. *Ermüdungsfestigkeit: Grundlagen für Ingenieure*. Berlin ; Heideberg ; New York : Springer, 2007.
- [10] W. Bleck, K. Dahmen, G. Heßling, S. Hoffmann. *Werkstoffprüfung in Studium und Praxis*. Aachen: Verlag Mainz, Wissenschaftsverlag, Aachen, 2011.
- [11] H. Mughrabi, H. W. Hoepfel. Cyclic deformation and fatigue properties of very-fine grained metals and alloys. *International Journal of Fatigue* 32:1413-1427, 2010.
- [12] E. Thiele, C. Holste, R. Klemm. Influence of size effect on microstructural changes in cyclically deformed polycrystalline nickel . *Z Metallkd*, 93(7):730-736, 2002.
- [13] R. Klemm. *Zyklische Plastizität von mikro- und submikrokristallinem Nickel*. Doktorarbeit, Technische Universität Dresden, 2004.
- [14] H. W. Höppel, Z. M. Zhou, H. Mughrabi, R. Z. Valiev. Microstructural study of parameters governing coarsening and cyclic softening in fatigued ultrafine grained copper. *Philosophical Magazine A* 82: 1781-1794, 2002.
- [15] H. W. Höppel, M. Kautz, C. Xu, M. Murashkin, T. G. Langdon, R. Z. Valiev, H.

- Mughrabi. An overview: Fatigue behaviour of ultrafine grained metals and alloys. *International Journal of Fatigue* 28:1001, 1010, 2006.
- [16] C. C. F. Kwan, Z. Wang. The cyclic deformation behaviour of severe plastic deformation (SPD) metals and the influential factors. *Metals* 2:41-55, 2012.
- [17] L. Kunz, P. Lukáš, L. Pantělejev, O. Man. Stability of ultrafine-grained structure of copper under fatigue loading. *Procedia Engineering* 10:201-206, 2011.
- [18] D. Canadinc, T. Niendorf, H. J. Maier. A comprehensive evaluation of parameters governing the cyclic stability of ultrafine-grained FCC alloys. *Materials Science and Engineering A* 528:6345-6355, 2011.
- [19] T. Kremmer. Ermüdungseigenschaften und Mikrostrukturevolution von mikro- und nanokristallinen Mikrobiegeproben. Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2012.
- [20] D.S. Gianola, A. Sedlmayr, R. Mönig, C.A. Volkert, R.C. Major, E. Cyrankowski, S.A.S. Asif, O. L. Warren, O. Kraft. In situ nanomechanical testing in focused ion beam and scanning electron microscopes. *Review of scientific instruments* 82 063901:1-12, 2011.
- [21] Hysitron Inc. Tribo Analysis User Manual. 2009.
- [22] W. J. Grosinger, Zyklische Plastizität an Mikrobiegeproben. Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2011.
- [23] H. J. Maier, P. Gabor, N. Gupta, I. Karaman, M. Haouaoui. Cyclic stress-strain response of ultrafine grained copper. *International Journal of Fatigue* 28:243-250, 2006.
- [24] S. R. Agnew, J. R. Weertman. Cyclic softening of ultrafine grain copper. *Materials Science and Engineering A* 244:145-153, 1998.