

Lokale Verformungsanalyse an einkristallinen Cu- und Au-Mikrozugproben mit Hilfe von Bildkorrelationsverfahren und AFM-Messungen



Diplomarbeit
Oktober 2012

Verfasst von Ruth Treml am
Lehrstuhl für Materialphysik der Montanuniversität Leoben

Eidesstattliche 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.

Affidavit

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

Leoben, Datum

Unterschrift Kandidat

Danksagung

Besonders bedanken möchte ich mich bei Univ.Doz Dr. Christian Motz für die Betreuung meiner Diplomarbeit und für die lange Zeit, in der er mich als studentischer Mitarbeiter beschäftigt hat. Während der letzten Jahre hat er mich immer wieder vor neue Herausforderungen gestellt und mir die Möglichkeit gegeben, mein Wissen im Bereich der Materialphysik zu erweitern.

Bei Dr. Thomas Schöberl bedanke ich mich recht herzlich für die unterhaltsame Durchführung der AFM-Messungen.

Ich danke ganz herzlich Gabriele Moser für die hervorragende Probenpräparation und Franz Hubner für die Fertigung diverser Probenhalter.

Ass.Prof. Dr. Daniel Kiener möchte ich für die zahlreichen Tipps und Tricks in Hinblick auf die Verwendung verschiedenster Geräte am Institut und Auswertemethoden danken.

Natürlich möchte mich auch bei allen anderen Mitarbeitern des Erich Schmid Instituts für die freundliche Aufnahme und die vielen konstruktiven und unterhaltsamen Gespräche bedanken.

Ein besonderer Dank gilt meiner Familie, die mich immer unterstützt und motiviert hat.

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
2 Grundlagen	2
2.1 Verformung von Einkristallen	2
2.2 Größeneffekte in den mechanischen Eigenschaften	3
2.3 Bildkorrelationsverfahren	9
3 Experimentelles	11
3.1 Materialauswahl	11
3.2 Mechanische Bearbeitung	11
3.3 FIB-Präparation	13
3.4 Probenstrukturierung	13
3.5 Zugversuch	15
3.6 AFM-Messungen	16
4 Ergebnisse	17
4.1 Strukturierung	17
4.2 Zugversuch an Kupfer	20
4.3 Zugversuche an Gold	22
4.3.1 <123>-Orientierung mit Matching	23
4.3.2 <123>-Orientierung mit AFM-Messungen	25
4.3.3 <001>-Orientierung mit Matching	26
4.3.4 <001>-Orientierung mit AFM-Messungen	28
4.3.5 <001>-Orientierung mit Matching	29
5 Diskussion	32
5.1 Diskussion der Strukturierungsergebnisse	32
5.2 Verformungsanalyse	33
5.3 Diskussion der AFM-Messungen	38
5.4 Verformungsverhalten miniaturisierter Proben	39
6 Zusammenfassung	41
7 Literaturverzeichnis	42

Abkürzungsverzeichnis

AFM.....	Atomic Force Microscope
DDD.....	Discrete Dislocation Dynamics
DIC.....	Digital Image Correlation
EBSD.....	Electron Backscattering Diffraction
REM.....	Rasterelektronenmikroskop
FIB.....	Focused Ion Beam

1 Einleitung

Im Laufe der letzten Jahrzehnte konnte eine zunehmende Miniaturisierung von elektronischen Bauelementen, Komponenten in der Medizintechnik etc. beobachtet werden. Aus diesem Grund wurde es notwendig, sich auch mit den mechanischen Eigenschaften in kleinen Dimensionen zu beschäftigen, da sich das Verformungsverhalten von Metallen bei kleiner werdender Probengröße (in der Größenordnung von einigen μm und darunter) drastisch ändert. Zahlreiche Wissenschaftler, unter anderen Uchic [1], Greer [2], Volkert [3] und Kiener [4], haben sich bereits mit diesen Größeneffekten beschäftigt, wobei der Fokus auf den Festigkeitswerten lag. Das lokale Verformungsverhalten ist ebenfalls von großem Interesse, da sich Metalle bei sehr geringen Probengrößen häufig auf wenigen Gleitstufen verformen, welche dann aufgrund der Kleinheit der Proben das Spannungs-Dehnungs-Verhalten dominieren. Allerdings sind in der Literatur relativ wenige Informationen darüber zu finden.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit soll deshalb das lokale Verformungsverhalten von miniaturisierten kubisch flächenzentrierten Einkristallen unter Zugbeanspruchung charakterisiert werden. Die benötigten Probenkörper werden in einem Rasterionenmikroskop (FIB) hergestellt. Zur Charakterisierung des lokalen Verformungsverhaltens wurden zwei unterschiedliche Methoden ausgewählt. Einerseits kann die lokale Verformung durch Bildkorrelationsverfahren – auch Verformungsmatching genannt – abgebildet werden, andererseits kann sie über die Höhe der gebildeten Gleitstufen charakterisiert werden. Für ein Verformungsmatching werden rasterelektronenmikroskopische Bilder (REM-Bilder) der Probenoberfläche, welche eine charakteristische Oberflächenstruktur (natürlich oder künstlich) aufweisen muss, bei einzelnen Verformungsstadien aufgenommen und miteinander verglichen. Aus den so erhaltenen Daten lassen sich Dehnungskarten erstellen, die Aufschluss über die lokalen Oberflächendehnungen geben. Aufgrund des limitierten Auflösungsvermögens des REMs in Kombination mit der Oberflächenstruktur eignet sich diese Methode nicht für sehr geringe plastische Dehnungen.

Eine weitere Möglichkeit, die lokalen plastischen Dehnungen zu bestimmen, ist die Charakterisierung der Höhe der gebildeten Gleitstufen durch AFM-Messungen, da diese ebenfalls ein Maß für die lokale plastische Dehnung ist. Weil die Untersuchungen außerhalb des REMs durchgeführt werden müssen, ist diese Methode mit einem sehr hohen experimentellen Aufwand verbunden und wird nur für sehr geringe Dehnungen eingesetzt, wo Bildkorrelationsverfahren keine Ergebnisse liefern können.

Die Kombination dieser beiden Methoden ermöglicht einen tieferen Einblick in den Verformungsprozess von miniaturisierten Bauelementen und unterstützt das Verständnis der zugrunde liegenden metallphysikalischen Prozesse.

2 Grundlagen

2.1 Verformung von Einkristallen

Metalle verformen sich durch Abgleitung von Kristallbereichen entlang von Gleitebenen. Dabei handelt es sich um eine Scherverformung, die durch Versetzungsbewegung hervorgerufen wird. Versetzungen sind eindimensionale Liniendefekte, die die Verformung von Kristallen ermöglichen. Müssten zur Verformung alle Bindungen entlang einer Kristallebene gelöst und nach der Verschiebung wieder gebildet werden, so wäre ein enormer Kraftbedarf zur Verformung notwendig. In einem solchen Fall spricht man von der theoretischen Festigkeit, welche das Material dann erreicht. Diese liegt für bekannte Werkstoffe im Bereich von einigen GPa. Normalerweise verformt sich das Material bei wesentlich niedrigeren Spannungen durch Versetzungsbewegung, wenn ein kritischer Spannungswert, die Peierls-Spannung, überschritten wird. Die Gleitung findet auf den dichtest gepackten Ebenen statt, da die Versetzungen dort auf den geringsten Reibungswiderstand (niedrigste Peierls-Spannung) treffen. Das bedeutet, dass jeder Gittertyp unterschiedliche Gleitebenen und -richtungen aufweist. Gleitebene und Gleitrichtung spannen gemeinsam das Gleitsystem auf. Im kubisch flächenzentrierten (kfz) Gitter sind es zumeist die {111}-Ebenen und <110>-Richtungen, d. h. die {111}<110>-Gleitsysteme. Jede der vier {111}-Ebenen enthält drei <110>-Richtungen. Somit gibt es im kfz-Gitter 12 mögliche Gleitsysteme. Wie weit die Ebenen aneinander abgleiten, hängt von der Höhe der von außen aufgebrachtene Belastung und von der Orientierung des aktiven Gleitsystems in Relation zur Belastungsrichtung ab. Mit dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz kann die resultierende Schubspannung im entsprechenden Gleitsystem berechnet werden:

$$\tau = \frac{F}{A} \cdot \cos\kappa \cdot \cos\lambda \quad (2.1)$$

τ sei die Schubspannung, die in der Gleitebene wirkt, κ der Winkel zwischen Gleitrichtung und Zugachse, λ der Winkel zwischen Gleitebenennormale und Zugachse, F die aufgebrachte Kraft und A die Querschnittsfläche des Einkristalls (Abb. 2.1). Der Faktor $m = \cos\kappa \cdot \cos\lambda$ wird als Schmid-Faktor bezeichnet. Bei einer äußeren Belastung des Einkristalls wirkt die größte Schubspannung auf dem Gleitsystem mit dem höchsten Schmid-Faktor. Übersteigt sie einen kritischen Wert, beginnt sich der Kristall zu verformen. Theoretisch würden die Ebenen aneinander abgleiten und die Orientierung des Kristalls bliebe gleich. Bei einem Zugversuch sind die Enden der Probe allerdings zumeist eingespannt und somit wird eine seitliche Verschiebung verhindert. Um diese Behinderung auszugleichen, rotieren die Gleitebenen in der Mitte der Messlänge in Richtung der Zugachse (Abb. 2.2). Angenommen die Zugachse des kfz-Einkristalls hat zu Beginn des Versuchs die Orientierung P aus Abb. 2.3, so wandert

sie während des Versuchs auf dem Großkreis zwischen P und der $[\bar{1}01]$ -Gleitrichtung in Richtung derselben. Durch die Rotation der Gleitebenen sinkt der Schmid-Faktor auf dem primären Gleitsystem, auf einem anderen steigt er jedoch. Sind die beiden Schmid-Faktoren annähernd gleich, das heißt die Orientierung erreicht die Grenze des Standarddreiecks, wird ein konjugiertes Gleitsystem aktiv und der Einkristall beginnt Richtung $[\bar{1}12]$ -Pol zu rotieren. Ob bei einem Einkristall Einfach- oder Mehrfachgleitung auftritt, hängt von der Orientierung der Zugachse ab. Liegt die Orientierung innerhalb des Standarddreiecks der stereografischen Projektion, ist nur ein Gleitsystem aktiv. Bei Mehrfachgleitung bestimmt die Anzahl der angrenzenden Standarddreiecke die Zahl an aktiven Gleitsystemen. Zum Beispiel haben auf der Symmetralen $[001] - [\bar{1}11]$ zwei Gleitsysteme den gleichen Schmid-Faktor, im $[001]$ -Pol sind es acht.

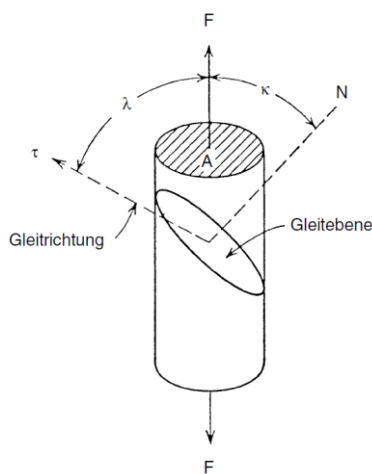


Abb. 2.1 Skizze zur Bestimmung des Schmid-Faktors [5]

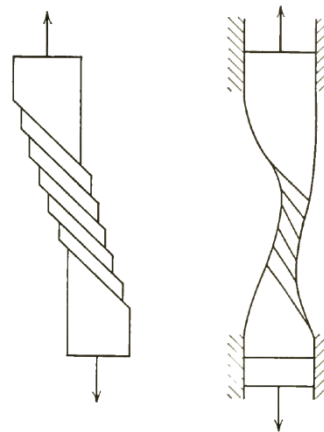


Abb. 2.2 Verformung eines Einkristalls ohne und mit Behinderung der seitlichen Verschiebung beim Zugversuch [6]

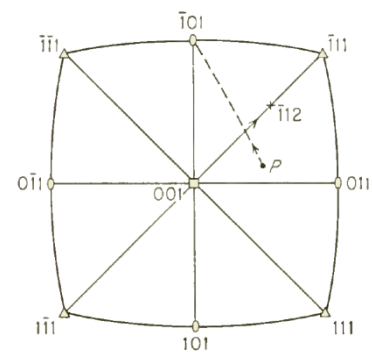


Abb. 2.3 Stereografische Projektion, die die Gitterrotation während eines Zugversuchs darstellt [6]

2.2 Größeneffekte in den mechanischen Eigenschaften

Die Verformung von Metallen wirkt bei großen Volumina wie ein homogen ablaufender Prozess und erweckt den Eindruck, unabhängig von der Probengröße zu sein. Es zeigt sich allerdings, dass das getestete Volumen sehr wohl eine wichtige Rolle spielt, wenn es eine gewisse Größe unterschreitet. Dann gewinnen die Interaktionen der Versetzungen mit der Mikrostruktur immer mehr an Bedeutung. Das heißt, dass die mechanischen Eigenschaften eines Metalls sowohl von den geometrischen als auch von den mikrostrukturellen Dimensionen abhängen [7].

Ein Beispiel für die Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von der Mikrostruktur ist der Hall-Petch-Effekt. Er besagt, dass bei kleiner werdender Korngröße die Festigkeit steigt:

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{D}} \quad (2.2)$$

σ ist die Streckgrenze, σ_0 die Reibspannung des Materials, k_y die materialspezifische Hall-Petch-Konstante und D steht für die Korngröße. Dieser Effekt wird bei der Kornfeinung ausgenützt, bei der als einzigem festigkeitssteigerndem Mechanismus auch die Zähigkeit erhöht wird [5]. Zu diesem Thema haben Yang et al. Versuche an Kupferdrähten mit unterschiedlichen Durchmessern D und Korngrößen d durchgeführt. Sie konnten feststellen, dass die Fließspannung nicht nur durch die Korngröße, sondern auch wesentlich durch das Verhältnis von Durchmesser zu Korngröße D/d bestimmt wird. Der Grund dafür liegt im Verhalten der Versetzungen: an freien Oberflächen können sie auslaufen, aber an Korngrenzen werden sie festgehalten. Am stärksten ist der Effekt, wenn das Verhältnis D/d kleiner 10 ist. Je kleiner D/d ist, desto niedrigere Werte nimmt die Hall-Petch-Konstante an. Das bedeutet, dass bei dicker werdenden Drähten, aber konstanter Korngröße die Fließspannung steigt, was genau einen umgekehrten Effekt zum Verhalten von Einkristallen darstellt [8].

Um den Einfluss der geometrischen und der mikrostrukturellen Dimensionen voneinander zu trennen, werden oft Einkristalle für die Experimente herangezogen, da hier die Probengröße der Korngröße entspricht. Somit können anhand von Einkristallen geometrische Größeneffekte studiert werden [7]. Ein auffallender Aspekt ist, dass bei kleiner werdender Probengröße die Festigkeit stark ansteigt. Dieser Sachverhalt ist in Abb. 2.4 dargestellt. Bei den erwähnten „Micro“- und „Nanowhiskers“ handelt es sich um nahezu versetzungsfreie nadelförmige Einkristalle. Sie weisen aufgrund ihrer sehr geringen Defektdichte höhere Festigkeiten auf als einkristalline Proben, die zum Beispiel mit einem FIB hergestellt wurden (im Diagramm: „Microcrystals“). Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass auch das Aspektverhältnis bei mikromechanischen Proben eine größere Rolle spielt als bei makroskopischen Proben [4]. Bei einem großen Aspektverhältnis können die Versetzungen das Probenvolumen unbehindert verlassen. Ist das Aspektverhältnis sehr klein, laufen die Versetzungen in den Probenkopf. Da der Querschnitt des Probenkopfes um ein Vielfaches größer ist als der Querschnitt der Probe, sinkt die Scherspannung, die auf die Versetzungen wirkt, rapide ab. Liegt die Scherspannung nun unter dem Wert, der für die Bewegung der Versetzungen notwendig ist, können sie nicht mehr gleiten und es kommt zu einem Aufstau der Versetzungen im Probenkopf. Dieser Aufstau übt wiederum eine Rückspannung auf die aktive Versetzungsquelle aus und somit wird für eine weitere Aktivierung dieser Quelle die benötigte Spannung größer. Das bedeutet, dass kurze Proben eine höhere Fließspannung aufweisen.

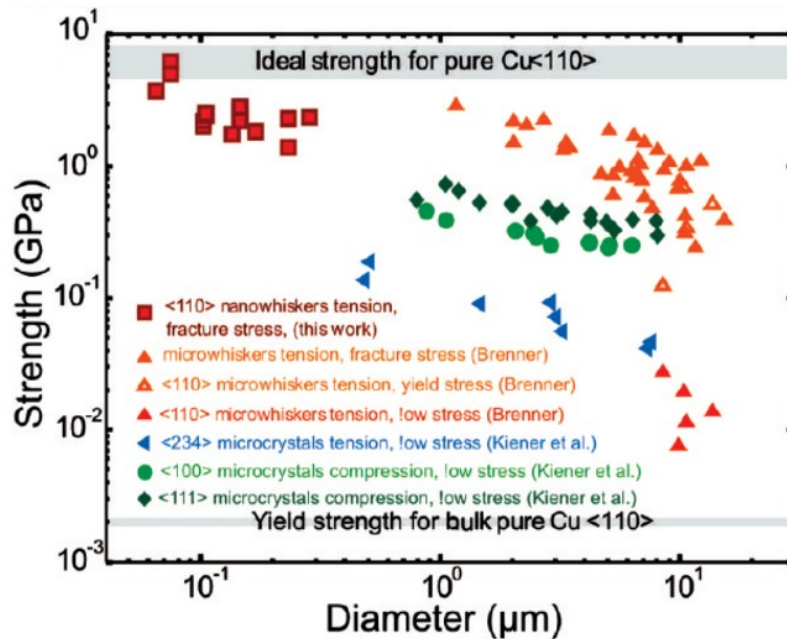


Abb. 2.4 Festigkeit in Abhängigkeit vom Probendurchmesser. „Micro“- und „Nanowhiskers“ weisen aufgrund ihrer geringen Defektdichte höhere Festigkeiten auf als im FIB präparierte Proben („Microcrystals“). [9]

Eine mögliche Erklärung der Größenabhängigkeit von mechanischen Eigenschaften liefern Versetzungsquellen. Die bekannteste Quelle zur Vervielfachung von Versetzungen ist die Frank-Read-Quelle (FR-Quelle). Eine Vervielfachung von Versetzungen wird für die plastische Verformung benötigt. In Abb. 2.5 ist eine FR-Quelle dargestellt. Sie besteht aus einem Versetzungsstück der Länge L , das an den Endpunkten A und B verankert ist. Diese Versetzungslinie liegt in der Gleitebene (englisch: slip plane), die in Abb. 2.5(a) dargestellt ist. Durch das Anlegen einer entsprechenden Schubspannung wird auf die Versetzungslinie die Kraft τb pro Längeneinheit ausgeübt und die Versetzungslinie baucht aus. Die benötigte Spannung zum Vorantreiben der Versetzung ist am größten, wenn der Krümmungsradius R am kleinsten ist, d. h. bei $R = L/2$ (Abb. 2.5(c)). Die Versetzungslinie formt also einen Halbkreis. Bei weiterer Bewegung der Versetzung steigt der Krümmungsradius und die nötige Spannung sinkt wieder. Der Halbkreis vergrößert sich solange, bis er an den Punkten m und n (Abb. 2.5(e)) zusammenstößt. Dort löschen sich die beiden Versetzungssegmente gegenseitig aus, da ihre Linienvektoren in entgegengesetzte Richtungen zeigen. Somit entsteht schließlich ein geschlossener Ring mit dem Versetzungsstück L in der Mitte. Dieser Vorgang wiederholt sich bei einer genügend hohen Spannung und es entstehen neue Ringe, was die plastische Verformung vorantreibt.

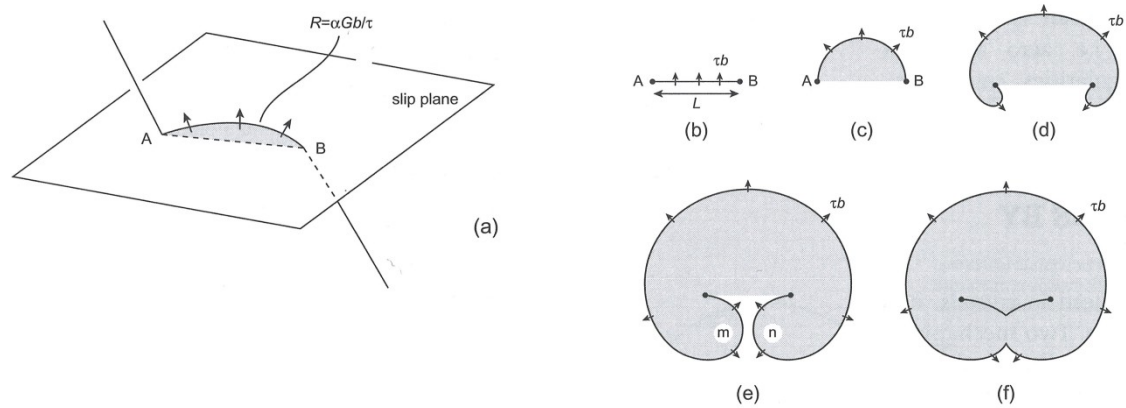


Abb. 2.5 Mechanismus einer Frank-Read-Quelle: (a) Das Teilstück AB einer Versetzung liegt in der eingezeichneten Gleitebene; (b) das Versetzungssegment AB mit der Länge L wird an den Endpunkten A und B festgehalten; (c) bei $R = L/2$ sind die minimale Krümmung und die maximale benötigte Spannung zum Vorantreiben der Versetzung erreicht; (d) die Versetzung baucht weiter aus und die Bildung eines Versetzungsringes beginnt; (e) die Versetzungssegmente m und n stoßen aneinander und löschen einander aufgrund der entgegengesetzten Orientierung ihrer Linienvektoren aus; (f) ein Versetzungsring ist gebildet und der Prozess kann erneut stattfinden. Der grau unterlegte Bereich stellt den abgeglittenen Kristallbereich dar. [10]

Die Aktivierungsspannung einer Frank-Read-Quelle lautet wie folgt:

$$\tau \propto \frac{Gb}{L} \quad (2.3)$$

τ ist die Schubspannung, G der Schubmodul, b der Burgersvektor und L die Länge des Versetzungsstücks. Geht man davon aus, dass die Quellgröße kleiner als die Probengröße ist bzw. sein muss, damit sie ungestört operieren kann, so muss die Quellgröße mit kleiner werdenden Probenabmessungen ebenfalls sinken. Daraus folgt, dass die benötigte Schubspannung zur Versetzungsvervielfachung immer größer wird und somit die Festigkeit der Probe steigt.

Neben dem klassischen FR-Quellen-Modell gibt es noch zwei weitere neuere mechanistische Modelle – Festigkeitssteigerung durch „source truncation“ und „dislocation starvation“ – zur Erklärung der erhöhten Festigkeit von miniaturisierten Proben. Unter dem Begriff „source truncation“, also dem ‚Verkürzen‘ von Quellen, ist zu verstehen, dass im Fall einer Verringerung der Probendimension auf die Größe einer Versetzungsquelle mit zwei fixen Endpunkten die Quelle einen fixen Endpunkt verliert und der verbleibende Versetzungsarm mit einer freien Oberfläche interagiert [11], [12]. „Dislocation starvation“ bedeutet, dass bei kleinen Proben die Wahrscheinlichkeit, dass Versetzungen an freien Oberflächen den Kristall verlassen, größer ist, als dass eine Multiplikation von Versetzungen oder ein Verankern an anderen Versetzungen stattfindet [13]. Es handelt sich also um eine Verarmung des Materials an Versetzungen. Das führt dazu, dass die weitere Verformung durch die Entstehung und Bewegung neuer Versetzungen bestimmt wird.

Weitere Möglichkeiten, Größeneffekte zu erklären, liefern Simulationsmethoden, wie zum Beispiel diskrete Versetzungsdynamik-Simulationen (englisch: discrete dislocation dynamics, DDD). Diese ermöglichen es, die Versetzungsstruktur während eines simulierten Versuchs genau zu verfolgen und die Reaktionen und Interaktionen der Versetzungen darzustellen, die durch äußere Spannungen hervorgerufen werden. Abhängig von der Probengröße und der anfänglichen Versetzungsdichte zeigen die Berechnungen ein unterschiedliches Verhalten der Versetzungen, welches die mechanischen Eigenschaften und insbesondere die Fließspannung beeinflusst.

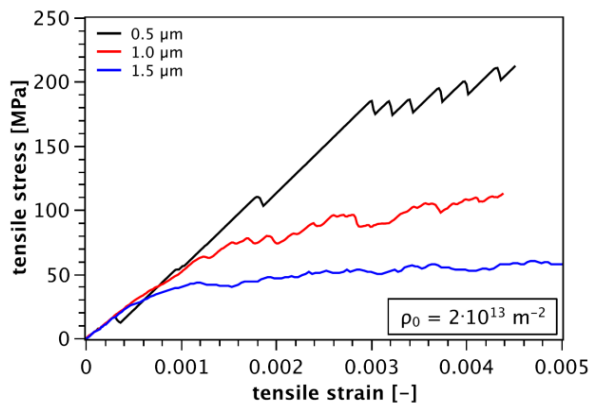


Abb. 2.6 Simulierte Spannungs-Dehnungs-Kurven in Abhängigkeit von der Probengröße. Je kleiner die Proben sind, desto stärkere Spannungsabfälle treten auf, da die Verformung nur von wenigen Versetzungen getragen wird. Bei größeren Probendimensionen erscheint die Kurve glatter und das Spannungsniveau liegt tiefer. Außerdem ist zu sehen, dass die Fließspannung bei kleineren Proben deutlich höhere Werte annimmt als bei größeren. [14]

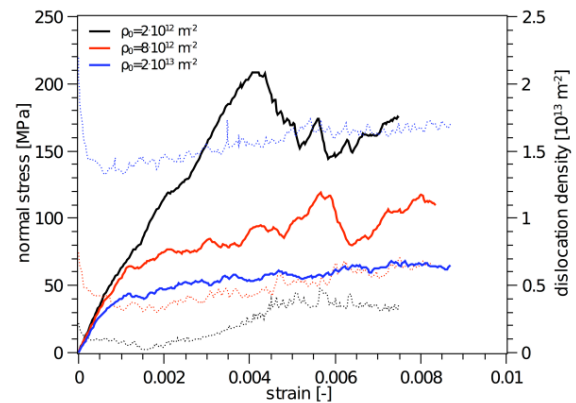


Abb. 2.7 Simulierte Spannungs-Dehnungs-Kurven in Abhängigkeit von der anfänglichen Versetzungsdichte ρ_0 und dem Verlauf der Versetzungsdichte während des Versuchs. Hier zeigt sich ein ähnliches Verhalten wie bei der Variation der Probengröße: Eine geringe Probengröße entspricht einer niedrigen Anfangsversetzungsdichte und große Proben entsprechen einer hohen Anfangsversetzungsdichte. [14]

Wie in Abb. 2.6 ersichtlich ist, hat die Probengröße einen starken Einfluss auf das Aussehen der Spannungs-Dehnungs-Kurve. Bei sehr kleinen Probendimensionen wird die plastische Verformung nur durch sehr wenige Versetzungsquellen getragen, die statistisch über das Volumen verteilt sind. Sind nur wenige Versetzungsquellen vorhanden ist es schwierig neue Quellen zu generieren, da die Versetzungen die Oberfläche des Kristalls erreichen und verlassen können, bevor sie miteinander reagieren. Solche Spannungs-Dehnungs-Diagramme weisen sehr ruckartige Sprünge und höhere Spannungsniveaus auf. Jeder dieser Spannungs-/Dehnungssprünge wird durch die Ausbreitung einer Versetzungslawine ausgelöst [15]. In größeren Proben können immer wieder neue Versetzungsquellen generiert werden, da die Versetzungen leichter miteinander interagieren können. Deshalb sehen die Spannungs-Dehnungs-Kurven wesentlich glatter aus und die maximal erreichten

Spannungswerte liegen tiefer. Das Verformungsverhalten nähert sich dem von makroskopischen Proben an. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass dieselben Effekte, die auf die unterschiedlichen Probengrößen zurückzuführen sind, auch durch unterschiedliche Anfangsversetzungsdichten hervorgerufen werden können (Abb. 2.7). Eine niedrige anfängliche Versetzungsdichte verursacht ein stark streuendes Spannungs-Dehnungs-Verhalten, während sich die Proben bei hohen ρ_0 -Werten ähnlich wie in makroskopischen Versuchen verhalten [14], [16]. Zusammengefasst bedeutet das, dass sich in der Simulation kleine Proben ähnlich verhalten wie Proben mit niedriger Anfangsversetzungsdichte und große Proben ähnlich wie diejenigen mit hoher Anfangsversetzungsdichte. Das heißt, das Verformungsverhalten in kleinen Dimensionen bzw. die Größeneffekte in den mechanischen Eigenschaften werden durch das Zusammenspiel von Probengröße und Anfangsversetzungsdichte dominiert, welches die Rate der Erzeugung von Versetzungsquellen bestimmt, die für eine plastische Verformung benötigt werden. Diese Prozesse kommen nicht nur in den mechanischen Daten zum Vorschein, sondern können auch im lokalen Verformungsverhalten gesehen werden. Dieser Umstand führt zu einem wachsenden Interesse an der Quantifizierung von lokalen Dehnungen aufgrund von licht- und rasterelektronenmikroskopischen Bildern. Zum besseren Verständnis der eben erklärten Phänomene sind in Abb. 2.8 zwei simulierte Dehnungskarten dargestellt, die mit den Daten aus Abb. 2.6 korrelieren. Hier wird die Auswirkung von unterschiedlich hohen Anfangsversetzungsdichten noch deutlicher. Während bei niedriger Anfangsversetzungsdichte (links) die Verformung auf wenige Gleitstufen konzentriert ist, erscheint die Verformung bei höheren Werten (rechts) wesentlich homogener.

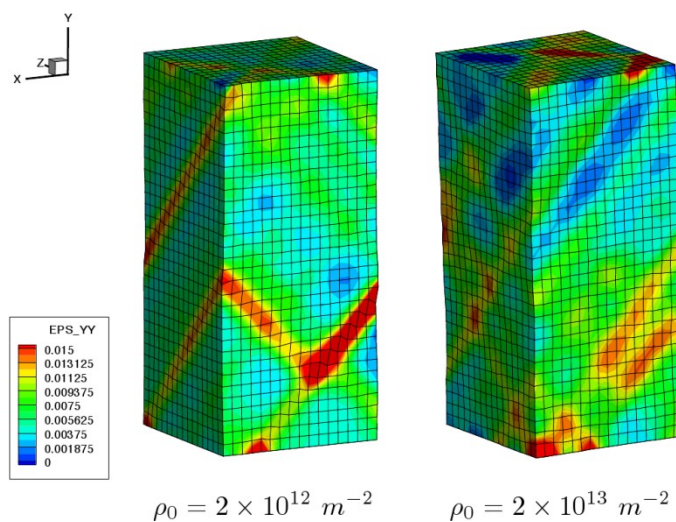


Abb. 2.8 Simulierte Dehnungskarten, die mit den Daten aus Abb. 2.7 korrelieren. Die linke Dehnungskarte entspricht der schwarzen Kurve, die rechte Dehnungskarte der blauen. Auch hier ist wieder zu erkennen, dass die Verformung bei geringerer Anfangsversetzungsdichte ρ_0 (links) auf wenige Gleitstufen konzentriert ist. Bei höherer Anfangsversetzungsdichte (rechts) erscheint die Verformung wesentlich homogener [14].

2.3 Bildkorrelationsverfahren

Unter dem Begriff Bildkorrelationsverfahren oder Verformungsmatching (englisch: digital image correlation, DIC) versteht man Methoden zur berührungslosen Verformungsmessung. Historisch betrachtet wurden Bildkorrelationsverfahren zur Rekonstruktion von Bruchoberflächen verwendet. Anwendung finden sie heute ebenfalls in der Analyse von Umformprozessen und makroskopischen Zugversuchen. Ein Beispiel für die verwendeten Softwarelösungen sind Produkte der Firma Alicona¹ und das Messsystem Aramis von der Gesellschaft für optische Messtechnik (GOM²). Allerdings sind die meisten dieser Produkte für Muster optimiert, die auf makroskopischen Objekten zu finden sind bzw. dort aufgebracht wurden. Deshalb wurden Algorithmen entwickelt, die für Strukturen geeignet sind, die sich auf miniaturisierte Proben aufbringen lassen, bzw. Muster, die durch das Gefüge eines Materials hervorgerufen werden. Dadurch können lokale Verformungen an miniaturisierten Proben und Gefügen gemessen werden. Wesentliche Beiträge zur Entwicklung dieser Methoden in Österreich lieferten Tatschl und Kolednik [17], [18], [19]. Im Folgenden werden zwei unterschiedliche Algorithmen, der ESI-Matcher und der IPP-Matcher, vorgestellt. Beide wurden am Institut für Maschinelles Sehen und Darstellen der TU Graz im Rahmen eines FWF-Projekts in Zusammenarbeit mit dem Erich Schmid Institut (ESI) entwickelt [18], [19]. Zuerst seien allerdings noch die Gemeinsamkeiten der beiden Programme erwähnt. Beide Systeme lesen zwei REM-Aufnahmen (vor und nach einer definierten Verformung) ein und versuchen homologe, d. h. korrespondierende, Punkte auf beiden Bildern zu identifizieren. Dafür sind gut erkennbare Details auf der Probenoberfläche notwendig. Da Einkristalle aufgrund der Präparationsmethoden (z. B. FIB-Präparation) zumeist eine blanke Oberfläche aufweisen, muss zuerst eine Struktur aufgebracht werden. Die Art des benötigten Musters (regelmäßig oder hierarchisch aufgebaut) ist vom Algorithmus abhängig. Der Vergleich der beiden Bilder basiert auf den unterschiedlichen Grauwerten, welche das REM für jeden Bildpunkt, aufgrund der „Features“ auf der Probenoberfläche, liefert. Da der Grauwert eines einzelnen Bildpunktes nicht aussagekräftig genug ist, um ihn als homologen Punkt zu identifizieren, werden die Grauwerte der umgebenden Punkte mit einbezogen, welche dann die so genannten „Features“ der Struktur umfassen. Somit steigt die Wahrscheinlichkeit, den korrespondierenden Punkt im zweiten Bild zu finden. Außerdem werden nicht die absoluten Grauwerte miteinander verglichen, sondern nur ihre relative Ordnung im Suchbereich. Dadurch haben leichte Helligkeitsänderungen der beiden Aufnahmen, die durch die Verformung und Abbildung bedingt sind, einen geringeren Einfluss auf die Qualität des Ergebnisses. Die Qualität der

¹ <http://www.alicon.com/>

² <http://www.gom.com/de/3d-software/aramis-software.html>

„Features“ auf der Probenoberfläche beeinflusst die Menge und Zuverlässigkeit der berechneten Daten sehr stark. Aus diesem Grund muss das gewählte Muster zunächst auf seine Eignung geprüft werden.

Als Resultat liefern die Matcher die Koordinaten der korrespondierenden Punkte beider Bilder. Daraus lassen sich die Verschiebungsvektoren der „Features“ auf der Probenoberfläche berechnen, welche durch die plastische Verformung verursacht wurden:

$$\vec{u}(x, y) = (x_2, y_2) - (x_1, y_1) \quad (2.4)$$

Mit Hilfe der Ableitungen des Verschiebungsfeldes wird anschließend das Dehnungsfeld berechnet (folgende Formel gilt nur für kleine Verformungen):

$$\varepsilon_{ij}(x, y) = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i(x, y)}{\partial j} + \frac{\partial u_j(x, y)}{\partial i} \right) \text{ mit } i, j \in \{x, y\} \quad (2.5)$$

Aus den somit erhaltenen Daten lassen sich Dehnungskarten der Dehnung in Zugrichtung ε_{xx} , der Querdehnung ε_{yy} , der Scherung ε_{xy} sowie der Rotation r_{xy} berechnen.

Der ESI-Matcher ist der ältere Algorithmus, arbeitet inkrementell und benötigt daher mehr Zeit. Der Benutzer definiert ein Suchfenster (z. B. 8 x 8 px), welches der Matcher mit Hilfe einer Kreuzkorrelation im zweiten Bild zu finden versucht. In welchem Bereich er sucht, wird ebenfalls vom Benutzer festgelegt. Das bedeutet, dass die Rechenzeit durch eine kluge Wahl der Größe des Suchfensters und des Suchbereichs stark beeinflussbar ist. Findet der Matcher den korrespondierenden Bereich im zweiten Bild, wird das Suchfenster auf dem vorher definierten Gitter zur nächsten Position verschoben und die Suche beginnt von Neuem. Aufgrund dieser Vorgehensweise eignen sich relativ gleichmäßige Strukturen mit scharfen, feinen Konturen besonders gut für den ESI-Matcher.

Der IPP-Matcher ist ein jüngerer Algorithmus und ist an den von MeX (Alicona) angelehnt, der für die 3-D-Oberflächenrekonstruktion aus Stereobildern optimiert ist. Allerdings können beim IPP-Matcher vom Anwender wesentlich mehr Parameter definiert werden als bei MeX. Er arbeitet nach dem sogenannten „Gummihautprinzip“. Zu Beginn des Matchings werden beide Bilder in ihrer Größe sehr stark reduziert. Die Anzahl der Reduktionsstufen hängt von der Größe der Bilder ab. Zum Beispiel wird ein Bildpaar der Größe 1000 x 500 px in 3 Stufen auf 250 x 125 px reduziert. Danach wird das kleinste Bildpaar miteinander verglichen. Dabei werden die einzelnen Knotenpunkte so lange verschoben (Gummihaut), bis beide Bilder so gut wie möglich übereinander passen. Danach wird das so erhaltene Verschiebungsfeld auf das nächst größere Bildpaar extrapoliert und das „Gummihautprinzip“ erneut angewendet. Dieses Verfahren wird so oft wiederholt, bis der Algorithmus schließlich die beiden Originalbilder miteinander vergleicht. Da dieser Matcher von „innen nach außen“ arbeitet, eignen sich hierarchisch aufgebaute Strukturen, das heißt Strukturen mit kleinen und großen „Features“ auf der Probenoberfläche, besonders gut.

3 Experimentelles

3.1 Materialauswahl

Als Probenmaterial wurden ein Cu- und ein Au-Einkristall gewählt. Beide sind kubisch-flächenzentrierte Metalle und weisen eine mittlere bis niedrige Stapelfehlerenergie auf (Cu: 60 mJ/m², Au: 40 mJ/m² [20]). Gold eignet sich besonders gut für AFM-Messungen (Atomic Force Microscope), da es auf Grund seines hohen elektrochemischen Potentials keine Oxidschicht bildet, welche die Ergebnisse verfälschen würde. Kupfer hingegen ist wesentlich unedler und oxidiert recht leicht. Die entsprechenden Standardpotentiale sind in einem Ausschnitt aus der elektrochemischen Spannungsreihe in Tabelle 3.1 aufgelistet. Wegen der vergleichbaren Stapelfehlerenergien der beiden Metalle zeigt Kupfer ein ähnliches Verformungsverhalten wie Gold und dient somit als Referenzmaterial. In der Vergangenheit sind am Erich Schmid Institut viele mikromechanische Experimente mit Kupfer durchgeführt worden, weshalb auch auf Vergleichsdaten zurückgegriffen werden kann.

Tabelle 3.1 Ausschnitt aus der elektrochemischen Spannungsreihe [21]

reduzierte Form	oxidierte Form	Standardpotential E_0 [V]
Cu	Cu^{2+}	+ 0,34
Cu	Cu^+	+ 0,52
Au	Au^{3+}	+ 1,42

3.2 Mechanische Bearbeitung

Da die Einkristalle mit einer $\langle 001 \rangle$ -Orientierung der Stabachse als Massivmaterial vorliegen, umfasst die Präparation mehrere mechanische Bearbeitungsschritte. Diese sind in Abb. 3.1 schematisch dargestellt.

Zu Beginn wird mit Hilfe einer Diamantdrahtsäge eine ca. 2 mm dicke Scheibe vom Stab abgeschnitten und mechanisch und elektrolytisch poliert. Da die Kristallorientierung in der Scheibenebene nicht bekannt ist, muss die Orientierung zunächst durch eine EBSD-Messung (Electron Backscatter Diffraction) bestimmt werden. Zwei exemplarische Messungen sind in Abb. 3.1(c) und (d) dargestellt. Es sind stereografische Projektionen, das heißt, dass die schwarzen Punkte Durchstoßpunkte von Ebenennormalen durch eine Kugel sind. Aus diesem Grund kommen nur möglichst außen liegende Punkte für die Orientierung der Zugachse in Frage, da die übrigen Orientierungen nicht in der Scheibenebene liegen würden. Für die Proben wurden Multi-slip-Orientierungen (Richtungen des Typs $\langle 001 \rangle$) und Single-slip-Orientierungen (Richtungen des Typs $\langle 123 \rangle$) ausgewählt. Entsprechend der gewünschten Zugachse der Proben werden ca. 5 x 3 mm große Streifen aus der Scheibe geschnitten, die anschließend auf eine Dicke von 120 – 150 μm geschliffen, beidseitig poliert und an der

Schmalseite elektrolytisch gedünnt werden, bis sie eine Dicke von maximal 20 μm erreicht haben. Dies geschieht, um mechanische Verformungen an der Oberfläche zu entfernen, die durch die Präparation entstanden sind. Um eine weitere Bearbeitung zu ermöglichen, werden die so hergestellten Lamellen jeweils in einen Halter eingespannt. Die anschließenden Präparationsschritte erfolgen in einer Focused Ion Beam Workstation (FIB). Generell ist bei der mechanischen Bearbeitung von Einkristallen darauf zu achten, dass die eingebrachten Verformungen möglichst gering gehalten werden. Steigt die Versetzungsdichte durch die Bearbeitung zu stark an, werden die mechanischen Eigenschaften und das Verformungsverhalten stark verändert, wie es schon in Kapitel 2.2 beschrieben wurde.

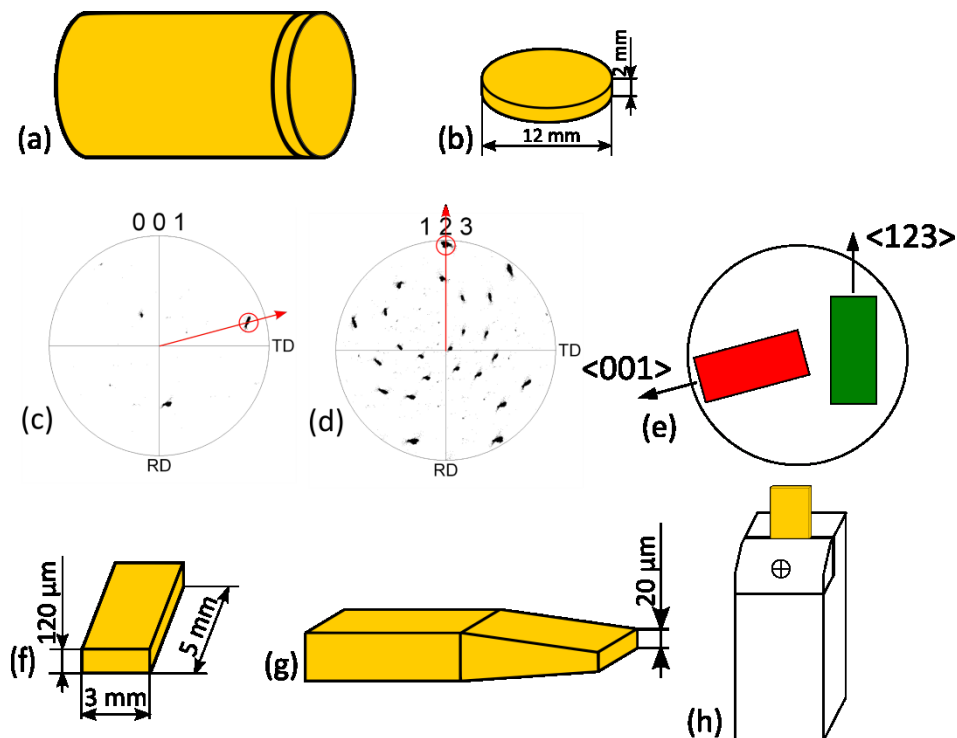


Abb. 3.1 Ablauf der mechanischen Präparation: (a) einkristallines Probenmaterial in Stabform; (b) heruntergeschnittene Scheibe mit ca. 2 mm Dicke; (c)/(d) Polfiguren von EBSD-Messungen mit den ausgewählten Richtungen für die Zugachse (rote Kreise); (e) geplante Probenpositionen in der Scheibe; (f) das entsprechend der gewünschten Orientierung herausgeschnittene Plättchen wird auf eine Dicke von ungefähr 120 μm geschliffen und beidseitig poliert; (g) Anschließend wird die Probe an einer Seite elektrolytisch gedünnt, bis eine Dicke von ca. 20 μm erreicht ist; (h) die so erhaltene Probe wird in einem Probekörper zur weiteren Bearbeitung im FIB eingespannt.

3.3 FIB-Präparation

Um die gewünschte Probengeometrie zu erhalten, folgt nun die Präparation im FIB. Bei dem verwendeten Gerät handelt es sich um eine Crossbeam-Workstation 1540XB der Firma Zeiss. Zunächst wird die Lamellendicke auf die gewünschte Dicke der Zugprobe reduziert (10 μm). Der Ionenstrom für solche Grobschnitte liegt zwischen 2 und 20 nA. Um die angestrebte Oberflächenqualität zu erzielen, werden beide Seiten der Probe bei geringer Stromstärke (ca. 500 pA) poliert. Anschließend kann die Probe um 90° gekippt werden, um die Endgeometrie zu schneiden. Die Proben haben eine Prüflänge von 30 μm und einen Querschnitt von 10 x 10 μm . Eine Skizze der Proben ist in Abb. 3.2 dargestellt.

Wenn AFM-Messungen durchgeführt werden, muss die Oberfläche der Prüflänge auf einer Seite besonders glatt poliert werden, damit die Oberflächenrauigkeit möglichst gering ist. Andererseits muss bei Proben, an denen die lokalen Verformungen während des Versuchs verfolgt werden soll, als letzter Präparationsschritt ein Muster auf die Prüflänge aufgebracht werden. Dieser wichtige Schritt wird im nächsten Abschnitt näher erläutert. Abb. 3.3 zeigt eine strukturierte Gold-Zugprobe.

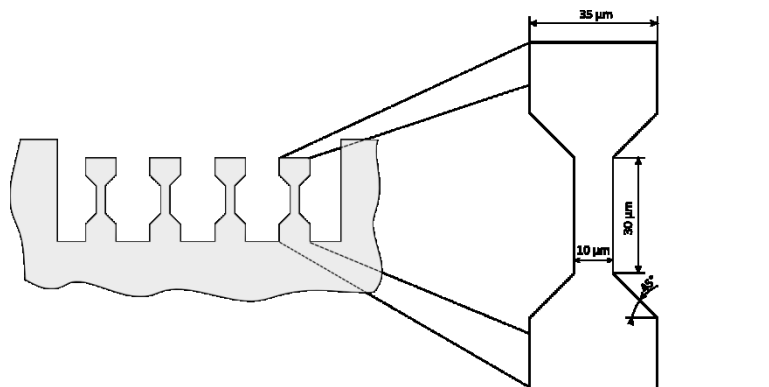


Abb. 3.2 Abmessungen der Zugproben

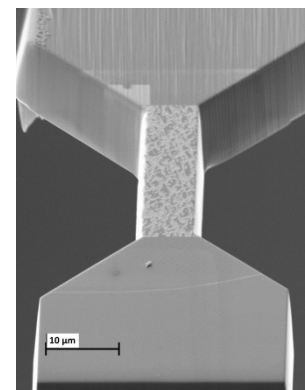


Abb. 3.3 strukturierte Au-Zugprobe mit einer $\langle 123 \rangle$ -orientierten Zugachse

3.4 Probenstrukturierung

Um die Probenoberfläche für das Verformungsmatching vorzubereiten, muss ein Muster auf die Prüflänge aufgebracht werden.

Für die Strukturierung wurden zwei verschiedene Verfahren ausgewählt. Einerseits kann die Oberfläche zur Strukturierung angeätzt werden, andererseits kann das Muster mithilfe der Funktion „Feature Milling“ im FIB „geschnitten“ werden.

Die Ätzung erfolgt bei Kupfer mit einer Mischung aus 80 ml HNO_3 und 20 ml CH_3COOH für wenige Sekunden. Dabei wird die Oberfläche leicht aufgeraut und Ätzgrübchen treten hervor (Abb. 3.4). Auch Tatschl hat im Rahmen seiner Dissertation eine Kornflächenätzung zur Strukturierung der Oberfläche von Kupferproben durchgeführt [17].

Für die Strukturierung mit dem FIB muss zuerst ein geeignetes Muster entwickelt werden. Dieses sollte, wie schon erwähnt, einen hierarchischen Aufbau aufweisen. Das bedeutet, dass sowohl kleine als auch große Elemente enthalten sein müssen. Des Weiteren darf die Periodizität dieser Strukturelemente nicht zu gering sein, ansonsten könnte der Matcher „Features“ verwechseln. Mit der Funktion „Feature Milling“ wird das Muster in Form einer Bitmap als Maske über die Probe gelegt und mit einer Stromstärke von 50 pA und einer Verweilzeit von 0,004 s/px in die Prüflänge geschnitten. In Abb. 3.5 ist die verwendete Maske abgebildet und in Abb. 3.6 ist ein Ausschnitt eines Goldeinkristalls zu sehen, auf den diese Maske angewendet wurde.

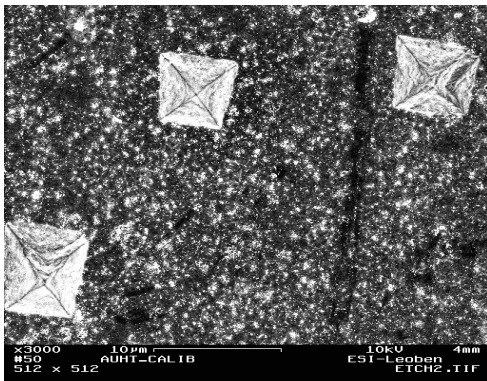


Abb. 3.4 Angeätzter Cu-Einkristall mit großen Ätzgrübchen



Abb. 3.5 Maske für die Strukturierung mit der Funktion „Feature Milling“ im FIB

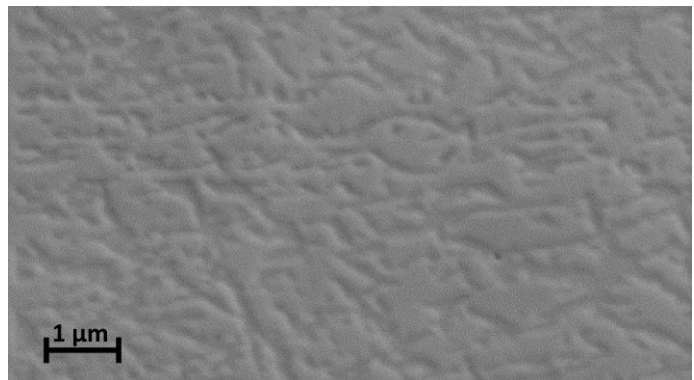


Abb. 3.6 Fibstruktur auf Au-Einkristall

Tabelle 3.2 Geräteeinstellungen im REM und im FIB

SEM	
	Beschleunigungsspannung: 10 kV
FIB	
	Beschleunigungsspannung: 30 kV
	Ionenstromstärke: - Grobschnitt: 20 nA - Geometrieschnitt: 1 nA - Polieren: 500 pA
Feature Milling	
	Ionenstromstärke: 50 pA Verweilzeit: 0,004 s/px

3.5 Zugversuch

Da es bei derartig kleinen Prüfkörpern nicht mehr möglich ist, die Proben mit freiem Auge zu justieren, und das Auflösungsvermögen von Lichtmikroskopen ebenfalls nicht ausreicht, wurden die Versuche in einem REM (LEO 982) der Firma Zeiss durchgeführt. Zur Belastung der Proben wurde ein In-situ-Indenter der Firma ASMEC verwendet. Dieser kann, bei Verwendung eines geeigneten Greifers, als Zugmodul verwendet werden. Eine genauere Beschreibung des Zugmoduls und seiner Funktionsweise findet sich in der Diplomarbeit von Grosinger [22]. Die Greifer werden speziell für die gewünschte Probengeometrie im FIB aus einer Wolframnadel geschnitten. In Abb. 3.7 ist der für die vorliegende Diplomarbeit verwendete Greifer zu sehen. Der Probenstisch verfügt über fünf Verfahrachsen (drei lineare, zwei rotatorische), der Indenter selbst über zwei lineare. Dadurch können sowohl Probe als auch Indenter direkt unter dem Elektronenstrahl positioniert werden. Weiters ist es dadurch möglich, Probe und Greifer zueinander auszurichten, damit die Probe einachsiger gezogen wird. Die Belastung erfolgt weggesteuert mit einer durchschnittlichen Verformungsgeschwindigkeit von 75 nm/s, was in etwa einer Dehnrates von $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ entspricht. Der Wegaufnehmer weist eine Ungenauigkeit von $\pm 5 \text{ nm}$ auf, das Krafttrauschen beträgt ca. $\pm 10 \text{ }\mu\text{N}$. Um die Bilder aufnehmen zu können, die für das Matching benötigt werden, wird der Versuch in mehrere Einzelversuche unterteilt. Das bedeutet, dass die Probe nach wenigen Prozent Dehnung entlastet wird, um ein hochaufgelöstes Bild aufzunehmen. Das Aufnehmen des Bildes dauert ca. 10 Minuten. Anschließend erfolgt die weitere Belastung der Probe. Diese Schritte werden mehrere Male wiederholt. Während des Versuchs wird auch die Kraft-Weg-Kurve aufgenommen, die anschließend in ein Spannungs-Dehnungs-Diagramm umgerechnet wird.

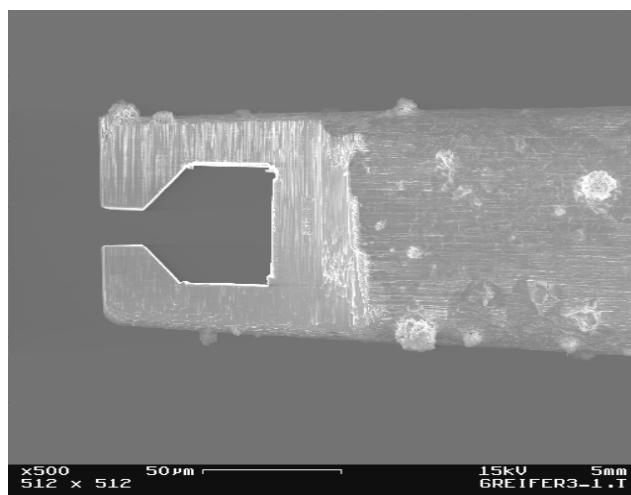


Abb. 3.7 Greifer aus Wolfram, welcher bei den In-situ-Versuchen verwendet wurde.

3.6 AFM-Messungen

Die AFM-Messungen (atomic force microscope) werden mit einem Gerät der Firma Veeco, Modell Dimension 3100, durchgeführt. Nähere Informationen über die Funktionsweise eines AFMs finden sich in Referenz [23]. Die Messungen erfolgen im Tapping-Mode, um die Oberfläche der Probe nicht zu beschädigen. Da die Software nur quadratische Bereiche scannen kann, müssen mehrere Messungen pro Prüfkörper durchgeführt werden, um die komplette Prüflänge erfassen zu können. Aufgrund einer Breite der Probe von 10 μm können maximal 9 x 9 μm große Scans durchgeführt werden, da die Spitze sonst über den Rand der Probe hinausfahren würde. Die Auflösung der Scans in Tiefenrichtung liegt im Nanometerbereich. Die Proben werden nur wenige Prozent (6 – 8 % plastische Dehnung) gedehnt, um die Entstehung und Entwicklung der Gleitstufen beobachten zu können.

4 Ergebnisse

4.1 Strukturierung

Um die FIB-Schädigung der Probe geringer zu halten und um eine Alternative zum Feature-Milling im FIB zu finden, wurde zur Strukturierung eine Oberflächenätzung durchgeführt. Ein Größenvergleich der geätzten Struktur und einer Zugprobe ist in Abb. 4.1 dargestellt. Deutlich zu erkennen ist, dass sehr große Ätzgrübchen und eine sehr feine Substruktur entstehen. Diese Substruktur wäre ideal zum Matchen geeignet, die Ätzgrübchen sind in Relation zur restlichen Struktur allerdings sehr groß. Sie weisen Größen von bis zu $10 \times 10 \mu\text{m}$ auf, was auch ungefähr der Breite der Zugproben entspricht. Liegt ein Ätzgrübchen direkt auf der Prüflänge der Probe, wird die Berechnung der lokalen Dehnungen stark verfälscht bzw. eventuell sogar unmöglich. Außerdem bedeutet ein solches Ätzgrübchen in der Prüflänge eine sehr starke Kerbwirkung. Die Oberflächenätzung muss durchgeführt werden, bevor die Geometrie der Probe geschnitten wird. Somit könnte theoretisch die Zugprobe in einem Bereich herausgeschnitten werden, in dem sich keine Ätzgrübchen befinden. Dies führt jedoch zu einem erheblich höheren Materialverbrauch, da eine geeignete Stelle erst gefunden werden muss, und kann auch unnötig lange FIB-Schnitte mit sich ziehen. Somit ist eine Oberflächenstrukturierung von Einkristallen durch dieses Ätzverfahren derzeit nicht sinnvoll, bzw. wären weitere Untersuchungen notwendig.

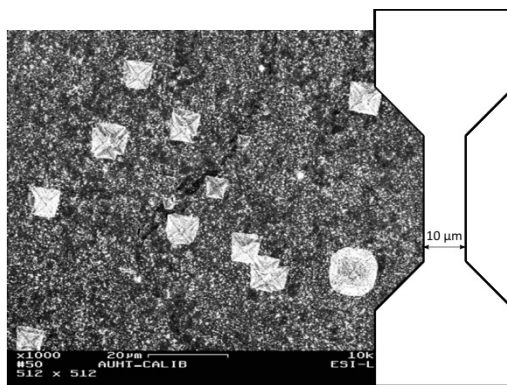


Abb. 4.1 Vergleich zwischen einer geätzten Struktur auf einem Cu-Einkristall mit Ätzgrübchen und einer Zugprobe. Die Größe der Ätzgrübchen entspricht ungefähr der Breite der Probe ($\sim 10 \mu\text{m}$). Da die Ätzgrübchen in Relation zum Rest der geätzten Struktur zu groß sind, ist eine Strukturierung durch Ätzen nicht sinnvoll.

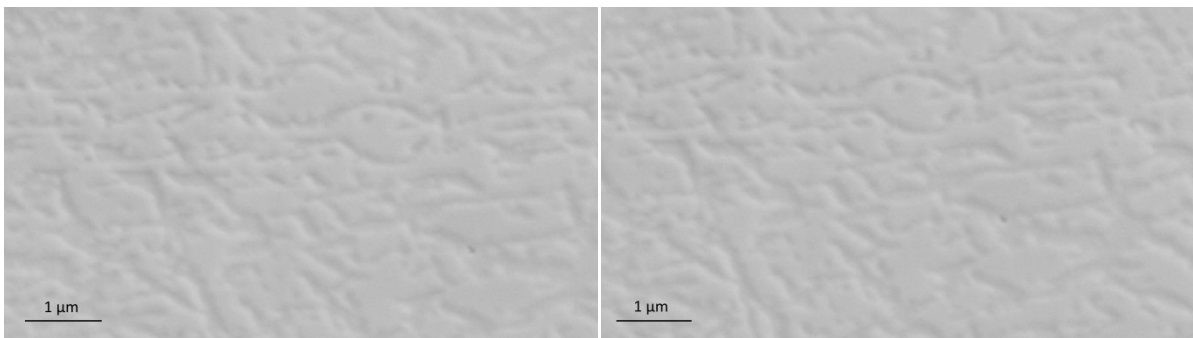
Aus diesem Grund wurde das Muster mit der Funktion „Feature Milling“ im FIB in die Probe geschnitten. Um die Eignung der Struktur festzustellen, wurden zwei Bilder aufgenommen, deren Positionen geringfügig voneinander abweichen (Abb. 4.2). Der Unterschied in x-Richtung beträgt 46 px, in y-Richtung 22 px (laut Bildbearbeitungsprogramm). Theoretisch sollte der Matching-Algorithmus genau diese konstante Verschiebung liefern. Die Berechnungen wurden sowohl mit dem IPP-Matcher als auch mit dem ESI-Matcher

durchgeführt. Der ESI-Matcher konnte 3309 homologe Punkte feststellen, der IPP-Matcher lediglich 1123. Zum Vergleich der Resultate wurden aus den Verschiebungsvektoren Histogramme erzeugt. Das heißt, dass sowohl die x- als auch die y-Komponenten der Vektoren nach ihrer Größe und Häufigkeit in Klassen eingeteilt wurden. Hat die Bildkorrelation gut funktioniert, sollte eine normalverteilte Kurve entstehen. Um die Ergebnisse in x- und in y-Richtung besser vergleichen zu können, wurde der Nullpunkt der Verschiebung jeweils in das Maximum der Kurve geschoben. So kann auch die Halbwertsbreite, das ist die Breite der Verteilung auf halber Höhe der maximalen Häufigkeit, der Kurve leichter abgeschätzt werden. Da die beiden Matching-Algorithmen unterschiedlich viele Punkte finden, ist auf der y-Achse die relative Häufigkeit dargestellt. Das bedeutet, die Anzahl der Punkte einer Klasse wird durch die Gesamtanzahl an gefundenen Punkten dividiert. In Abb. 4.3 ist der Vergleich der Matching-Resultate von ESI- und IPP-Matcher dargestellt. Der IPP-Matcher findet zwar weniger homologe Punkte, dafür ist die Halbwertsbreite der Verteilung mit 0,12 px in x-Richtung und 0,11 px in y-Richtung um einiges geringer als beim ESI-Matcher, dessen Verteilungen eine Halbwertsbreite von 0,45 px in x-Richtung und 0,25 px in y-Richtung aufweisen. Allerdings sind die Werte des ESI-Matchers wesentlich gleichmäßiger verteilt, während der IPP-Matcher Häufigkeitsmaxima bei ausgewählten Verschiebungen aufweist. Die verwendeten REM-Bilder sind 8-Bit Graustufenbilder sind, d. h. es gibt 256 Graustufen. Damit ergibt sich eine theoretische Subpixelgenauigkeit von $1/256 = 0,004$ beim Matchen. Diese kann noch etwas verbessert werden, wenn mehrere Pixel betrachtet werden.

In einem weiteren Test zur Genauigkeit des Matchings wurden aus ein und demselben Bild an zwei unterschiedlichen Positionen Teilbereiche ausgeschnitten und diese gematched. Der Unterschied in x- und y-Richtung beträgt jeweils 20 px. In diesem Fall fand der IPP-Matcher 1193 Punkte, der ESI-Matcher 3330. Das Histogramm ist in Abb. 4.4 dargestellt. Die Streuung der Verschiebungsvektoren ist im Vergleich zum vorigen Versuch bei beiden Algorithmen deutlich geringer. Das ist darauf zurückzuführen, dass selbst zwei an derselben Stelle aufgenommene REM-Bilder niemals identisch sein können, da nie dieselbe Anzahl an Elektronen an einem Punkt des Detektors auftrifft. Somit ist das Rauschen etwas unterschiedlich und die örtliche Verteilung der Grauwerte variiert leicht. An der globalen Grauwertverteilung ändert sich nichts. Werden jedoch aus einem Bild zwei Bereiche ausgeschnitten, ist das Rauschen exakt gleich und somit auch die örtliche Grauwertverteilung. Die Matcher sollten daher das Verschiebungsfeld exakt wiedergeben. Dass bei beiden Tests der IPP-Matcher schmalere Häufigkeitsverteilungen liefert als der ESI-Matcher, liegt daran, dass sehr kleine Verschiebungen vorliegen und dass eine hierarchisch

aufgebaute Struktur gewählt wurde. Für die Genauigkeit des ESI-Matchers ist das weder von Vor- noch von Nachteil. Der IPP-Matcher jedoch ist genau für derartige Muster konzipiert. Generell ist zu erkennen, dass bei einer reinen Verschiebung Subpixelgenauigkeiten erreichbar sind. Es stellte sich außerdem heraus, dass sich der IPP-Matcher besonders für sehr kleine Verformungen eignet. Ein wesentlicher Nachteil des IPP-Matchers besteht darin, dass er quasi von klein nach groß arbeitet. Wenn er also bei einem Vergrößerungsschritt des Suchfensters einen Punkt nicht mehr findet, fehlt er auch in allen weiteren Matchingschritten. Deshalb liefert der IPP-Matcher bei gleichmäßigen Strukturen – es besteht Verwechslungsgefahr zwischen den einzelnen Punkten – und bei stärkeren Kontrastsprüngen, die zum Beispiel durch Gleitstufen verursacht werden, im Vergleich zum ESI-Matcher sehr wenig homologe Punkte. Deshalb wurde für alle Versuchsauswertungen der ESI-Matcher verwendet.

Allgemein sei bemerkt, dass die Rechenzeit mit größer werdenden Verformungen stark ansteigt.



Bildgröße: 426 x 240 px; $\Delta x = 46$ px; $\Delta y = 22$ px; 1 px = 18,6 nm

Abb. 4.2 Aufnahmen der Struktur an zwei unterschiedlichen Positionen ohne Verformung

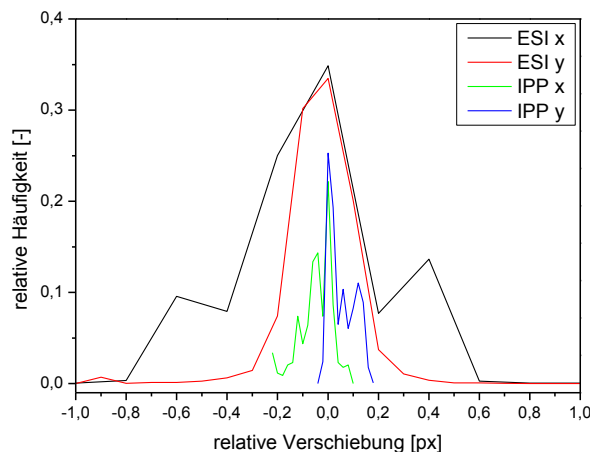


Abb. 4.3 Vergleich der Matching-Resultate von ESI- und IPP-Matcher bei zwei unterschiedlichen Ausgangsbildern.

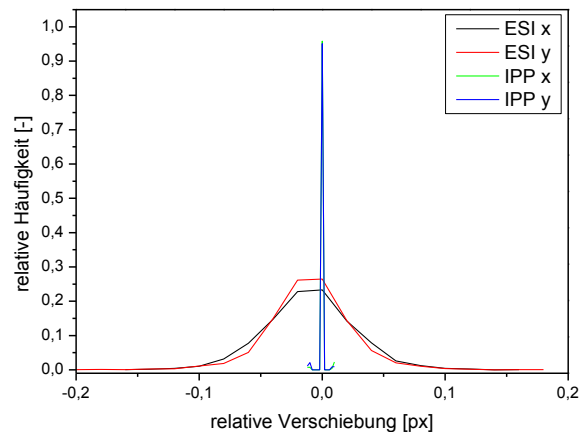


Abb. 4.4 Vergleich der Matching-Resultate von ESI- und IPP-Matcher bei einem nur verschobenen Ausgangsbild.

4.2 Zugversuch an Kupfer

Die Zugachse der Cu-Probe weist eine $\langle 001 \rangle$ -Orientierung auf, weshalb Gleitstufen entlang der verschiedenen $\langle 111 \rangle$ -Ebenen zu erwarten sind, da der Schmid-Faktor für acht Gleitsysteme denselben Wert ($m = 0,41$) annimmt. In Abb. 4.5 ist das Spannungs-Dehnungs-Diagramm dargestellt. Wie schon erwähnt, wurde der Versuch in sieben Teilschritten durchgeführt. Die Form der Kurve im Bereich Cu2_1 entsteht dadurch, dass sich der Probenkopf an die Innenflächen des Greifers anpasst. Es ist fast unmöglich, die Probe und den Greifer visuell so zueinander auszurichten, dass die Kontaktflächen exakt parallel sind und denselben Abstand haben. Die Steigung der Belastungs- und Entlastungskurven ist in den weiteren Verformungsschritten parallel, was darauf hindeutet, dass Greifer und Probe gut ausgerichtet sind. Die stärkere Krümmung der Entlastungskurve im Vergleich zu der bei der Belastung rührt von den Versetzungen her. Wenn keine Kraft mehr auf die Probe wirkt, versuchen die Versetzungslinien ihre Krümmung zu reduzieren. Dadurch wird die Linienenergie herabgesetzt und ein energetisch günstigerer Zustand wird erreicht. In den Bereichen Cu2_2 bis Cu2_4 ist die Verfestigung des Einkristalls zu erkennen. In der Mitte des Bereichs Cu2_5 entsteht die Gleitstufe, die in Abb. 4.7 schön sichtbar ist. Dadurch fällt die Kraft und somit die Spannung deutlich ab. Des Weiteren ist zu beobachten, dass die Probe mit zunehmender Dehnung geometrisch entfestigt. Die berechneten Spannungswerte weichen allerdings von den tatsächlichen deutlich ab, da sich die Berechnung immer auf den Ausgangsquerschnitt, der deutlich größer ist als die Querschnittsfläche nach der Abgleitung, bezieht (es handelt sich um ein technisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm). In Abb. 4.6 ist ein Detail dieses Abschnitts dargestellt. In Punkt 1 entsteht die Gleitstufe und somit fällt die Spannung ab. Da die Abgleitung schneller als die Reaktionszeit des Zugmoduls ist, entsteht im Diagramm zwischen Punkt 1 und 2 eine Gerade. In Punkt 2 beginnt die Entlastung. Der Grund für den erneuten Spannungsanstieg zwischen Punkt 3 und 4 ist nicht geklärt. Es dürfte sich um einen Regelfehler des Zugmoduls handeln, der aber keinen Einfluss auf den Zugversuch hat. Wie schon erwähnt, sind die berechneten Spannungswerte in den Bereichen Cu2_6 und Cu2_7 aufgrund des veränderten Querschnitts zahlenmäßig nicht korrekt. Das niedrigere Spannungsniveau in Bereich Cu2_6 entsteht dadurch, dass die Verformung auf der eben entstandenen Gleitstufe konzentriert wird und dass es sich um ein technisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm handelt.

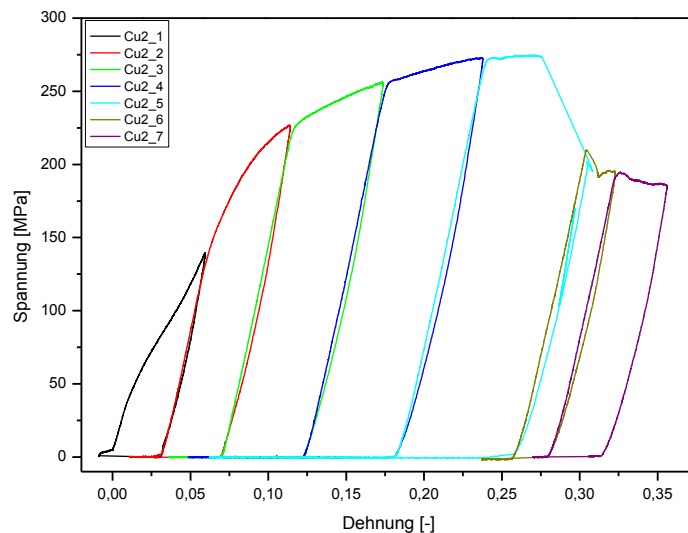


Abb. 4.5 Spannungs-Dehnungs-Diagramm einer Cu-Probe mit $\langle 001 \rangle$ -Orientierung der Zugachse. Der Versuch wurde in sieben Einzelversuche unterteilt. In Bereich Cu2_5 ist die Entstehung einer großen Gleitstufe zu sehen (vgl. Abb. 4.7).

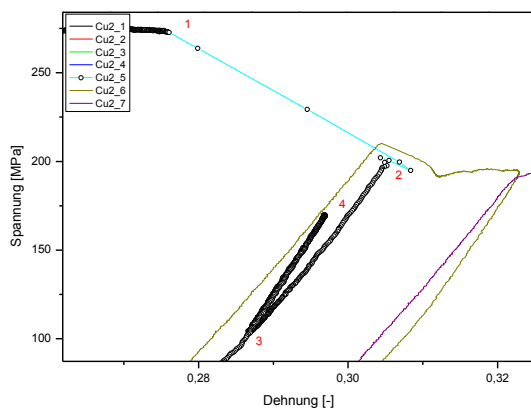


Abb. 4.6 Detail aus der Entstehung der Gleitstufe aus Abb. 4.5

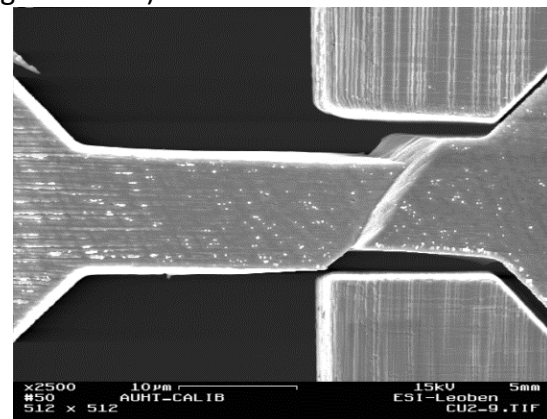


Abb. 4.7 Aufnahme der Zugprobe mit Gleitstufe nach der letzten Belastung.

In Abb. 4.8 sind die Dehnungskarten von ESI- und IPP-Matcher einander gegenübergestellt. Alle in dieser Arbeit besprochenen Dehnungskarten wurden mit einer am Institut geschriebenen MATLAB-Routine erstellt, in der der Glättungsfaktor und die Gittergröße einstellbar sind. Die Berechnungen wurden vor dem Auftreten der großen Gleitstufe in Bereich Cu2_5 durchgeführt, da diese große Kontrast- und Verformungssprünge verursacht. Mit starken Kontraständerungen und großen Verformungen können beide Algorithmen nicht umgehen. Dafür kann mit Hilfe der Berechnungen die Entwicklung dieser Gleitstufen gut verfolgt werden. Da die Struktur auf der Probe Cu2 eher gleichmäßig ist, liefert der ESI-Matcher aufgrund seiner Funktionsweise, er sucht die beiden Bilder Schritt für Schritt nach Übereinstimmungen ab, die detaillierteren Ergebnisse. Dieser Trend ist in Abb. 4.8 deutlich erkennbar. In der linken Spalte (ESI-Matcher) ist schon im obersten Bild ersichtlich, dass sich Gleitstufen entlang der $\langle 111 \rangle$ -Ebenen in unterschiedliche Richtungen bilden. In der rechten Spalte (IPP-Matcher) ist zu erkennen, dass sich die Probe im linken Bereich des Bildes stärker verformt als im rechten, und die ungefähre Richtung der späteren massiven Gleitstufen kann

identifiziert werden. Im Bereich Cu2_4 sind beim ESI-Matcher die Gleitstufen nach links dunkelrot zu erkennen, die Dehnungskarte des IPP-Matchers zeigt jedoch nur einen Bereich stärkerer Verformung an. In diesem Fall sind die Resultate des ESI-Matchers deutlich besser. Die Gleitstufen, die in den Dehnungskarten bereits erkennbar sind, können mit freiem Auge auf den REM-Bildern nicht erkannt werden. Sie entsprechen laut EBSD-Messungen den Spuren von $\langle 111 \rangle$ -Ebenen auf der Oberfläche.

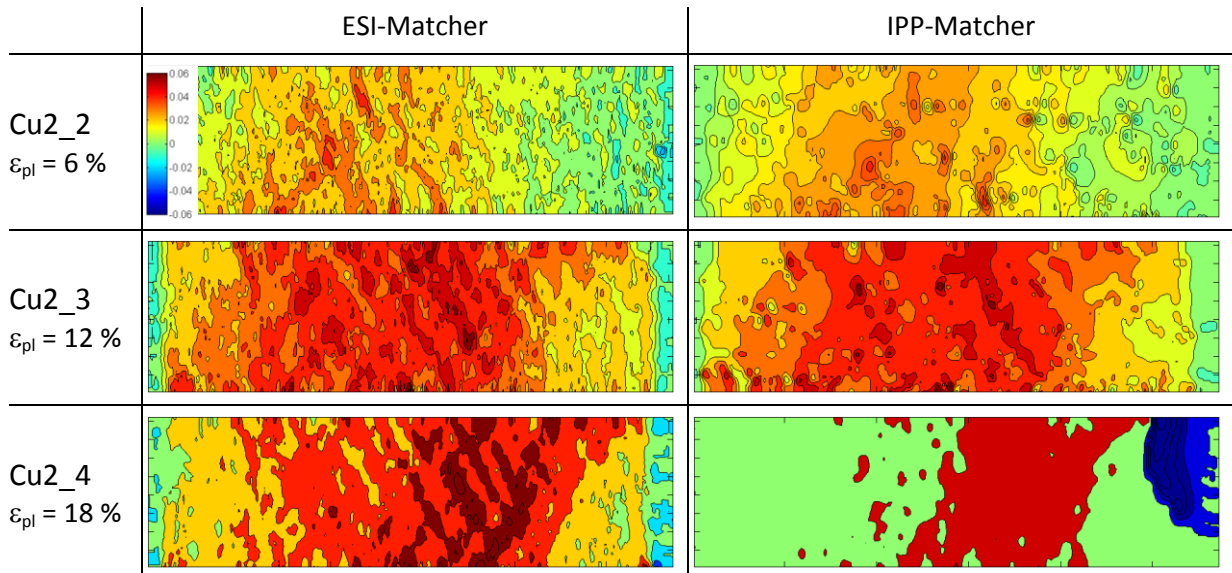


Abb. 4.8 Dehnungskarten von drei verschiedenen Verformungsstadien. Die Bilder korrespondieren mit den Bereichen aus Abb. 4.5. linke Spalte: ESI-Matcher; rechte Spalte: IPP-Matcher. Die Farbskala ist für alle Bilder gleich. Beide Matcher zeigen denselben Trend, jedoch sind die Dehnungskarten, die aus den Berechnungen des ESI-Matchers erstellt werden, wesentlich detaillierter.

4.3 Zugversuche an Gold

Es wurden fünf Zugversuche an Goldproben durchgeführt. In Tabelle 4.1 ist eine Probenübersicht dargestellt. Die Proben, die jeweils aus einer Lamelle herausgearbeitet wurden, weisen aufgrund der Präparation die exakt gleiche Orientierung auf. Lamelle 1 und Lamelle 2 wurden aus demselben Einkristallscheibchen herausgearbeitet, welches vor der Messung der Kristallorientierung im Schraubstock *leicht vorverformt* wurde. Daher weisen diese beiden Lamellen eine höhere Anfangsversetzungsdichte als Lamelle 3 auf.

Tabelle 4.1 Übersicht über die gewählten Orientierungen und Auswertemethoden

	Probenname	Orientierung der Zugachse	Auswertemethode
<i>Lamelle 1</i>	Au1	$\langle 123 \rangle$	Matching
	Au4	$\langle 123 \rangle$	AFM
<i>Lamelle 2</i>	Au2	$\langle 001 \rangle$	Matching
	Au3	$\langle 001 \rangle$	AFM
<i>Lamelle 3</i>	Au5	$\langle 001 \rangle$	Matching

4.3.1 <123>-Orientierung mit Matching

Die Zugachse der Goldprobe Au1 weist eine <123>-Orientierung der Zugachse auf. Da es sich um eine Single-slip-Orientierung handelt, sind nur Gleitstufen entlang einer <111>-Ebene zu erwarten, da nur für diese der Schmid-Faktor maximal wird ($m = 0,47$). In Abb. 4.9 ist das zugehörige Spannungs-Dehnungs-Diagramm dargestellt, eine Aufnahme der Probe nach dem Versuch ist in Abb. 4.10 dargestellt. Dieser Versuch wurde in sechs Teilschritten durchgeführt. Mehr Verformungsschritte waren aufgrund der stark ausgebildeten Gleitstufen nicht sinnvoll. Im Bereich Au1_1 und am Beginn von Bereich Au1_2 verfestigt die Probe und es entstehen keine sichtbaren Gleitstufen. Die Belastungs- und Entlastungskurven sind parallel. Daher kann davon ausgegangen werden, dass Greifer und Zugprobe gut zueinander ausgerichtet sind. Die Spannungsspitze bei ca. 3 % plastischer Dehnung, die von einem Spannungsabfall gefolgt ist, entspricht der Bildung der ersten großen Gleitstufe. Mit Hilfe einer EBSD-Messung konnte bestätigt werden, dass es sich tatsächlich um {111}-Ebenen handelt (vgl. Abb. 4.11). Am generell ruckartigen Verlauf der Kurve ist zu erkennen, dass viele Gleitstufen gebildet werden. Aufgrund des begrenzten Auflösungsvermögens des Rasterelektronenmikroskops können jedoch nicht alle Gleitstufen visuell erkannt werden. Der leichte Spannungsabfall über den gesamten Versuch ist durch die zunehmende geometrische Entfestigung der Probe erklärbar. Das maximal erreichte Spannungsniveau während des Versuchs liegt bei knapp 80 MPa. Das entspricht laut Schmid'schem Schubspannungsgesetz einer resultierenden Schubspannung τ_{RSS} in der Gleitebene von 37,6 MPa.

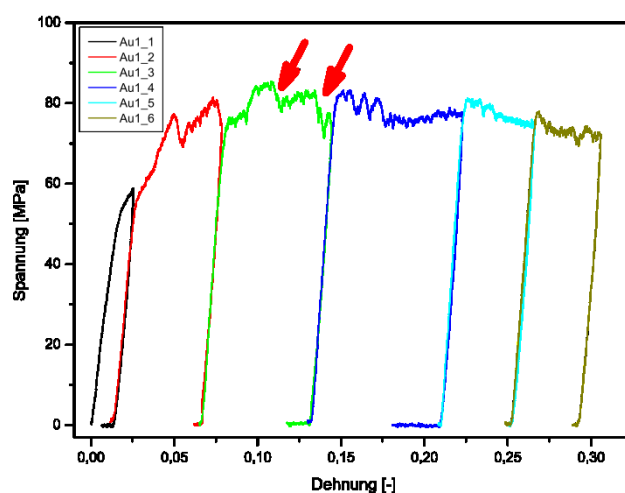


Abb. 4.9 Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Au-Probe Au1 mit einer <123>-Orientierung der Zugachse. Der Versuch wurde in sechs Einzelversuche unterteilt.

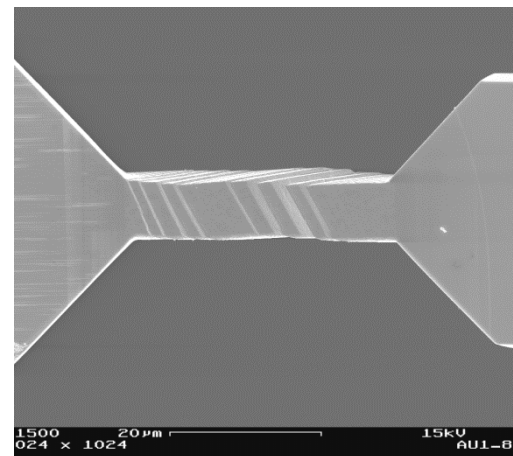


Abb. 4.10 Aufnahme der Probe Au1 nach dem Versuch.

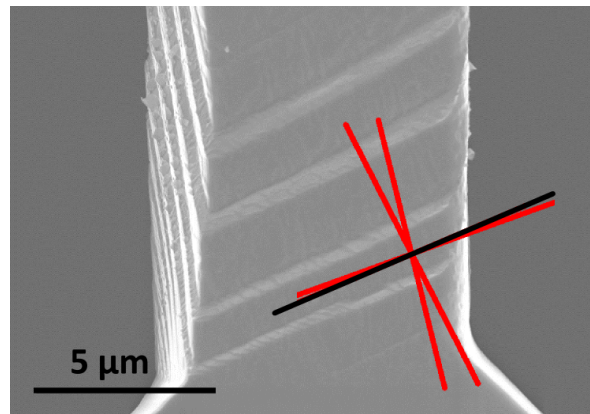


Abb. 4.11 Ausschnitt vom Fuß (in Abb. 4.10 linkes Ende der Zugprobe) der Probe Au1 mit den möglichen Spuren von $\langle 111 \rangle$ -Ebenen (rot) und der tatsächlichen Spur (schwarz).

In Abb. 4.12 und Abb. 4.13 sind die Ergebnisse einer Bildkorrelation mit dem ESI-Matcher dargestellt. Bild 3 aus Abb. 4.12 entspricht dem Beginn von Abschnitt Au1_3 (hellgrün) aus dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm in Abb. 4.9, Bild 4 dem Ende. Gematched wurde der rot umrandete Bereich aus Bild 3. In Bild 4 sind ansatzweise zwei Gleitstufen zu erkennen, die erst im nächsten Belastungsschritt am REM-Bild deutlich sichtbar werden. Bereits im Spannungs-Dehnungs-Diagramm können in Abschnitt Au1_3 zwei größere Spannungsabfälle (rote Pfeile) erkannt werden, die mit der Entstehung dieser beiden Gleitstufen korrelieren. Eben diese Gleitstufen sind in der Dehnungskarte (Abb. 4.13) durch grüne Pfeile markiert.

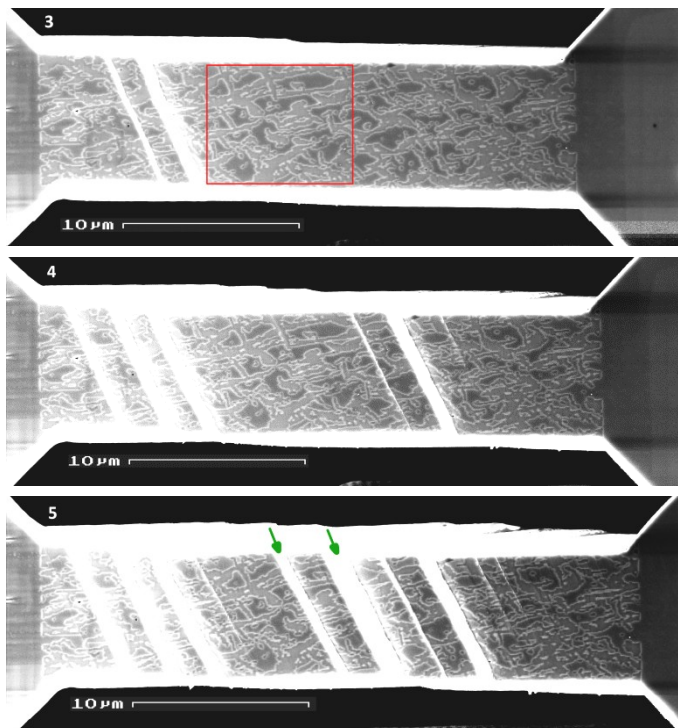


Abb. 4.12 Aufnahmen der Probe Au1 nach 6 % (3), 13 % (4) und 21 % (5) plastischer Dehnung. Die Bilder 3 und 4 wurden im rot gekennzeichneten Bereich miteinander gematched.

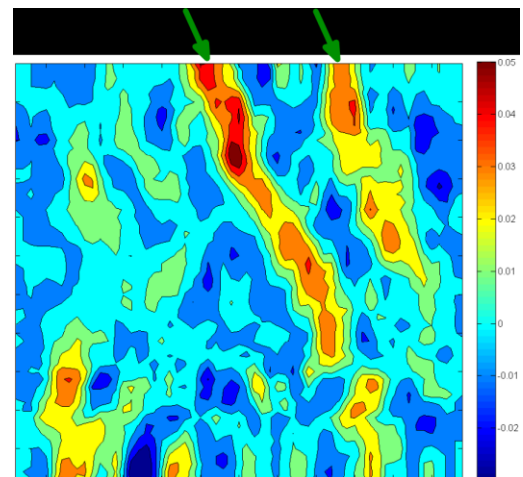


Abb. 4.13 Dehnungskarte, die auf den Matching-Ergebnissen von Bild 3 und 4 aus Abb. 4.12 basiert. Die beiden orangeroten Streifen (grüne Pfeile) korrelieren mit den Gleitstufen aus Bild 5 (Abb. 4.12), die ebenfalls durch grüne Pfeile gekennzeichnet sind. Die Bildkorrelation wurde mit dem ESI-Matcher durchgeführt.

4.3.2 <123>-Orientierung mit AFM-Messungen

Für den Zugversuch an der Goldprobe Au4 mit einer <123>-Orientierung der Zugachse wurde die Oberfläche blank poliert, um nach dem Versuch AFM-Messungen durchführen zu können. Im Spannungs-Dehnungs-Diagramm in Abb. 4.14 sind zwei starke Spannungsabfälle bzw. Dehnungssprünge zu sehen, die mit den großen Gleitstufen auf der Zugprobe in Abb. 4.15 korrelieren. Dass die beiden Dehnungssprünge gerade Linien sind, liegt an einem Regelfehler. Die Reaktionszeit des Piezos auf den Spannungsabfall ist größer als die Datenaufzeichnung. Dadurch kann der Piezo die plötzliche Verlängerung der Probe (Strainburst) nicht rechtzeitig abfangen und es ergibt sich eine Mischung aus kraft- und dehnungskontrolliertem Versuch. Es entsteht eine gerade Linie im Diagramm.

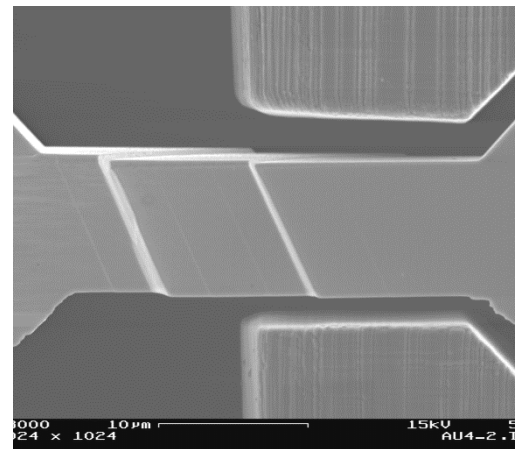
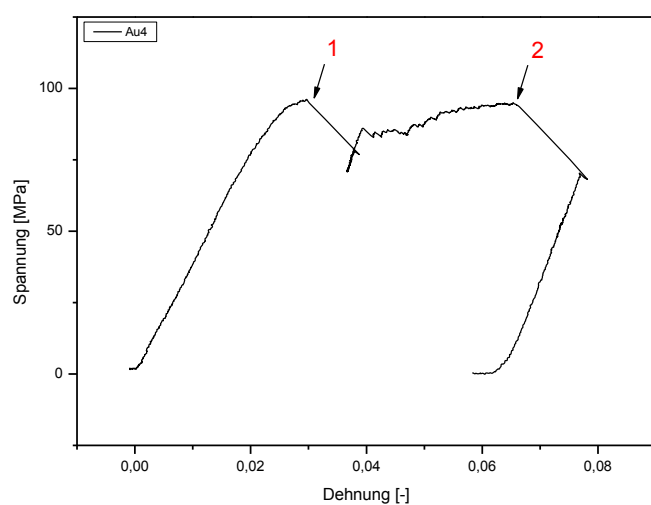


Abb. 4.14 Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Au-Probe Au4 mit einer <123>-Orientierung der Zugachse.

Abb. 4.15 Aufnahme der Probe Au4 nach dem Zugversuch.

Abb. 4.16 zeigt eine exemplarische AFM-Messung der Probe Au4. Da die Software des Rasterkraftmikroskops nur quadratische Scans durchführen kann, mussten pro Probe mehrere Messungen gemacht werden. Die senkrechte Linie rechts neben der 5 µm-Markierung ist ein Messartefakt und hat keine Bedeutung. Die Linienprofile zweier Gleitstufen sind in Abb. 4.17 abgebildet. Diese Messung wurde am rechten Ende der Prüflänge durchgeführt. Die Gleitstufe 1 weist eine Höhe von 5 nm auf, Gleitstufe 2 eine Höhe von 18 nm. Zum Vergleich: die beiden im REM-Bild (Abb. 4.15) sichtbaren Gleitstufen haben eine Höhe von 350 nm bzw. 600 nm. Das heißt, neben den im REM sichtbaren großen Gleitstufen treten auch noch sehr viele feine Gleitstufen auf, welche nur im AFM sichtbar sind.

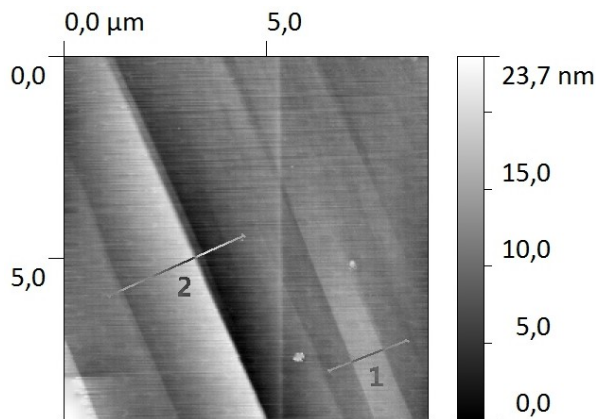


Abb. 4.16 AFM-Messung der Probe Au4

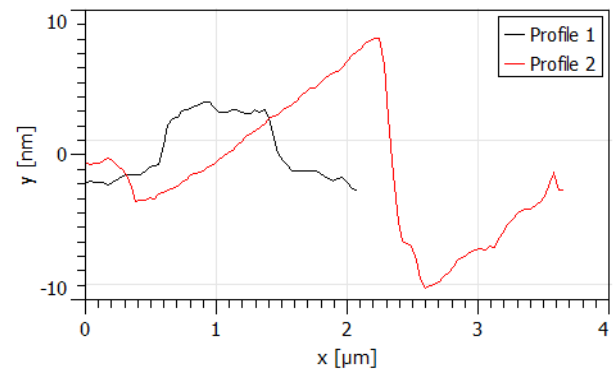


Abb. 4.17 Höhenprofil der zwei Gleitstufen aus Abb. 4.16

4.3.3 <001>-Orientierung mit Matching

Die Zugachse der Goldprobe Au2 weist eine <001>-Orientierung auf. In Abb. 4.18 ist das zugehörige Spannungs-Dehnungs-Diagramm dargestellt, eine Aufnahme der Probe nach dem Versuch ist in Abb. 4.19 zu sehen. Dieser Versuch wurde in fünf Teilschritten durchgeführt. Die Form der Kurve in Bereich Au2_1 ist dadurch bestimmt, dass sich Greifer und Probe zueinander ausrichten. Beim drastischen Spannungsabfall bei ca. 6 % plastischer Dehnung ist die erste sichtbare Gleitstufe entstanden. An diesem Punkt wurde der Versuch pausiert, um ein hochaufgelöstes Bild aufzunehmen. Dabei relaxiert der Messaufbau, weshalb ein stärkerer Spannungsabfall gemessen wird, als eigentlich durch die Bildung der Gleitstufe verursacht wurde (Pfeil in Abb. 4.18). Die Spannungsspitzen und -abfälle in den weiteren Verformungsschritten werden durch die Entstehung weiterer Gleitstufen verursacht. Bei ca. 27 % plastischer Dehnung (Bereich Au2_5) entsteht eine Gleitstufe quer zu den bisher sichtbaren Gleitstufen (siehe Abb. 4.19). Anschließend liegt das Spannungsniveau wesentlich tiefer. Das maximale Spannungsniveau während des Versuchs liegt bei ca. 100 MPa, was laut dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz (mit $m = 0,41$) einer resultierenden Spannung im Gleitsystem von 41 MPa entspricht. Anhand von EBSD-Messungen konnte wiederum verifiziert werden, dass die Gleitstufen tatsächlich entlang der $\{111\}$ -Ebenen gebildet wurden.

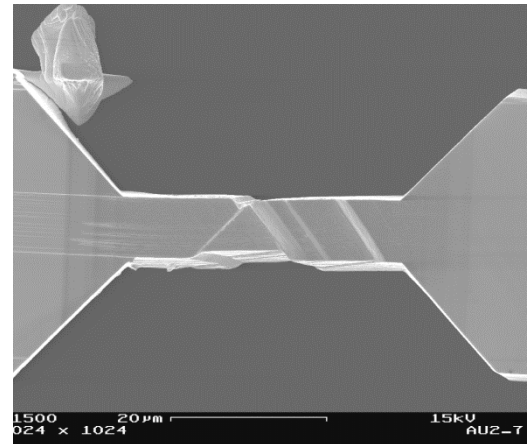
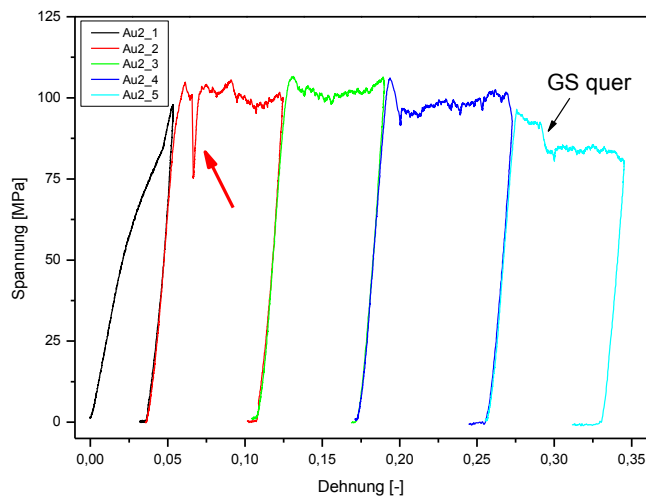


Abb. 4.18 Spannungs-Dehnungs-Diagramm einer Au-Probe mit einer $\langle 001 \rangle$ -Orientierung der Zugachse. Der Versuche wurde in fünf Einzelversuche unterteilt.

Abb. 4.19 Aufnahme der Probe Au2 nach dem Versuch.

In Abb. 4.20 und Abb. 4.21 sind die Ergebnisse einer Bildkorrelation mit dem ESI-Matcher dargestellt. Bild 4 aus Abb. 4.20 entspricht dem Beginn von Abschnitt Au2_4 (dunkelblau) aus Abb. 4.18, Bild 5 dem Ende. Gematched wurde der rot umrandete Bereich aus Bild 4. In der Dehnungskarte in Abb. 4.21 sind vier Gleitstufen (dunkelrot) dargestellt. Diese sind allerdings so fein, dass sie am REM-Bild nicht sichtbar sind. Weiters sind die ersten Ansätze der Gleitstufe im zweiten Gleitsystem zu erkennen, die im nächsten Belastungsschritt auftritt. Diese ist sowohl in der Dehnungskarte als auch in Bild 5 (Abb. 4.20) mit einem grünen Pfeil gekennzeichnet. Dieses Ergebnis zeigt sehr schön das Potential der lokalen Verformungsanalyse, wo Verformungsvorgänge analysiert werden können, die visuell im REM nicht erkennbar sind.

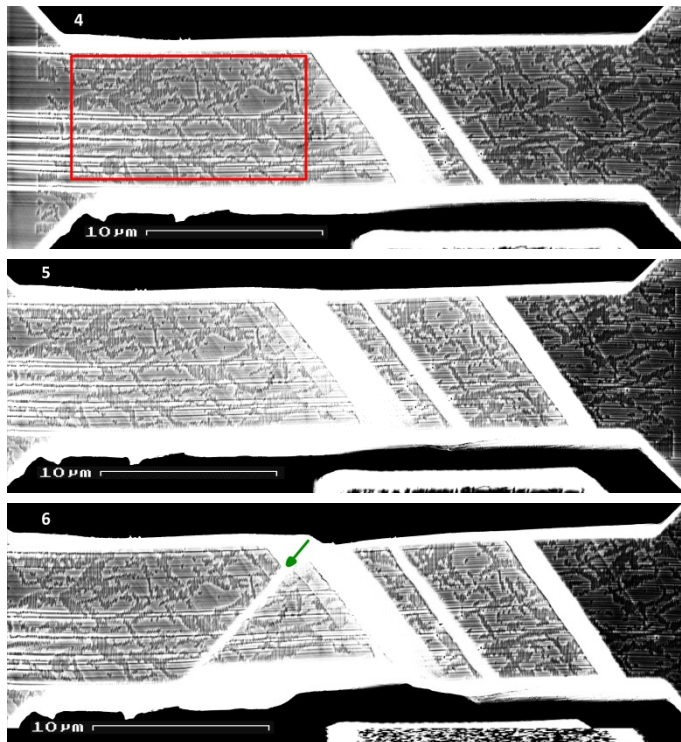


Abb. 4.20 Aufnahmen der Probe Au2 nach 17 % (4), 25 % (5) und 33 % (6) plastischer Dehnung. Die Bilder 4 und 5 wurden im rot gekennzeichneten Bereich miteinander gematched.

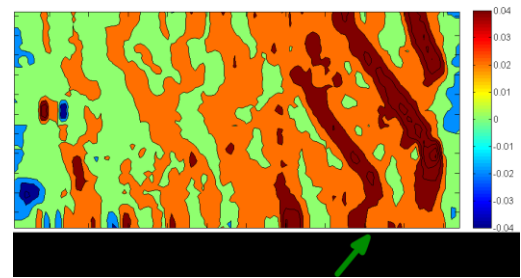


Abb. 4.21 Dehnungskarte, die auf den Matching-Ergebnissen von Bild 4 und 5 aus Abb. 4.20 basiert. Die dunkelrot dargestellten Gleitstufen sind im Bild 6 (Abb. 4.20) noch nicht erkennbar. Erste Anzeichen der Gleitstufe, die im Bild 6 grün gekennzeichnet ist, sind bereits in der Dehnungskarte erkennbar (grüner Pfeil). Die Bildkorrelation wurde mit dem ESI-Matcher durchgeführt.

4.3.4 <001>-Orientierung mit AFM-Messungen

Für den Zugversuch an der Goldprobe Au3 mit einer <001>-Orientierung der Zugachse wurde die Oberfläche ebenfalls für die nachfolgenden AFM-Messungen blank poliert. An der Form der Kurve im Spannungs-Dehnungs-Diagramm in Abb. 4.22 ist zu sehen, dass Greifer und Probe schlecht zueinander ausgerichtet waren. Erstens ist die Belastungskurve keine gerade Linie und zweitens sind die Belastungs- und die Entlastungskurve nicht parallel zueinander. Aufgrund der schlechten Einspannung ist die erste Gleitstufe am Beginn des Probenkopfes entstanden und nicht wie beabsichtigt ungefähr in der Mitte der Prüflänge.

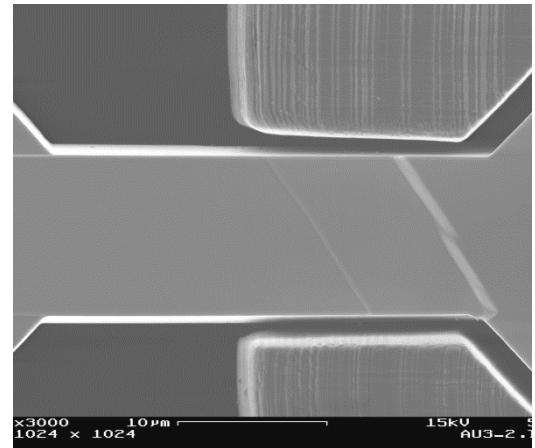
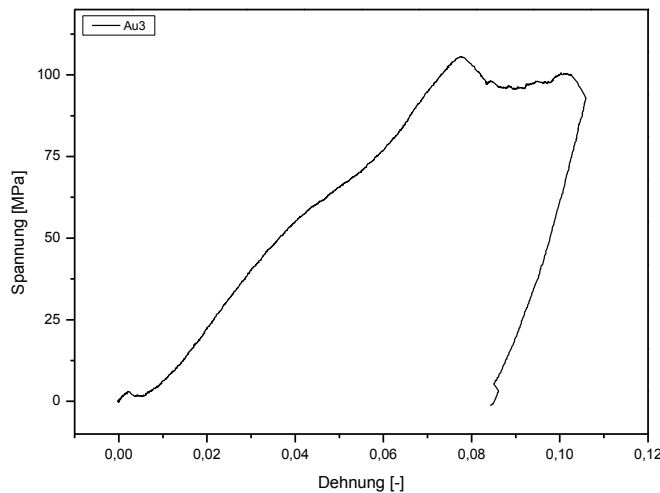


Abb. 4.22 Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Au-Probe Au3 mit einer $\langle 001 \rangle$ -Orientierung der Zugachse

Abb. 4.23 Aufnahme der Probe Au3 nach dem Zugversuch.

Abb. 4.24 zeigt eine exemplarische AFM-Messung der Probe Au4. Die Linienprofile zweier Gleitstufen sind in Abb. 4.25 dargestellt. Diese Messung wurde in der Mitte der Prüflänge durchgeführt. Die Gleitstufe 1 weist eine Höhe von 13 nm auf, Gleitstufe 2 eine Höhe von 5 nm.

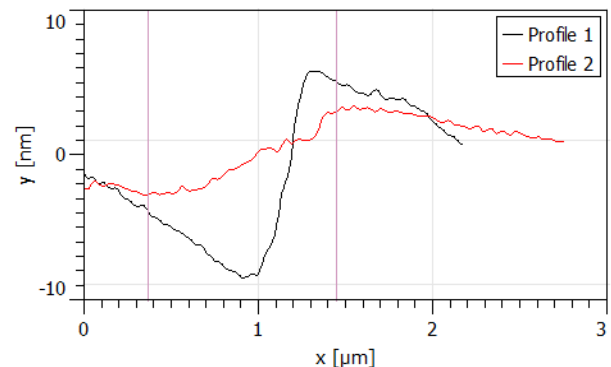
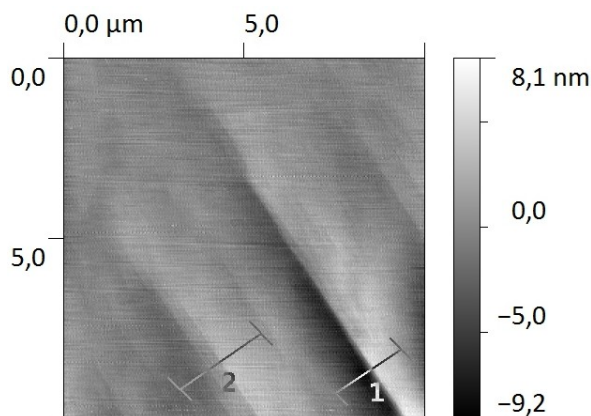


Abb. 4.24 AFM-Messung der Probe Au3

Abb. 4.25 Höhenprofil der zwei Gleitstufen aus Abb. 4.24

4.3.5 $\langle 001 \rangle$ -Orientierung mit Matching

Die Zugachse der Goldprobe Au5 weist eine $\langle 001 \rangle$ -Orientierung der Zugachse auf und ist die einzige Probe, deren Ausgangsmaterial nicht vorverformt war. Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm des Zugversuchs ist in Abb. 4.26 dargestellt, in Abb. 4.27 ist eine REM-Aufnahme der Zugprobe nach dem Versuch zu sehen. Das Experiment wurde in fünf Teilschritten durchgeführt. Aufgrund der annähernden Parallelität der Belastungs- und Entlastungskurve kann davon ausgegangen werden, dass Greifer und Zugprobe gut zueinander ausgerichtet waren. Das maximale Spannungsniveau liegt bei ca. 45 MPa. Die erste erkennbare Gleitstufe tritt bei 2 % plastischer Dehnung auf. Trotz einer $\langle 001 \rangle$ -Orientierung (multi-slip) der

Zugachse treten keine sichtbaren Gleitstufen in einem weiteren Gleitsystem auf. Im Spannungs-Dehnungs-Diagramm ist ebenfalls kein nennenswerter bleibender Spannungsabfall – wegen der vielen kleinen Gleitstufen vermindert sich der Querschnitt fast nicht – zu sehen, der auf die Bildung einer derartigen Gleitstufe hinweisen würde.

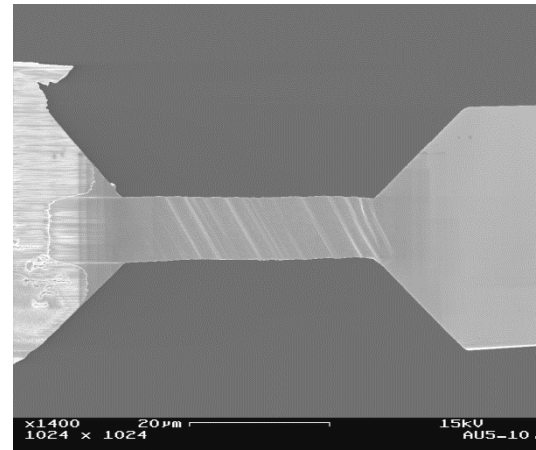
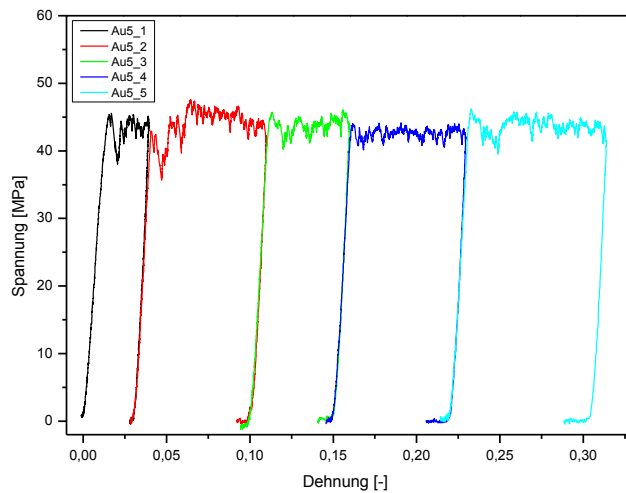


Abb. 4.26 Spannungs-Dehnungs-Diagramm einer Goldprobe mit einer $\langle 001 \rangle$ -Orientierung der Zugachse. Der Versuch wurde in fünf Einzelversuche unterteilt.

Abb. 4.27 Aufnahme der Probe Au5 nach dem Versuch.

In Abb. 4.28 und Abb. 4.29 sind die Ergebnisse einer Bildkorrelation mit dem IPP-Matcher dargestellt, da mit dem ESI-Matcher keine Dehnungskarten berechnet werden konnten. Bild 1 aus Abb. 4.28 entspricht dem Zustand der Probe vor dem Zugversuch bei 0 % plastischer Dehnung. Bild 2 wurde nach dem ersten Verformungsschritt bei ca. 3 % plastischer Dehnung aufgenommen. Gematched wurde der rot umrandete Bereich aus Bild 1. In der Dehnungskarte in Abb. 4.29 sind zwei Gleitstufen (orange) zu sehen. Diese sind sowohl in Bild 3 als auch in der Dehnungskarte durch grüne Pfeile gekennzeichnet. Generell ist die Qualität dieser Dehnungskarte nicht besonders gut. Dies sieht man auch im linken Bereich von Abb. 4.29, wo große negative Dehnungen (dunkelblau) auftreten, die etwas fragwürdig sind.

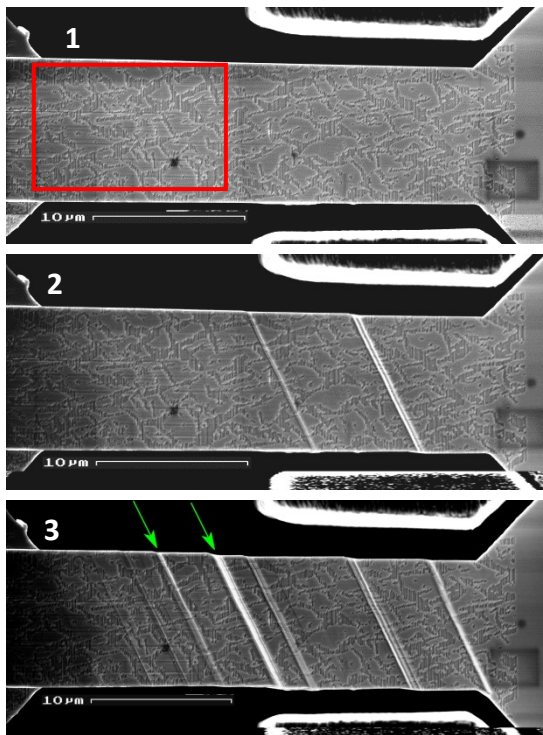


Abb. 4.28 Aufnahmen der Probe Au5 nach 0 % (1), 3 % (2) und 10 % (3) plastischer Dehnung. Die Bilder 1 und 2 wurden im rot gekennzeichneten Bereich miteinander gematched.

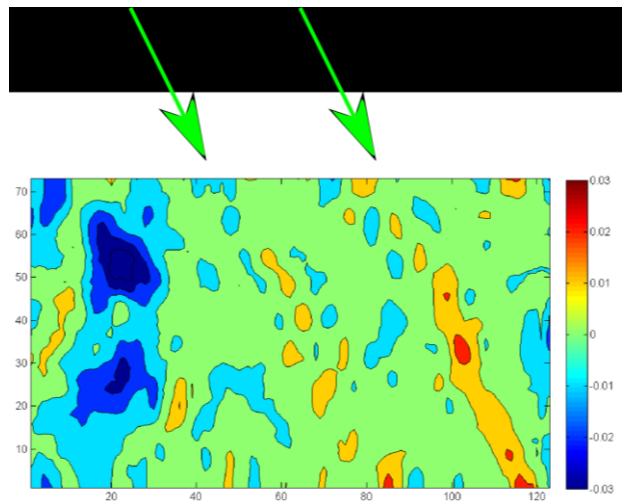


Abb. 4.29 Dehnungskarte, die auf den Matching-Ergebnissen von Bild 1 und 2 aus Abb. 4.28 basiert. Die orange dargestellten Gleitstufen sind im Bild 2 (Abb. 4.28) noch nicht erkennbar, in Bild 3 jedoch sind sie auch im REM-Bild gut zu sehen (grüne Pfeile). Die Bildkorrelation wurde mit dem IPP-Matcher durchgeführt.

5 Diskussion

5.1 Diskussion der Strukturierungsergebnisse

Zu allererst stand die Frage im Raum, ob es möglich ist, einkristalline Mikrozugproben so zu strukturieren, dass ein Matching-Algorithmus genügend Information für eine sinnvolle Bildkorrelation bekommt. Die Herausforderung besteht darin, dass die Oberfläche des Einkristalls nach der Präparation der Zugprobe blank poliert ist. Der Matching-Algorithmus benötigt jedoch ein Muster, um die verschiedenen Aufnahmen aufgrund ihrer Grauwertverteilungen miteinander korrelieren zu können. Aus diesem Grund muss die Oberfläche nach der Präparation strukturiert werden. Wie schon im Kapitel 4.1 vorweggenommen, wurde die Oberfläche mit Hilfe der Funktion „Feature Milling“ im Rasterionemikroskop strukturiert. Da bei dieser Methode der Ionenstrahl senkrecht auf die Probenoberfläche trifft, könnte das Material eine nicht unwesentliche FIB-Schädigung aufweisen. In Bezug auf Kupfer konnte in der Literatur jedoch gezeigt werden, dass die maximale Eindringtiefe von Gallium bei ca. 50 nm liegt [24]. Bei einer Probendicke von 10 μm entspricht das lediglich 0,5 % und kann somit vernachlässigt werden.

Die Auswertung der Strukturierungsversuche (Kapitel 4.1) hat ergeben, dass sich mit der gewählten Struktur bei einer reinen Verschiebung der Probe Subpixelgenauigkeiten in den berechneten Verschiebungsdaten erreichen lassen. Die Halbwertsbreite der Häufigkeitsverteilung beträgt beim IPP-Matcher ca. 0,12 px und beim ESI-Matcher ca. 0,3 px, wobei ein Pixel eine Seitenlänge von ungefähr 20 nm aufweist. In Abb. 5.1 ist die Übereinstimmung der berechneten Daten (schwarz) mit einer Normalverteilung dargestellt. Als Beispiel wurden hier die y-Verschiebungen, die der ESI-Matcher bei zwei unterschiedlichen Ausgangsbildern findet, ausgewählt (vgl. Abb. 4.3). Somit eignet sich diese Struktur zur Darstellung der zu erwartenden Verformungsmuster bei Verformungen ab einigen Prozent. Für die Analyse der ersten auftretenden Gleitstufen ist die Qualität der Ergebnisse zu gering. Um auch die allerersten Gleitstufen mit einem Matching-Algorithmus erfassen zu können, müsste einerseits die Struktur optimiert werden und andererseits die Scanrate der REM-Bilder noch weiter verringert werden, da dadurch die Struktur schärfer abgebildet werden kann und somit Verwechslungen beim Vergleich der Bilder minimiert werden. In Bezug auf die Optimierung der Struktur ist sowohl eine Verbesserung der „Features“ als auch eine Verbesserung des Strukturierungsprozesses (Variation der Verweildauer und der Ionenstromstärke) notwendig. Grundsätzlich konnte gezeigt werden, dass das Verformungsmatching zusätzliche Informationen liefern kann, welche aus den REM-Bildern nicht direkt ersichtlich sind.

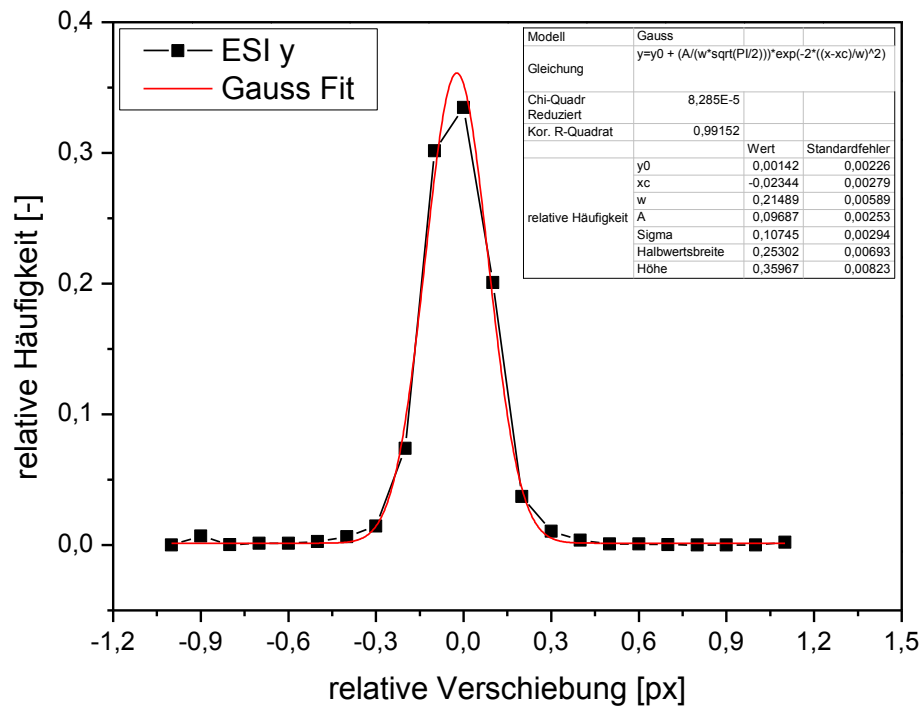


Abb. 5.1 Zur Bestimmung der Halbwertsbreite wurde die Kurve mit einem Gauss-Fit angenähert. Hier sind die Verschiebungsdaten in y-Richtung dargestellt, die mit dem ESI-Matcher berechnet wurden.

5.2 Verformungsanalyse

Die Grundidee hinter allen Versuchen zur Darstellung und Quantifizierung der lokalen Verformungen besteht darin, die Ergebnisse aller Auswertemethoden miteinander zu korrelieren, um die materialphysikalischen Prozesse besser verstehen zu können. Zur Analyse des lokalen Verformungsverhaltens anhand der gemessenen Daten gibt es verschiedene Möglichkeiten.

1) In den Spannungs-Dehnungs-Diagrammen sind, wie schon erwähnt, Spannungsabfälle (Load-drops) und Dehnungssprünge (Strain-bursts) zu sehen. Load-drops treten auf, wenn der Versuch wegkontrolliert durchgeführt wird, bei kraftkontrollierten Versuchen treten Strain-bursts auf. Diese Events korrelieren mit der Entstehung von Gleitstufen. Die auf den REM-Bildern sichtbaren Gleitstufen können den Load-drops und Strain-bursts in den Spannungs-Dehnungs-Kurven zugeordnet werden (Abb. 5.2). Daran ist zu erkennen, ob ein Gleitsystem öfter als ein Mal aktiviert wird und inwieweit die Abscherung mit der Höhe der Events in der Spannungs-Dehnungs-Kurve übereinstimmt. Es können also Aussagen über die Gleitstufenaktivität getroffen werden.

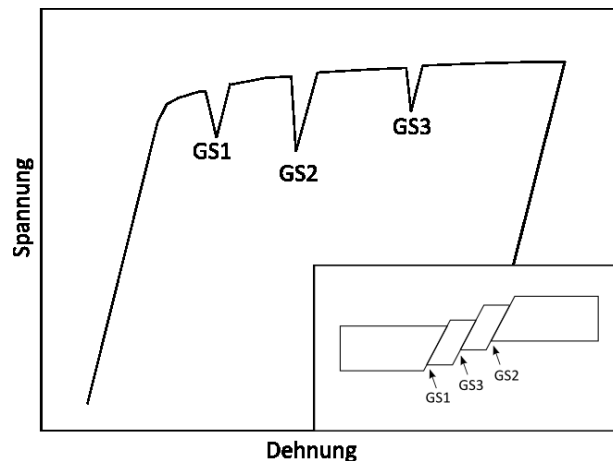


Abb. 5.2 Vergleich der Load-drops in der Spannungs-Dehnungs-Kurve mit der Höhe der entstandenen Gleitstufen auf der Probenoberfläche.

2) Aus den Dehnungskarten kann sowohl die Höhe der lokalen Dehnung herausgelesen werden als auch der Abstand der Gleitstufen voneinander. Der Abstand der Gleitstufen ist auch in den REM-Bildern ersichtlich und kann mit den Werten aus den Dehnungskarten verglichen werden. Daraus lassen sich Schlüsse über den Ausgangszustand der Probe bezüglich der Vorverformung – also der Höhe der Anfangsversetzungsdichte – ziehen.

3) Um sehr detaillierte Aussagen über den Verformungsprozess, die Aktivität der Gleitstufen, den Ausgangszustand der Probe und vieles mehr machen zu können, ist es notwendig, Analysen mit weit höherer Auflösung durchzuführen. Hierfür bietet sich das Rasterkraftmikroskop hervorragend an, da bei entsprechender Qualität und Kalibrierung des Messsystems sogar eine atomare Auflösung erreicht werden kann. Die Höhe der entstandenen Gleitstufen und deren Abstand voneinander können mit wesentlich höherer Präzision bestimmt werden, als dies anhand von Spannungs-Dehnungs-Diagrammen, REM-Bildern oder Dehnungskarten möglich ist. Stimmen die Daten der AFM-Messungen mit den Ergebnissen der anderen Untersuchungen gut überein, kann in Zukunft auf diese Methoden verzichtet werden, da die Auswertung von AFM-Messungen wesentlich schneller und einfacher ist. Grundsätzlich kann mit der Kombination dieser drei Methoden (Spannungs-Dehnungs-Kurven in Kombination mit einer Gleitstufenanalyse im REM, lokale Verformungsanalyse und AFM) das Verformungsverhalten und dessen Statistik von Mikroproben sehr genau und auf allen Ebenen beschrieben werden. Damit wird ein tieferer Einblick in die physikalischen Prozesse gewährt sowie deren Abhängigkeit von den Anfangsbedingungen (z.B. Anfangsversetzungsdichte) abgebildet.

Im Folgenden werden die Resultate der Korrelation von Spannungs-Dehnungs-Diagrammen und REM-Bildern sowie die Dehnungskarten diskutiert.

In Tabelle 5.1 sind die auftretenden Gleitstufen der Proben Cu2, Au1 und Au2 aufgelistet. Die Daten wurden anhand eines Vergleichs der Spannungs-Dehnungs-Diagramme mit den

jeweiligen REM-Bildern erstellt. Als Beispiel ist in Abb. 5.3 das Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Probe Au1 dargestellt. Bei dieser Auswertung ging es darum herauszufinden, ob die Verformung auf einer Gleitstufe nur nach der ersten Aktivierung stattfindet, oder ob sie bei weiterer Verformung wieder aktiviert wird. Es stellte sich heraus, dass eine Reaktivierung einer Gleitstufe bei höheren Dehnungen wahrscheinlicher ist, als dass eine neue gebildet wird. Auf der Probe Au5 sind sehr viele Gleitstufen zu sehen, aber die Load-drops in der Spannungs-Dehnungs-Kurve sind so niedrig, dass eine Zuordnung nicht möglich ist. Deshalb sind sie in der nachfolgenden Tabelle nicht aufgelistet.

Tabelle 5.1 Übersicht über die auftretenden Gleitstufen

Probenname	Orientierung	Gleitstufe	1. Aktivierung bei ϵ_{pl}	reaktiviert
Cu2	<001>	1	22 %	ja
Au1	<123>	1	4 %	nein
		2	6 %	ja
		3	8 %	ja
		4	10 %	ja
		5	12 %	ja
		6	12,5 %	ja
		7	13 %	ja
		8	14 %	keine neuen, nur reaktiviert
		9	15 %	
		10	16 %	
		11	27,5 %	
Au2	<001>	1	4,6 %	ja
		2	7,4 %	ja
		3	17 %	nein
		4	27,5 %	-

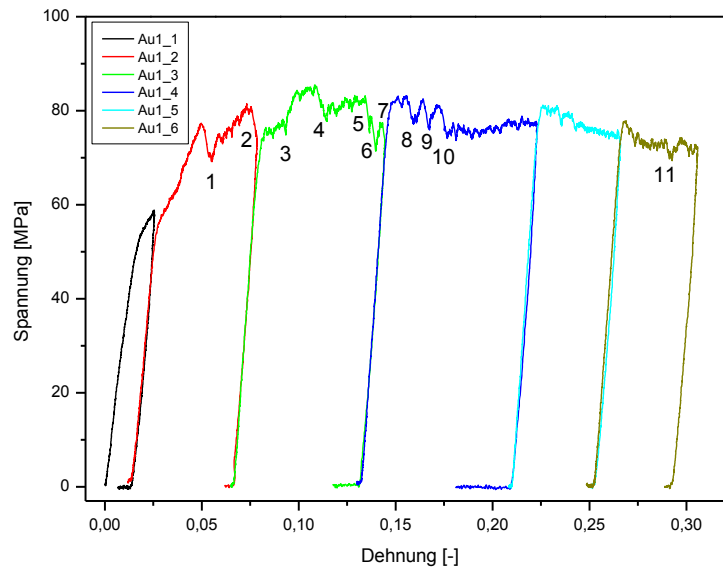


Abb. 5.3 Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Probe Au1 mit den ausgewerteten Gleitstufen 1 – 11.

Anhand der Dehnungskarten in den Kapiteln 4.2 und 4.3 kann verdeutlicht werden, dass es möglich ist, derart kleine Proben zu strukturieren und aus den Aufnahmen der einzelnen Verformungsstadien Dehnungskarten zu berechnen. Sobald Gleitstufen auftreten, kann jedoch nicht mehr die ganze Prüflänge für die Berechnungen herangezogen werden. Der Grund liegt in der Arbeitsweise des Algorithmus. Dieser vergleicht den Unterschied der Grauwerte von nebeneinander liegenden Bildpunkten. Je gleichmäßiger die Werte über den gesamten Grauwertbereich verteilt sind, desto besser werden die Ergebnisse. Sobald eine Gleitstufe auftritt, wird es fast unmöglich, das REM-Bild so aufzunehmen, dass der komplette Grauwertbereich gleichmäßig ausgenutzt wird. Meist wird das Bild so eingestellt, dass die Gleitstufe überstrahlt und dafür die restlichen Bereiche der Zugprobe einen gleichmäßigen Kontrast aufweisen. So können zumindest die übrigen Teile des Prüfkörpers für Berechnungen herangezogen werden. Treten jedoch viele Gleitstufen über einen geringen Dehnungsbereich auf, liegen sie oft sehr nahe beieinander und die möglichen Messbereiche werden immer kleiner. Somit liegt der Schluss nahe, dass sich Materialien, die stärker verfestigen und sehr feine Gleitstufen bilden, besser für ein Verformungsmatching geeignet sind. Diesen Umstand verdeutlichen die Matching-Ergebnisse von Kupfer in Kapitel 4.2, Abb. 4.8. Die massive Gleitstufe, die im Bereich Cu2_5 bei ca. 22 % plastischer Dehnung entsteht, kündigt sich bereits in der Dehnungskarte von Bereich Cu2_2, also bei ca. 12 % geringerer plastischer Dehnung, an. Mit freiem Auge ist an den REM-Bildern in diesem Verformungsstadium nichts sichtbar. Allerdings ist anhand der REM-Bilder erkennbar, dass diese Probe wesentlich stärker einschnürt als alle getesteten Goldproben. Diese bilden schon bei sehr geringen Dehnungen (< 10 % plastische Dehnung) Gleitstufen mit einer Höhe von mehreren hundert Nanometern, die die Einstellung des Kontrasts im REM erheblich

erschweren und es somit fast unmöglich machen, die gesamte Prüflänge mit Bildkorrelationsverfahren zu untersuchen. Auf den Goldproben werden wenige große Gleitstufen gebildet und die Proben schnüren kaum ein. Außerdem ist im Gegensatz zur Kupferprobe keine nennenswerte Verfestigung zu beobachten (Cu: Abb. 4.5; Au: Abb. 4.9, Abb. 4.18, Abb. 4.26). Die resultierende Schubspannung der $\langle 001 \rangle$ -orientierten Goldproben liegt bei ca. 41 MPa, bei den $\langle 123 \rangle$ -orientierten bei 38 MPa. Dass die $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben ein höheres Spannungsniveau aufweisen, entspricht auch dem erwarteten Trend, da es sich um Orientierungen handelt, bei denen Mehrfachgleitung auftritt, da der Schmid-Faktor auf mehreren Gleitebenen denselben Wert annimmt. Das bedeutet, dass Versetzungen unterschiedlicher Gleitebenen aufeinandertreffen und sich gegenseitig behindern. Somit ist die benötigte Spannung zur weiteren Verformung bei Multi-slip-Orientierungen wesentlich höher als bei Single-slip-Orientierungen wie der $\langle 123 \rangle$ -Richtung. Bei der Goldprobe Au5 liegt die resultierende Schubspannung allerdings nur bei ca. 22 MPa, das entspricht fast der Hälfte der resultierenden Schubspannung, die bei den Goldproben aufgetreten ist. Des Weiteren ist zu erkennen, dass alle Gleitstufen auf der Probe Au5 annähernd parallel sind. Da es sich aber um eine Multi-slip-Orientierung handeln sollte, sind Gleitstufen in verschiedene Richtungen zu erwarten. Um sowohl das niedrige Spannungsniveau als auch die Tatsache, dass nur in eine Richtung Gleitstufen auftreten, erklären zu können, wurden nachträglich die Kristallorientierungen der Zugachse aller getesteten Proben nachgemessen. Es stellte sich heraus, dass die Orientierung der Probe Au5 um 17° vom beabsichtigten $\langle 001 \rangle$ -Richtungstyp abweicht. Es liegt eine $[28\ 9\ 1]$ -Orientierung der Zugachse vor. Alle anderen Zugproben weisen die beabsichtigten Orientierungen auf. Die Ursache für die falsche Orientierung der Probe Au5 liegt darin, dass das EBSD-System zum Zeitpunkt der Messung falsch im REM eingebaut war und somit eine andere Orientierung gemessen wurde, anhand derer die Lamelle präpariert wurde.

In Tabelle 5.2 ist ein detaillierter Vergleich der Zugproben aufgelistet. Bei den Proben Au1 und Au2 stimmen die resultierenden Schubspannungen im Gleitsystem gut überein, was auch den Erwartungen entspricht, da die Abgleitung in beiden Fällen auf den $\langle 111 \rangle$ -Ebenen stattfindet. Die niedrigeren Werte der Fließspannung bei den Single-slip-Orientierungen $\langle 123 \rangle$ und $\langle 28\ 9\ 1 \rangle$ stimmen ebenfalls mit den Erwartungen überein, da Multi-slip-Orientierungen immer stärker verfestigen als Single-slip-Orientierungen, da verschiedene $\langle 111 \rangle$ -Ebenen denselben Schmid-Faktor aufweisen. Die besonders niedrigen Spannungswerte der Probe Au5 im Vergleich zur Probe Au1 sind dadurch begründet, dass der Einkristall, aus dem die Probe Au5 herausgearbeitet wurde, unverformt war und somit eine niedrigere Anfangsversetzungsdichte aufwies. Dies scheint zwar den Ergebnissen von [14] zu widersprechen (siehe auch Abb. 2.7), wo gezeigt wurde, dass bei kleinerer

Anfangsversetzungsdichte die Festigkeit zunimmt. Allerdings gilt dies nur für sehr kleine Proben im Bereich von ca. 1 μm . Bei größeren Proben (hier 10 μm) kommt das klassische Taylor-Hardening zum Tragen ($\sigma_y \propto \sqrt{\rho}$), das heißt höhere Versetzungsdichten ergeben höhere Fließspannungen.

Tabelle 5.2 Übersicht über die auftretenden Maximalspannungen und resultierenden Schubspannungen für die einzelnen Proben

Probe	Orientierung	m	σ_y [MPa]	τ_{RSS} [MPa]	$G_{\langle 110 \rangle \langle 111 \rangle}$ [GPa]	τ_{RSS}/G
Cu2	$\langle 001 \rangle$	0,41	145	59,45	46	$1,29 \cdot 10^{-3}$
Au1 ³	$\langle 123 \rangle$	0,47	80	37,6	28	$1,34 \cdot 10^{-3}$
Au2 ³	$\langle 001 \rangle$	0,41	100	41		$1,46 \cdot 10^{-3}$
Au5 ⁴	$\langle 28\ 9\ 1 \rangle$	0,49	45	22,05		$0,78 \cdot 10^{-3}$

5.3 Diskussion der AFM-Messungen

Die vorliegenden AFM-Messungen wurden nach nur sehr geringer plastischer Dehnung durchgeführt, da in diesem Bereich mit Bildkorrelationsverfahren keine Ergebnisse erzielt werden können. Theoretisch wäre es möglich, auch bei höheren Dehnungen AFM-Messungen durchzuführen. Das Problem besteht allerdings darin, dass die Messungen ex-situ durchgeführt werden müssen. Das bedeutet, dass die Probe nach jedem Verformungsschritt ausgebaut werden muss, um die AFM-Messung durchführen zu können. Zur Fortsetzung des Zugversuchs muss sie wieder eingebaut werden. Je öfter dieser Vorgang wiederholt wird, desto höher ist die Wahrscheinlichkeit, dass die Probe beim Umbau beschädigt wird. Außerdem verändert sich die Ausrichtung von Greifer und Probe zueinander leicht und somit kann der Verformungsprozess verfälscht werden. Abhilfe für dieses Problem schafft die Entwicklung eines In-situ-AFM. Der Vorteil dieses Gerätes besteht darin, dass die Proben für die AFM-Messung nicht mehr ausgebaut werden müssen. Somit lassen sich mögliche Fehler durch die Versuchsführung deutlich verringern und es kann auch bei größeren Verformungen die Höhe der Gleitstufen und deren Verteilung vermessen werden.

Proben mit einer $\langle 123 \rangle$ -Orientierung parallel zur Zugachse weisen ca. doppelt so viele Gleitstufen auf als Proben mit einer $\langle 001 \rangle$ -Orientierung. Diesen Umstand beweisen sowohl die AFM-Messungen als auch der visuelle Eindruck der Zugproben nach dem Versuch. Des Weiteren ist zu erkennen, dass sowohl bei der Probe Au3 als auch bei der Probe Au4 die meisten Gleitstufen eine Höhe zwischen 0 und 10 nm aufweisen (vgl. Abb. 5.4). Auch bei einer Verkleinerung der Klassenbreite des Histogramms auf 5 nm liegen die Maxima der

³ vorverformt
⁴ unverformt

Peaks übereinander. Um detailliertere Aussagen über den Verformungsprozess und die zugrunde liegende Statistik treffen zu können, wäre eine wesentlich höhere Anzahl an getesteten Proben notwendig. Da aber die aktuelle Versuchsdurchführung derart aufwendig ist, ist dies eine Aufgabe von zukünftigen Arbeiten (unter Benutzung eines In-situ-AFM).

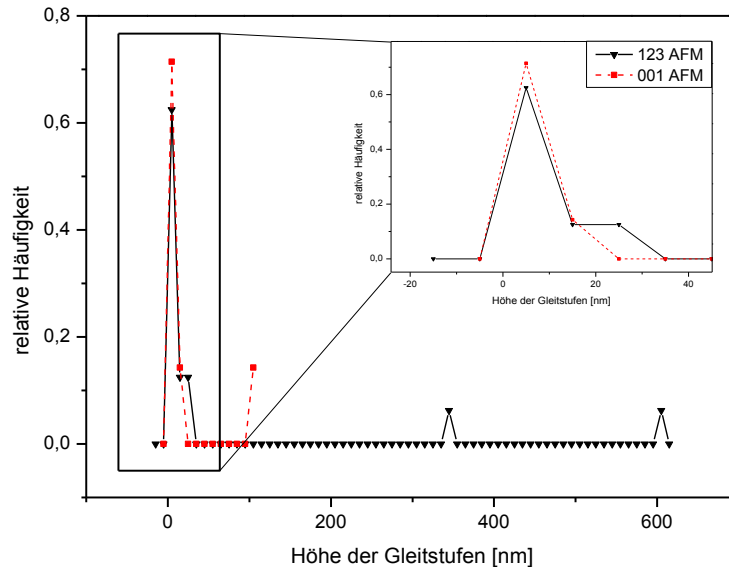


Abb. 5.4 Auswertung der AFM-Messungen.

5.4 Verformungsverhalten miniaturisierter Proben

Wie bereits im Kapitel 2.2 erwähnt, ändern sich die mechanischen Eigenschaften von vielen Materialien mit der Probengröße, wenn diese im Mikrometerbereich liegt. Dies betrifft nicht nur die Festigkeitswerte, sondern auch das Verformungsverhalten. Wie bereits in Abb. 2.6, Abb. 2.7 und Abb. 2.8 dargestellt, scheint es eine Beziehung zwischen Größeneffekten in der Festigkeit und dem lokalen Verformungsverhalten zu geben. Ziel dieser Arbeit war es, dieses Verhalten genauer zu untersuchen und neuartige Methoden zu kombinieren.

Grundsätzlich erfolgte die plastische Verformung der untersuchten Metalle auf $\{111\}$ -Ebenen, was auch zu erwarten war. Allerdings zeigte sich, dass neben den großen, im REM leicht sichtbaren Gleitstufen auch sehr viele kleinere gebildet wurden, welche durch die AFM-Messungen sichtbar wurden. Es gibt anscheinend einen effektiven Verfestigungsmechanismus, welcher die weitere Verformung auf den kleinen Gleitstufen beziehungsweise auf der zugrunde liegenden Gleitebene verhindert. Selbst bei den großen Gleitstufen konnte beobachtet werden (vgl. Tabelle 5.1), dass die Verformung hier teilweise stoppt. Dies ist interessant, da durch die Querschnittsverminderung die lokale Spannung signifikant ansteigt und man eigentlich eine weitere Verformung in diesem Bereich erwarten würde. Das heißt, die Verfestigung im Material muss hier recht groß sein, um die Deaktivierung dieses Gleitsystems zu ermöglichen. Anscheinend können bei den hier getesteten Proben mit einer Größe von $10\ \mu\text{m}$ noch effektive Versetzungsreaktionen

ablaufen, welche zu einer Verfestigung führen. Grundsätzlich wird angenommen, dass bei sehr kleinen Proben solche Reaktionen nicht mehr stattfinden können und die Verformung daher viel stärker lokalisiert sein sollte. Dieser „Übergang“ soll in weiteren Arbeiten genauer untersucht werden. Mit dieser Arbeit konnte der erste Grundstein gelegt werden, um ein besseres Verständnis der Verformungsprozesse in miniaturisierten Proben zu erhalten.

6 Zusammenfassung

Im Lauf der letzten Jahre wurden viele Untersuchungen durchgeführt, um Größeneffekte in den mechanischen Eigenschaften von miniaturisierten metallischen Probenkörpern und deren Verformungsverhalten besser zu verstehen. Die vorliegende Arbeit soll einen Beitrag zur Verbesserung der Methoden liefern, mit denen das lokale Verformungsverhalten von kubisch flächenzentrierten Metallen dargestellt und quantifiziert werden kann.

Zur Quantifizierung der lokalen Verformungen können einerseits Dehnungskarten, die die lokalen Oberflächendehnungen darstellen, herangezogen werden, andererseits ist auch die Höhe der gebildeten Gleitstufen ein Maß für die lokalen Dehnungen. Dehnungskarten lassen sich aus den Daten, die ein Bildkorrelationsverfahren liefert, berechnen. Die Höhe der Gleitstufen kann mit Hilfe von AFM-Messungen festgestellt werden.

Zugproben mit einer Größe von $10 \times 10 \times 30 \mu\text{m}^3$ wurden mit einem Rasterionenmikroskop (FIB) hergestellt und in-situ im REM gezogen. Da einkristalline Proben nach der Präparation im FIB eine glatte unstrukturierte Oberfläche aufweisen, Bildkorrelationsverfahren aber Strukturelemente benötigen, um die Aufnahmen miteinander vergleichen zu können, mussten die Prüfkörper im Anschluss an die Präparation strukturiert werden. Der Vergleich der Strukturierungsversuche mittels Ätzmethoden und mittels FIB hat ergeben, dass in diesem Fall eine Strukturierung mithilfe der Funktion „Feature Milling“ im FIB am sinnvollsten ist. Für die AFM-Messungen wird eine möglichst glatte Oberfläche benötigt, somit wurden jene Proben im letzten Präparationsschritt blank poliert.

Insgesamt wurden eine Kupferprobe mit $\langle 001 \rangle$ -Orientierung, zwei Goldproben mit $\langle 001 \rangle$ -Orientierung (vorverformt), zwei Goldproben mit $\langle 123 \rangle$ -Orientierung (vorverformt) und eine Goldprobe mit $\langle 2891 \rangle$ -Orientierung getestet. Die Versuche, die auf die Berechnung von Dehnungskarten abzielten, wurden in mehreren Einzelschritten durchgeführt, um hochaufgelöste Bilder für das Bildkorrelationsverfahren zu erhalten. An den Proben für die AFM-Messungen wurde jeweils aus Zeitgründen nur ein Verformungsschritt durchgeführt.

Die Untersuchungen zeigen, dass es möglich ist, qualitativ sinnvolle Dehnungskarten zu erstellen und AFM-Messungen durchzuführen. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass die Spannungsabfälle (Load-drops) in den Spannungs-Dehnungs-Kurven mit den Gleitstufen auf den REM-Bildern korreliert werden können. Zum jetzigen Zeitpunkt ist es jedoch noch nicht möglich, die Ergebnisse zu quantifizieren. Außerdem kann aufgrund der geringen Anzahl an Probenkörpern keine statistische Aussage über den Verformungsprozess getroffen werden. Somit sind eine Optimierung der Techniken sowie mehr Versuche notwendig, die in weiteren Arbeiten durchgeführt werden sollen. Beispielsweise bietet die Entwicklung eines In-situ-AFM, ein aktuelles Projekt am Erich-Schmid-Institut, in Zukunft die Möglichkeit, detaillierte Informationen über das lokale Verformungsverhalten von Metallen zu gewinnen.

7 Literaturverzeichnis

- [1] M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando und W. D. Nix, „Sample Dimensions Influence Strength and Crystal Plasticity,“ *Science Vol 305*, pp. 986-989, 2004.
- [2] J. R. Greer, W. C. Oliver und W. D. Nix, „Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients,“ *Acta Materialia 53*, pp. 1821-1830, 2005.
- [3] C. A. Volkert und E. T. Lilleodden, „Size effects in the deformation of sub-micron Au columns,“ *Philosophical Magazine Vol. 86*, pp. 5567-5579, 2005.
- [4] D. Kiener, W. Grosinger, G. Dehm und R. Pippan, „A further step towards an understanding of size-dependent crystal plasticity: In situ tension experiments of miniaturized single-crystal copper samples,“ *Acta Materialia 56*, pp. 580-592, 2008.
- [5] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Berlin: Springer-Verlag, 2007.
- [6] G. E. Dieter, *Mechanical Metallurgy*, New York: McGRAW-HILL, 1961.
- [7] G. Dehm, „Miniaturized single-crystalline fcc metals deformed in tension: New insights in size-dependent plasticity,“ *Progress in Materials Science 54*, pp. 664-668, 2009.
- [8] B. Yang, C. Motz, M. Rester und G. Dehm, „Yield stress influenced by the ratio of wire diameter to grain size - a competition between the effects of specimen microstructure and dimension in micro-sized polycrystalline copper wires,“ *Philosophical Magazine*, pp. 1-14, 2012.
- [9] G. Richter, K. Hillerich, D. S. Gianola, R. Mönig, O. Kraft und C. A. Volkert, „Ultra-high Strength Single Crystalline Nanowhiskers Grown by Physical Vapor Deposition,“ *Nano Letters, Vol. 9, No. 8*, pp. 3048-3052, 2009.
- [10] D. Hull und D. J. Bacon, *Introduction to Dislocations*, Oxford: Butterworth-Heinemann, 2011.
- [11] T. A. Parthasarathy, S. I. Rao, D. M. Dimiduk, M. D. Uchic und D. R. Trinkle, „Contribution to size effect of yield strength from the stochastics of dislocation source lengths in finite samples,“ *Scripta Materialia 56*, pp. 313-316, 2007.
- [12] D. M. Norfleet, D. M. Dimiduk, S. J. Polasik, M. D. Uchic und M. J. Mills, „Dislocation structures and their relationship to strength in deformed nickel microcrystals,“ *Acta Materialia 56*, pp. 2988-3001, 2008.
- [13] J. R. Greer und W. D. Nix, „Nanoscale gold pillars strengthened through dislocation starvation,“ *Physical Review B 73*, 245410, 2006.

- [14] C. Motz, New insights on the small-scale mechanical behavior: Simulation and Experiments, Habilitation, Leoben, 2011.
- [15] F. F. Csikor, C. Motz, D. Weygand, M. Zaiser und S. Zapperi, „Dislocation Avalanches, Strain Bursts, and the Problem of Plastic Forming at the Micrometer Scale,“ *Science* 318, pp. 251-254, 2007.
- [16] C. Motz, D. Weygand, J. Senger und P. Gumbsch, „Initial dislocation structures in 3-D discrete dislocation dynamics and their influence on microscale plasticity,“ *Acta Materialia* 57, pp. 1744-1754, 2009.
- [17] A. Tatschl, Neue experimentelle Methoden zur Charakterisierung von Verformungsvorgängen, Dissertation, Leoben, 2000.
- [18] A. Tatschl und O. Kolednik, „A new tool for the experimental characterization of microplasticity,“ *Materials Science and Engineering A339*, pp. 265-280, 2003.
- [19] A. Tatschl und O. Kolednik, „On the experimental characterization of crystal plasticity in polycrystals,“ *Materials Science and Engineering A342*, pp. 152-168, 2003.
- [20] P. Haasen, Physikalische Metallkunde, Berlin: Springer-Verlag, 1994.
- [21] M. G. Froberg, Thermodynamik für Werkstoffingenieure und Metallurgen, Leipzig: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1994.
- [22] W. J. Grosinger, Zyklische Plastizität an Mikrobiegeproben, Diplomarbeit, Leoben, 2011.
- [23] G. Binnig und C. F. Quate, „Atomic Force Microscope,“ *Physical Review Letters, Volume 56, Number 9*, pp. 930-933, 1986.
- [24] D. Kiener, C. Motz, M. Rester und G. Dehm, „FIB Damage of Cu and Possible Consequences for Miniaturized Mechanical Tests,“ *Materials Science & Engineering, Vol. 459*, pp. 262-272, 2007.