

Zyklische Plastizität an Mikrobiegeproben



Diplomarbeit
19. Juni 2011

Verfasst von Wolfgang Josef Grosinger am
Institut für Materialphysik der Montanuniversität Leoben

“Spero optima”
(Ich erhoffe das Beste)

Für
Josef Grosinger und Franz Werner Liegl

Eidesstattliche Erklärung

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

Danksagung

Besonderer Dank gilt Univ.Prof. Dr. Reinhard Pippan für die konstruktive und geduldige wissenschaftliche Betreuung während meiner Zeit als Diplomand, dem ich aber mehr als nur die Hilfe bei der Entstehung dieser Arbeit zu verdanken habe.

Dank spreche ich auch Dr. Christian Motz aus, der am Gelingen dieser Diplomarbeit wesentlich beteiligt war, nicht nur durch wissenschaftliche sondern auch durch freundschaftliche Unterstützung.

Bei Christoph Kirchlechner möchte ich mich herzlich für die vielen konstruktiven Diskussionen, die gute Laune und die Fähigkeit, andere für etwas zu begeistern, bedanken.

Für die doch vielen Stunden am Transmissionselektronenmikroskop bedanke ich mich bei Dr. Daniel Kiener und Dr. Zaoli Zhang.

Ferner möchte ich mich bei Gabriele Moser und Herwig Felber für die guten Ideen und Lösungen einiger Probleme während meiner Arbeit und bei Franz Hubner für die Herstellung einiger Apparaturen, die das Leben leichter machten, bedanken.

Ferner möchte ich mich auch bei allen am Erich Schmid Institut Tätigen bedanken.

Ein besonderes Dankeschön gebührt meiner Lebensgefährtin Liesmarie Liegl, die mich während der ganzen Zeit unterstützt und mich immer motiviert hat, damit ich mein Ziel nicht aus den Augen verliere.

Schlussendlich möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, die mir ein Studium ermöglicht haben.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Grundlagen	3
2.1. Ermüdung Cu - Einkristalle	3
2.1.1. Die Zyklische Spannungs Dehnungs Kurve	4
2.1.2. Versetzungsstrukturbildung in Abhängigkeit der Kristallorientierung	6
2.2. Ermüdung in kleinen Dimensionen: Dünne Schichten	7
2.3. Mikro - Biegeversuche	8
3. Probenherstellung	12
3.1. Mechanische Bearbeitung	13
3.2. Elektrochemisches Ätzen	13
3.3. FIB Präparation	14
3.4. TEM Probenherstellung	18
4. Versuchsdurchführung und Auswertung	23
4.1. Versuchsaufbau	23
4.2. Durchführung	24
4.3. Datenaufbereitung	26
5. Ergebnisse	32
5.1. Mechanische Daten	32
5.2. REM - Aufnahmen der Probenoberfläche	36
5.3. STEM - Aufnahmen und TEM - Aufnahmen	39
6. Diskussion	44
7. Zusammenfassung	50
A. Automatische Datenaufbereitung	54

B. Weitere Proben	59
C. STEM-Detektor	61
D. TEM - Bilder	63

Abbildungsverzeichnis

2.1. Slip Mode	3
2.2. Schematische Darstellung Hysteresekurven	5
2.3. CSS - Kurve	6
2.4. Versetzungsstruktur in Abhängigkeit der Orientierung	7
2.5. Ursachen für Dehnungsgradienten	11
3.1. Probenherstellung	12
3.2. Elektrochemische Ätzapparatur	13
3.3. FIB - Präparation	14
3.4. Innenaufbau einer Crossbeamworkstation	15
3.5. Liftout einer Lamelle von einer Kupfernadel	19
3.6. Befestigen einer Kupferlamelle	20
3.7. TEM - Lamellen Präparation	22
4.1. Versuchsaufbau	23
4.2. Indenter	25
4.3. Greifer	26
4.4. Signale über Zeit	27
4.5. Originales und korrigiertes Kraft - Weg Diagramm	28
4.6. Skizze eines Spannungsverlauf in einer Biegeprobe	29
4.7. Skizze einer Biegeprobe für linear elastische Biegetheorie	31
5.1. 8 μm - Probe mit 14000 Lastwechsel	33
5.2. 8 μm - Probe mit 2000 Lastwechsel	34
5.3. 8 μm - Probe mit 1600 Lastwechsel (Blockversuch)	35
5.4. REM - Aufnahme der Probe 1	36
5.5. REM - Aufnahme der Probe 4 mit 2000 Lastwechsel bei $\Delta\varepsilon_{pl}$ von 0,004.	37
5.6. REM - Aufnahme der Probe 3	38
5.7. REM - Aufnahme der 2 μm - Probe.	38
5.8. STEM - Aufnahme 8 μm mit 14000 Lastwechsel	39

5.9. STEM - Aufnahme von Probe 4	40
5.10. STEM - Aufnahme der Probe 3	41
5.11. STEM - Aufnahme der Probe 6	42
5.12. 8 μm - Probe mit (Blockversuch)	43
6.1. Skizze des Versetzungsaufstau mit Dehnungsverteilung	45
6.2. REM - Bild einer Biegeprobe	46
A.1. Darstellung der Signale über Zeit beziehungsweise Datenpunkte	58
A.2. Drift der zyklischen Kraft - Weg Kurve	58
B.1. Weitere Proben mit höherer plastischer Dehnungsamplitude	60
C.1. Anordnung des STEM Detektors	62
D.1. TEM - Aufnahme Probe 1	64
D.2. TEM - Aufnahme Probe 3	65
D.3. TEM - Aufnahme Probe 6	66

Tabellenverzeichnis

5.1. Probenabmessung und Versuchsparameter	32
--	----

Abkürzungsverzeichnis

γ	–	Scherdehnung
γ_{pl}	–	plastische Scherdehnung
$\gamma_{pl,AB}$	–	Übergang von Bereich A zu B in CSS Kurve
$\gamma_{pl,BC}$	–	Übergang von Bereich B zu C in CSS Kurve
γ_{PSB}	–	plastische Scherung von PSB getragen
γ_M	–	plastische Scherung von Matrix getragen
$\Delta\gamma_{pl}$	–	plastische Scherdehnungsamplitude
$\Delta\varepsilon_{pl}$	–	plastische Dehnungsamplitude
ε_{pl}	–	plastische Dehnung
ε_r	–	Randfaserdehnung
f_{PSB}	–	Volumenanteil der PSB
τ_R^S	–	auf die Gleitebene wirkende Schubspannung
CSS		Cyclic Stress–Strain Curve
EBS		Electron Back Scattered Dedection
FIB		Focused Ion Beam
GIS		Gas Injection System
GND		Geometric Necessary Dislocation
LCF		Low Cycle Fatigue
PSB		Persistent Slip Band
REM		Rasterelektronenmikroskop

STEM

Scanning Transmissionselektronenmikroskopie

TEM

Transmissionselektronenmikroskop

Kapitel 1.

Einleitung

Da im technischen Einsatz von Materialien, angefangen in der Industrie beim Walzen über Bauteile eines Kraftfahrzeugs bis hin zum medizinischen Einsatzgebiet z.B. bei Hüftprothesen, die Dauer bis zum Versagen nicht durch monotone, sondern durch die zyklische Belastung bestimmt ist, wurde seit vielen Jahrzehnten auf die Ermüdung ein besonderes Augenmerk gelegt. Bereits 1860 wurden von Wöhler erste Dauerschwingversuche (sogenannte Wöhlerversuche) durchgeführt, um Informationen über das zyklische Verhalten von Materialien zu erlangen. Seit 1960 wurden sehr viele Experimente an kubisch flächenzentrierten Einkristallen durchgeführt, um ein genaueres Verständnis über die mikrostrukturellen Vorgänge zu erlangen. Daher haben sich auch viele Forschungsgruppen mit diesem Thema auseinandergesetzt und es geschafft, Einblicke in diese Mechanismen zu gewinnen: Mughrabi (Deutschland), Lukas (Tschechien), Laird (USA) und viele mehr.

Jedoch stellt sich die Frage, ob die gewonnenen Erkenntnisse aus dem makroskopischen Bereich auch auf die Ermüdung von sehr kleinen Proben übertragbar sind. Als Konsequenz des Miniatursierens in der Halbleiterindustrie und in anderen Disziplinen (zum Beispiel in der Medizin) wuchs auch das Interesse am mechanischen Verhalten in kleinen Dimensionen. Daher wurden große Bemühungen unternommen, ein besseres Verständnis über die Prozesse während der Verformung von solchen Proben im Mikrobereich zu gewinnen. Neben dem mechanischen Verhalten von Materialien unter monotoner Belastung ist auch die Reaktion auf die zyklische Belastung sehr wichtig.

Da in der Halbleiterindustrie Schichtsysteme von großer Bedeutung sind, gibt es eine Menge an Forschungsarbeiten in diesem Bereich. Dies erstreckt sich von thermomechanischer Ermüdung bis hin zur rein mechanischer Ermüdung an diversen Schichtsystemen. Aber die Vorgänge in Proben im Mikrometerbereich, die aus "Bulk" - Materialien hergestellt werden, sind sehr wichtig für das Verständnis der Ermüdungsvorgänge in diesen Dimensionen.

Ermüdungsversuche an Proben im Mikrobereich können tiefere Einblicke in die zugrunde liegenden Versetzungsprozesse und auch in die Schädigungsprozesse liefern. Darüber hinaus kann

der Einfluß von Größeneffekten auf die Ermüdungslebenssdauer sowie auf die Versetzung- und Schädigungsprozesse untersucht werden. Dank neuer Techniken in der Probenpräparation und im Versuchsablauf ist es nun möglich, in-situ Mikro - Ermüdungsexperimente durchzuführen. Ziel dieser Arbeit ist es, den Einfluss der Probengröße, welche hier im Mikrometerbereich liegt, auf das Ermüdungsverhalten und die entstehende Versetzungsstruktur anhand von Cu - Einkristallen zu untersuchen.

Grundlagen

2.1. Ermüdung Cu - Einkristalle

Das Gebiet der Ermüdung stellt ein großes Kapitel in den Werkstoffwissenschaften dar. Einen Teil dieses Gebietes nimmt die Untersuchung der Ermüdungsmechanismen an Kupfereinkristallen ein, um die Auswirkungen der mikroskopischen Versetzungsstrukturen auf das makroskopische Verformungsverhalten analysieren zu können. Bei Kupfer, beziehungsweise generell bei einkristallinen kubisch flächenzentrierten (kfz) Metallen, ist die sich durch Ermüdung einstellende Versetzungsstruktur stark von der plastischen Amplitude $\Delta\gamma_{pl}$, Orientierung und der Stapelfehlerenergie abhängig. Letztere spielt nur bei Änderung der Stapelfehlerenergie eine Rolle und wirkt sich auf die Abgleitungsart aus:

- "Wavy Slip": Reinelemente (mittlere bis hohe Stapelfehlerenergie)
- "Planar Slip": Legierungen (zu meist geringe Stapelfehlerenergie)

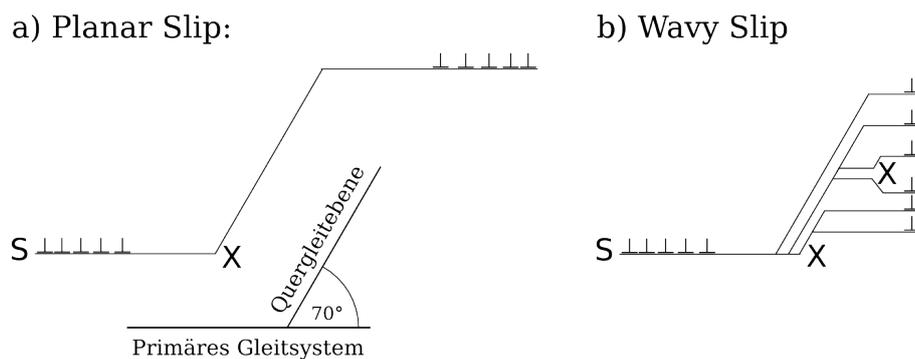


Abbildung 2.1.: "Planar" und "Wavy" Abgleitungsart. Beim "Wavy slip" wird das Quergleiten von Schraubenversetzungen begünstigt, wodurch die metastabile Venenstruktur gebildet wird, aus der sich wiederum PSBs entwickeln Li[1]

Dieses Phänomen tritt beim Zulegieren von Elementen auf, da die Stapelfehlerenergie verringert wird. Es ist energetisch günstiger, dass sich Versetzungen aufspalten. Die Aufspaltungsweite hängt von der Stapelfehlerenergie ab. Hohe Stapelfehlerenergie bedeutet geringere Aufspaltung und geringe Stapelfehlerenergie große Aufspaltung. Dadurch muß beim Quergleiten zusätzliche Energie aufgewandt werden, da die Aufspaltung beim Übergang von primärer Gleitebene zur Quergleitebene kurzzeitig rückgängig gemacht werden muß. Daher ist das Quergleiten bei Materialien mit geringer Stapelfehlerenergie erschwert. Als Beispiel für den Übergang von "Planar" zu "Wavy Slip" können Kupfer-Aluminium Legierungen angeführt werden. Kupfer, das sich im "Wavy Slip" Mode verformt, geht ab einer gewissen Menge Al über in den "Planar Slip" Mode, da durch das Zulegieren die Stapelfehlerenergie erniedrigt wird. Beim "Planar Slip" Mode folgt eine Schraubenversetzung der anderen auf der Quergleitebene, im Gegensatz zum "Wavy Slip". Hier wird von den nachfolgenden Versetzungen eine andere Quergleitebene verwendet (siehe Abb. 2.1). Dieses Phänomen betrifft nur Legierungen und soll daher hier nicht weiter erläutert werden werden.

2.1.1. Die Zyklische Spannungs Dehnungs Kurve

Wenn ein kfz Einkristall bei konstanter plastischer Scherdehnungsamplitude $\Delta\gamma_{pl}$ zyklisch verformt wird, kommt es in Abhängigkeit der Orientierung in den ersten Lastspielen zu einer starken Verfestigung. Mit steigender Zyklenzahl nimmt die Geschwindigkeit der Verfestigung immer mehr ab, bis ein quasi steady - state Bereich erreicht wird, in dem sich eine Sättigung einstellt. Dieser Bereich zeichnet sich durch ein Gleichgewicht zwischen emittierten und ausgelöschten Versetzungen aus. Winter [2] schlug als erster ein Zwei - Phasen Modell vor, um diesen Gleichgewichtszustand zu erklären. Wird die auf die Gleitebene wirkende Schubspannung τ_R^S über die Scherdehnung γ bei verschiedenen Amplituden aufgetragen, so erhält man die Kurven wie in Abbildung 2.2. Die rote Linie, die die resultierende Schubspannung bei Sättigung der Hysteresekurven verbindet, stellt die zyklische Spannungs - Dehnungs - Kurve dar (engl. Cyclic Stress Strain Curve, im Weiteren nur CSS Kurve). Diese CSS Kurve wurde erstmals von Mughrabi [3] durch Versuche belegt. Wie in Abbildung 2.3 zu sehen ist, lässt sich diese Kurve in drei Bereiche einteilen, die auch unterschiedliche Verfestigungseigenschaften besitzen. Im Bereich A ($\gamma_{pl} < \gamma_{pl,AB}$) besteht eine stetige Verfestigung, die jedoch nicht mit der zyklischen Verfestigung bei den einzelnen plastischen Dehnungsamplituden zu verwechseln ist. Hier nimmt die Sättigungsspannung mit steigender plastischer Scherdehnung γ_{pl} zu, bis $\gamma_{pl,AB}$ erreicht wird. Ab $\gamma_{pl,AB}$ erstreckt sich der Bereich B, der sich durch die Unabhängigkeit der Sättigungsspannung von γ_{pl} auszeichnet. Die Sättigungsspannung nimmt einen konstanten Wert von 28 - 30 MPa für Einfachgleitung orientierten Kupfer - Einkristallen an. Der Anfang von Bereich B ist durch die Bildung sogenann-

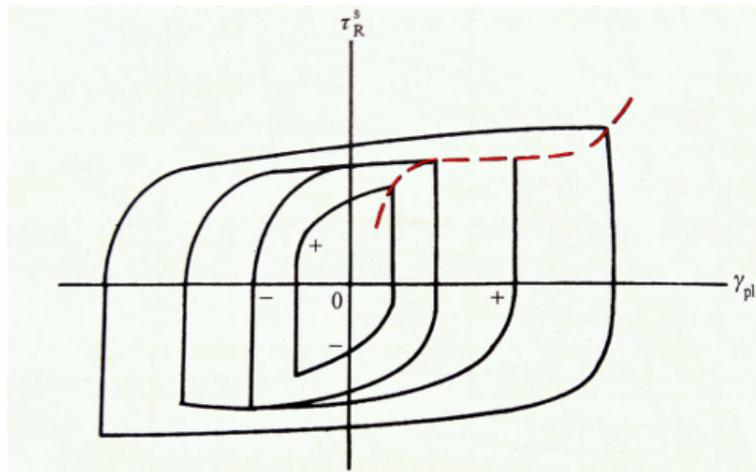


Abbildung 2.2.: Schematische Darstellung von Hysteresekurven bei verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden. Es wird die resultierende Schubspannung über die resultierende Scherdehnung aufgetragen. Wenn die Kurven bei den Werten der maximalen Schubspannung bei Sättigung verbunden werden, erhält man die CSS - Kurve, hier rot eingezeichnet. Diese wurde erstmals experimentell von Mughra- bi [3] gemessen.

ter “Persistenter Gleitbänder” (engl. Persistent Slip Bands im Weiteren PSB) gekennzeichnet. Diese plastische Scherdehnung gilt auch als Schwellwert für Rissentstehung, da man davon ausgeht, dass Risse bevorzugt an den PSBs gebildet werden [6]. Mit Erhöhung von γ_{pl} steigt der Volumenanteil der PSB f_{PSB} bis 1 bei $\gamma_{pl,BC}$, das heißt es sind 100% PSB vorhanden. Mit dem Zweiphasen - Modell nach Winter[2] lässt sich nun folgender Zusammenhang finden:

$$\gamma_{pl} = \gamma_{PSB} \cdot f_{PSB} + \gamma_M \cdot f_M \quad (2.1)$$

Wobei γ_{PSB} die Scherdehnung darstellt, die während der zyklischen Verformung von den PSB getragen wird und γ_M von der Matrix.

Wenn nun γ_{pl} weiter erhöht wird, also über $\gamma_{pl,BC}$, steigt die Sättigungsspannung mit zunehmenden γ_{pl} wieder an und man befindet sich im Bereich C. Jedoch hängt nicht nur die Sättigungsspannung von γ_{pl} ab, sondern auch die sich bei Sättigung entwickelnde Versetzungsstruktur. So ist im Bereich A eine Venenstruktur vorherrschend, Bereich B zeichnet sich durch PSB Leiter - beziehungsweise Wand - Struktur aus. Über $\gamma_{pl,BC}$ kommt es hauptsächlich zur Versetzungszellbildung. Im Übergangsbereich zwischen B und C kann es durch Aktivierung eines sekundären Gleitsystems und durch Reaktion mit dem Primärengleitsystem zur Labyrinthstrukturaus-

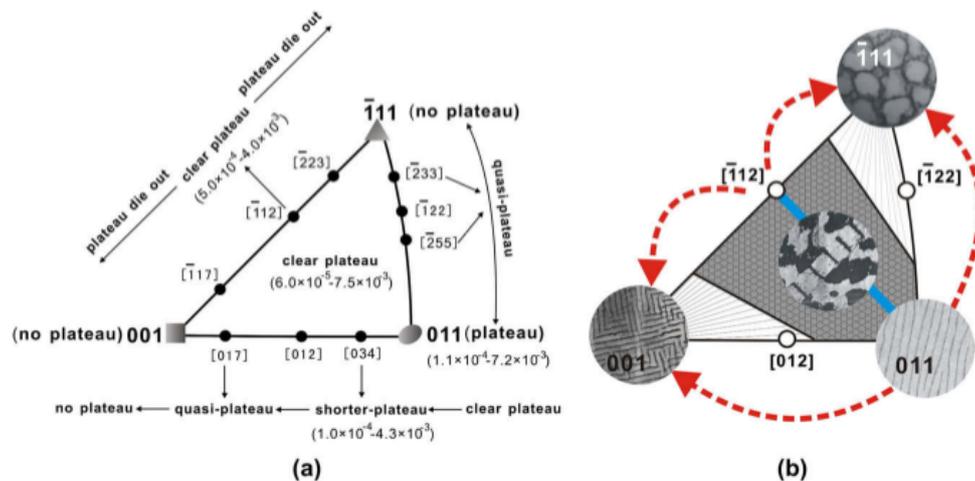


Abbildung 2.4.: Die Abhängigkeit der a) Plateauausbildung und der b) Versetzungsstruktur bezogen auf die Orientierung [7]

ungsverhalten kommt [7].

2.2. Ermüdung in kleinen Dimensionen: Dünne Schichten

Auch in kleinen Dimensionen ist die Ermüdung ein wichtiges Thema, daher haben sich einige Methoden entwickelt, die das Verhalten dünner Schichten bei zyklischer Beanspruchung zu charakterisieren versuchen. Zum einen kann man die Schicht, die es auf Ermüdung zu analysieren gilt, auf einem Substrat aus Polyimid abscheiden. Danach ist es möglich diese Schichten in geeigneten Apparaturen zyklisch zu beanspruchen, auch in-situ Untersuchungen im TEM und REM sind auf diese Art möglich. Zum anderen kann man Schichten, die auf einem harten Substrat, wie zum Beispiel Silizium, abgeschieden sind, durch Aufheiz- und Abkühlvorgänge thermomechanisch ermüden.

Thermomechanische Ermüdung von Dünnschichten Da in einem Schicht - Substrat Verbund die thermischen Ausdehnungskoeffizienten unterschiedlich sein können, kommt es bei Temperaturunterschieden zu mechanischer Wechselbeanspruchung. Diesen Umstand kann man gezielt einsetzen, um Schichten thermomechanisch zu ermüden. Um die dabei entstehenden Spannungen zu messen, wird vom Prinzip her ein recht einfacher Versuchsaufbau verwendet, zum Beispiel eine Substrat Krümmungs Messanlage mit Laser [8].

Dabei kommt es aber zu Artefakten durch:

- Misfit zwischen Substrat und Schicht (Substartartefakte)

- Mischung aus thermischer und mechanischer Ermüdung

Mechanische Ermüdung von Schichten Wie zuvor erwähnt, gibt es auch die Möglichkeit Schichten auf Polymersubstraten zu testen. Dadurch besteht die Möglichkeit die mechanischen Eigenschaften der Schicht zu messen, da das Substrat eine wesentlich geringere Festigkeit besitzt als die zu messende Schicht. Diese Schichtsysteme werden in eine Dehnungsapparatur eingespannt. Dadurch lässt sich recht einfach das Verhalten dünner Schichten bei zyklischer Belastung untersuchen. Jedoch können auch hier Probleme auftreten, wie zum Beispiel eine unterschiedliche Querkontraktionszahl, dadurch kann ein mehr-achsigen Spannungszustand entstehen, wodurch die Spannung nicht direkt messbar ist.

Der Misfit entsteht, da die Gitterkonstante der beiden Materialien nie übereinstimmt. Wenn die Gitterkonstante des Substrats größer ist als die der Schicht, kommt es beim Aufwachsen der Schicht zu Zugspannungen. Bei kleinerer Konstante des Substrats entstehen Druckspannungen. Damit diese Spannungen nicht zu groß werden, werden beim Aufwachsen der Schicht Versetzungen eingebaut, sogenannte Misfitversetzungen. Diese Gegebenheiten beeinflussen die Versetzungsstrukturentstehung und verfälschen die Ergebnisse für die Schicht.

Durch eine thermomechanische Ermüdungsversuchsführung müssen thermisch aktivierte Prozesse (zB.: Klettern von Stufenversetzungen) berücksichtigt werden. Dadurch kann es zu gegenläufigen Mechanismen kommen, wie Auslöschung von Versetzungen und Erholungsprozessen, so dass sich Versetzungsstrukturen erst gar nicht einstellen. Thermomechanische Ermüdung betrifft alle Arten von elektronischen Bauteilen im Einsatz, ist jedoch aufgrund der thermisch aktivierten Versetzungsbewegungen nicht als Versuchsaufbau geeignet, um prinzipielle Größenabhängigkeiten in Schädigungsvorgängen bei Materialermüdung zu verifizieren.

2.3. Mikro - Biegeversuche

Im Hinblick auf die Größenabhängigkeit des Materialverhaltens wurden auch Mikro - Biegeversuche durchgeführt [9, 10]. Im Gegensatz zu Mikro - Zugversuchen [11] und Mikro - Druckversuchen [12], bei denen die Spannung und Dehnung unter optimalen Testbedingungen (keine Ausrichtungsfehler (Misalignment) und unter Vernachlässigung der Verformungsbehinderung bei Druckproben) gleichmässig über den Probenquerschnitt verteilt ist, kommt es bei Mikro - Biege-

versuchen [10] zu einem Dehnungsgradienten¹. Zusätzlich zu diesen geometrischen Randbedingungen gibt es noch die lokalen und die mikrostrukturellen (vgl. Abbildung 2.5). Zu den lokalen Randbedingungen zählen zum Beispiel Härteeindrücke und Rissspitzen, da nur in einem kleinen Bereich sehr hohe plastische Dehnungen herrschen. Aus Kompatibilitätsgründen kommt es bei der plastischen Verformung von polykristallinen beziehungsweise mehrphasigen Werkstoffen zu Dehnungsgradienten im Übergang zwischen einzelnen Körnern (unterschiedliche Orientierung der Gleitebene) beziehungsweise Phasen (unterschiedliche mechanische Eigenschaften).

Wenn Materialien unter diesen Umständen verformt werden, braucht man zusätzlich zu den statistisch verteilten Versetzungen aus Kompatibilitätsgründen noch so genannte geometrisch notwendige Versetzungen (engl.: Geometrically Necessary Dislocations GND) die eine solche Verformung ermöglichen beziehungsweise den Dehnungsgradienten akkommodieren. Dadurch tragen mehr Versetzungen zur Verformung bei, als in Abwesenheit eines solchen Gradienten. Der Beitrag zur Spannungserhöhung der geometrisch notwendigen Versetzungen kann mit dem Taylor Zusammenhang berechnet werden,

$$\Delta\sigma_f = \alpha G b \sqrt{\rho_{GND}}, \quad (2.2)$$

wobei α eine Konstante, G der Schubmodul und b der Burgersvektor ist. Es ist ersichtlich, dass es einen direkten Zusammenhang zwischen Anzahl der geometrisch notwendigen Versetzungen und der Spannungserhöhung gibt. Zudem erhöht eine Abnahme in einer Längeneinheit (bei Biegung in der Dicke des Balken) die Dichte der geometrisch notwendigen Versetzungen, da der Dehnungsgradient zunimmt. Jedoch reicht die Erklärung mit Hilfe des Dehnungsgradienten nicht aus, um die Größenabhängigkeit sowohl bei Mikro - Biegebalken [10] als auch bei uniaxialer Verformungsart (zum Beispiel Uchic [12]) zu erklären, beziehungsweise erklärt es auch nicht das Verhalten bei kleiner werdenden Indents [14] zur Gänze.

Motz et al [14] zeigten, dass bei Annahme einer "einfachen" Versetzungsstruktur ähnlich einer Kleinwinkelkorngrenze die Dehnungsgradienten - Theorie nicht ausreicht, um die starke Größenabhängigkeit in den Experimenten zu erklären. Daher werden drei Mechanismen angenommen, die für eine Erhöhung der Fließspannung verantwortlich sind:

- Eine kompliziertere Versetzungsstruktur, die zu einer höheren Versetzungsdichte führt.

¹Nicht nur bei Biegeversuchen, sondern auch bei Indentations- und Torsionsversuchen besitzt die Dehnung einen Gradienten, wobei dieser Gradient natürlich auch bei makroskopischen Proben auftritt.

- Da das Volumen der Proben kleiner wird, werden auch die zur plastischen Verformung zur Verfügung stehenden Versetzungsquellen weniger.
- Durch die neutrale Faser eines Biegebalken kommt es zum Aufstau der Versetzungen an dieser und dadurch zu einer Erhöhung der Spannung (Rückspannung auf die Versetzungen).

Somit ist nicht nur ein Mechanismus für die Erhöhung der Fließspannung verantwortlich, sondern eine Kombination aus diesen drei Mechanismen. Auch DDD (Discrete Dislocation Dynamics) Simulationen haben gezeigt, dass für die Größenabhängigkeit der Fließspannung und die Homogenität der Verformung die Versetzungsquellendichte, Quellenspannung² und Randbedingungen verantwortlich zu sein scheinen [15].

Außerdem wird von Kraft et. al [15] eine Unterteilung der Größenabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften in drei Bereiche vorgeschlagen, da in diesen Bereichen unterschiedliche Mechanismen für dieses Verhalten verantwortlich zu sein scheinen:

- 100 nm und darunter; Fehlen von Versetzungsquellen
- 100 nm bis 1 μm ; plastische Verformung von einzelnen Versetzungen getragen
- 1 μm und darüber; Schneidprozesse und Netzbildung von Versetzungen

Im Bereich unter 100 nm wird die mechanische Verformung durch das Fehlen der Versetzungsquellen dominiert. Einen Extremfall stellen die Zugversuche an defektfreien Whiskern³ dar, die Festigkeitswerte im Bereich der theoretischen Festigkeit erreichen können. Der zweite Bereich wird dadurch charakterisiert, dass bei durchschnittlicher Versetzungsdichte der Abstand zwischen den Versetzungen in der Größenordnung der Probenabmessung ist. Bei einer Versetzungsdichte von 10^{12} bis 10^{13} m^{-1} ergibt sich als charakteristische Länge 1 μm . Dadurch wird die plastische Verformung in diesem Übergangsbereich von einzelnen Versetzungen getragen und es kommt nicht zu einer Netzbildung. Über 1 μm sind die gleichen Vorgänge, wie Schneidprozesse von Versetzungen und Bildung von Versetzungsstrukturen, bei der Verformung der Mikro - Proben verantwortlich wie bei makroskopischen Proben (Bulkmaterialien). Wenn also die Probenabmessungen im Bereich des Abstandes der Versetzungen sind, kommt es zum Übergang vom "Bulk - Like" zum "Small Scale" Verhalten.

²Spannung, die benötigt wird, um eine Versetzungsquelle zu aktivieren. Diese ist abhängig von der Länge der Versetzung und Stärke der Rückspannung durch andere Versetzungen (zum Beispiel: Versetzungsaufstau).

³Whisker sind fast fehlerfreie Einkristalle, mit bis zu wenigen Mikrometern im Durchmesser.

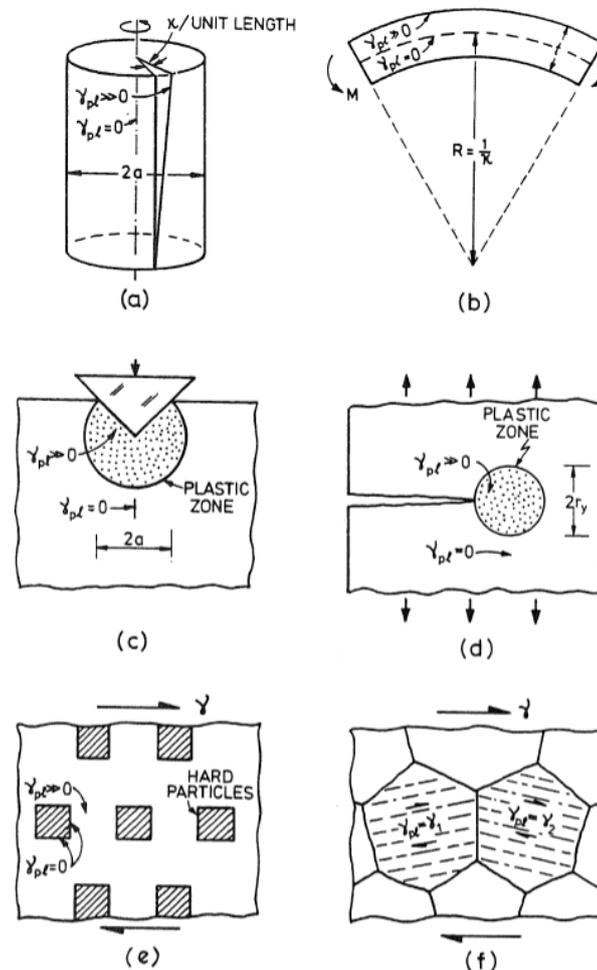


Abbildung 2.5.: Dehnungsgradienten werden durch geometrische Randbedingungen (a, b), lokale Randbedingungen (c, d) und mikrostrukturelle Randbedingungen (e, f) verursacht [13]. Sowohl bei Torsion a) als auch bei Biegung b) kommt es durch die Belastung zur ungleichmässigen Verteilung der Spannung und der Dehnung. Bei der Achse um die tordiert beziehungsweise gebogen wird ist der Wert Null und am Rand besitzt Spannung und Dehnung den Maximalwert. Auch bei Eindringen c) in Materialien und an Rissspitzen d) kommt es zu Dehnungsgradienten im Werkstück. Direkt unter dem Indenter und unmittelbar bei der Risspitze nimmt die Spannung einen maximalen Wert an, im umliegenden fällt diese jedoch auf Null ab. Zusätzlich spielt auch die Mikrostruktur eine Rolle; bei mehrphasigen Materialien (härtere und weichere Phase) und Polykristallen (unterschiedliche Orientierung der Körner) kommt es in den einzelnen Bereichen (harte bzw. weiche Phase und Korn mit harter bzw. weiche Orientierung) zu unterschiedlichen Dehnungen, daher entsteht ein Dehnungsgradient.

Kapitel 3.

Probenherstellung

Um Proben für Versuche im μm - Maßstab möglichst schädigungsfrei aus Bulkmaterial herzustellen, muss die Probenpräparation in mehrere Schritte unterteilt werden. Da das Probenmaterial, auch Einkristalle, meist makroskopisch vorliegt, muss als erstes eine mechanische Bearbeitung vorgenommen werden. Danach folgt die elektrochemische Bearbeitung, und dies aus zweierlei Gründen: zum einen, um die Verformungsschicht, die durch die mechanische Präparation entstanden ist, zu entfernen, zum anderen kann man so sehr kleine Spitzenradien erzeugen. Erst nach diesen Schritten erfolgt die Probenherstellung im FIB.

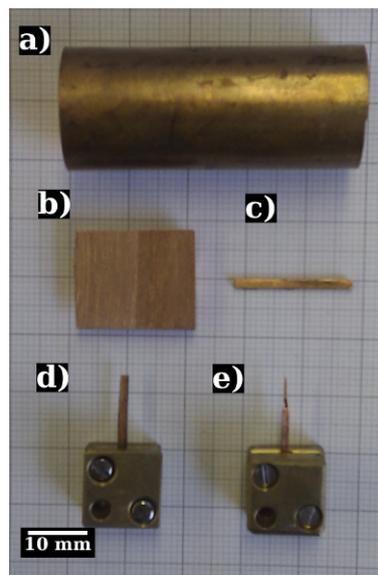


Abbildung 3.1.: Schritte bei der mechanischen und elektrochemischen Probenherstellung: **a)** einkristallines Probenmaterial, **b)** filiierte Scheibe, **c)** Kupferbalken mit $[\bar{2}34]$ - Richtung in Stabachse, **d)** Messingblock mit eingespannten Kupferbalken, **e)** elektrochemisch geätzte Spitze

3.1. Mechanische Bearbeitung

Wie schon zu Beginn erwähnt, ist der erste Schritt bei der Herstellung der Proben die mechanische Bearbeitung. Auf Abbildung 3.1 sind die einzelnen Schritte dargestellt. Zuerst wird vom einkristallinen Stangenmaterial (Abb. 3.1a) ein Zylinder mit ca. 2 cm Länge unter Zuhilfenahme einer Diamantdrahtsäge abgeschnitten. Danach wird dieser Zylinder "filetiert" (Abb. 3.1b) und zu kleinen Kupferbalken (Abb. 3.1c) geschnitten. Diese haben eine Abmessung von ca. $1 \times 1 \times 20 \text{ mm}^3$ und werden, um die weitere Handhabung zu erleichtern, in einen Messingblock (Abb. 3.1d) geklemmt. Auf Grund der Bearbeitung mit der Diamantdrahtsäge entsteht eine oberflächliche Verformungsschicht, die eine höhere Versetzungsdichte besitzt. Diese muss, da eine höhere Versetzungsdichte ein anderes mechanisches Verhalten hervorruft (Kaltverfestigung), entfernt werden. Daher wird als nächster Schritt der Kupferbalken elektrochemisch geätzt.

3.2. Elektrochemisches Ätzen

Dieses elektrochemische Verfahren wird auch bei der konventionellen Atomprobenspitzenherstellung angewandt. Eine Skizze und der exakte Aufbau sind in Abbildung 3.2 zu sehen.

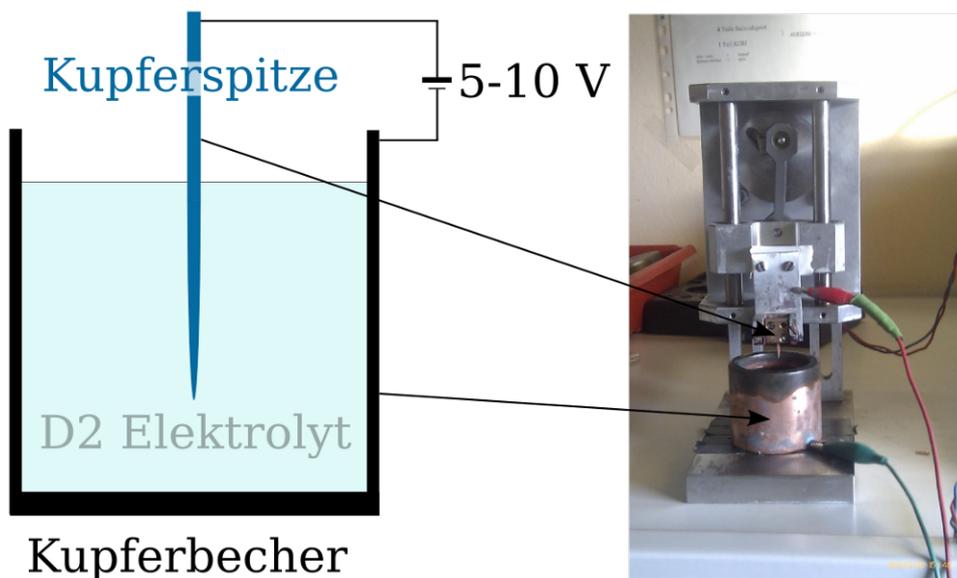


Abbildung 3.2.: Skizze und Photo des Aufbaus zum automatischen elektrochemischen Ätzen

Das elektrochemische Ätzen entfernt die zuvor entstandene Verformungsschicht und reduziert die FIB - Zeit auf ein Minimum, da Material abgetragen wird und der Kupferbalken eine Nadel-

form mit einem Spitzenradius von ca. 5 μm annimmt. Abbildung 3.3 zeigt eine solche Nadel, bei der man erkennen kann, dass der Querschnitt fast kreisrund ist.

Der Kupferbalken wird als positive Elektrode und der Kupferbecher als Gegenelektrode geschaltet. Damit man den Balken ausreichend spitz bekommt, muss dieser in vertikaler Richtung aus bzw. in den Elektrolyt bewegt werden. Diese Bewegung des Balkens wird durch die in Abbildung 3.2 dargestellte Apparatur ermöglicht. Es dauert ca. 45 min, bis man eine Nadel mit ausreichend kleinem Spitzenradius bekommt. Als Elektrolyt wurde der Standard D2 Elektrolyt von Struers verwendet, welcher aus Phosphorsäure, Ethanol, Propanol, Wasser und Harnstoff besteht und in der Metallographie zum elektrochemischen Polieren von Kupfer verwendet wird.

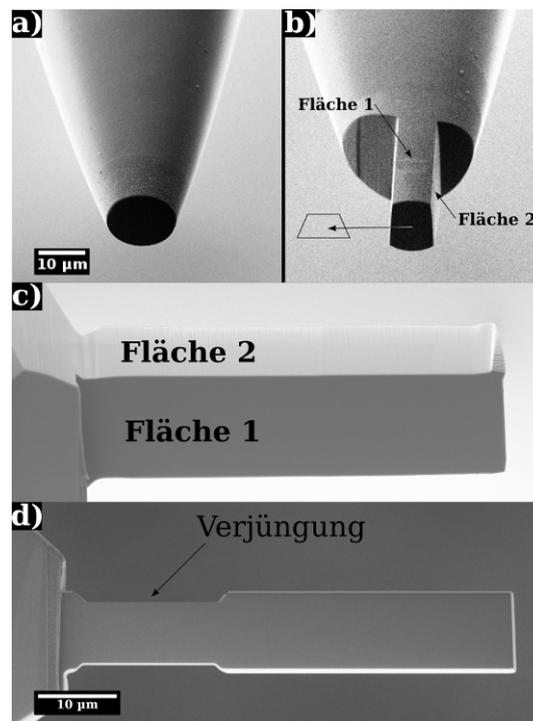


Abbildung 3.3.: Notwendige Schritte bei der FIB - Präparation: **a)** Spitze mit kreisrundem Querschnitt nach erstem FIB Schnitt, **b)** trapezförmiger Querschnitt bei falscher Kippung, **c)** Probe nach 90° Drehung und Präparation der zweiten Seite, **d)** fertige Biegeprobe mit Verjüngung

3.3. FIB Präparation

Das verwendete Rasterionenmikroskop ist eine Crossbeamworkstation 1540XB der Firma Zeiss. In der Abbildung 3.4 ist ein Aufbau des Inneren der Probekammer eines solchen Geräts gezeigt.

Dabei handelt es sich um eine Kombination aus FIB - Säule und REM. Der Aufbau eines solchen Dualbeam - Geräts ist dem eines REM zu vergleichen. Zusätzlich wird an die Vakuumkammer noch die FIB - Säule angebracht, die einfach über die Software des REM gesteuert wird. Die Funktionsweise ist in beiden Fällen ähnlich. Teilchen werden aus einer Quelle auf die Probe beschleunigt, wobei sie durch ein System aus Linsen und Blenden fokussiert werden.

Rasterelektronenmikroskop Als Elektronenquelle können verschiedene Systeme verwendet werden:

- Glühkathoden (meist Wolfram oder LaB_6)
- Kalte Feldemission
- Warme Feldemission bzw. Shottky Emitter

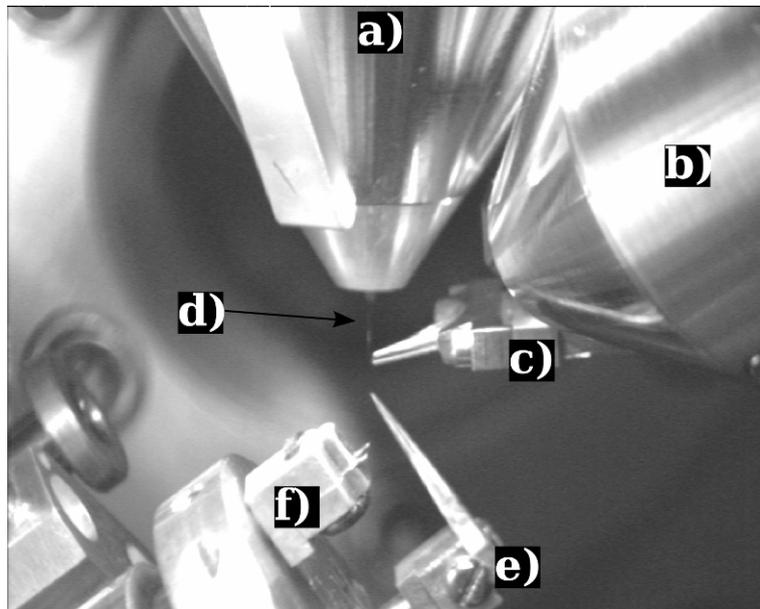


Abbildung 3.4.: a) REM - Säule, b) FIB - Säule, c) GIS - System, d) Mikromanipulatorspitze, e) Kupfernadel, f) Halter mit Omniprobe - Support

In diesem Gerät wird ein Shottky Emitter als Elektronenquelle verwendet. Dieser hat gegenüber der Glühkathode eine höhere Brillanz und kleinere virtuelle Quellgröße. Gegenüber der kalten Feldemission hat diese zwar eine größere virtuelle Quellgröße, was in einer etwas schlechteren Auflösung resultiert, aber eine höhere Stabilität. Die Brillanz ist die Anzahl von Elektronen (Elektronenstrom) bezogen auf die Quellgröße. Auf Grund der kleineren virtuellen Quellgröße

und dem speziellen Aufbau der Objektivlinse dieses Geräts kann man eine theoretische Auflösung ¹ von unter 1 nm erreichen. Die Beschleunigungsspannung kann zwischen 0,1 und 30 kV gewählt werden. Durch die Wechselwirkung zwischen Elektronen und Probenoberfläche kommt es zu verschiedenen Phänomenen, wobei die Signale aus einem Bereich stammen, der einige Mikrometer haben kann und Anregungsbirne genannt wird. Meist werden die Sekundärelektronen für die Bildentstehung verwendet. Diese entstehen durch inelastische Streuung der Primärelektronen mit den Atomen der Probe und haben eine geringere Energie als die elastisch rückgestreuten Elektronen und kommen daher nur aus einer geringen Tiefe.

Da die Sekundärelektronenausbeute mit der Neigung und der Art der Oberfläche variiert, zB. Kante, Rundung oder Ebene, entsteht ein topographischer Kontrast. Diese sogenannten Sekundärelektronen werden dann durch einen Eberhart Phornley Detektor verarbeitet und in ein für den Computer verarbeitbares Signal bzw. einen Grauwert umgewandelt. Da der Strahl rasterförmig über die Oberfläche geführt wird, hat man zugleich ortsabhängig den jeweiligen Sekundärelektronenstrom (= Grauwert), woraus ein Bild zusammengesetzt werden kann.

Focused Ion Beam Dieses Gerät hat in der Materialforschung sehr an Bedeutung gewonnen. Entstanden ist es im Bereich des Prototypings in der Mikroelektronik (Trennen bzw. Neulegung von Leiterbahnen, Zielpräparation an Integrierten Schaltungen zur Fehleranalyse uvm.), jedoch eignet es sich auch sehr gut zur Herstellung von mikro-skalierte Proben, da durch die gute Fokussierbarkeit—die Auflösung bei neuen Geräten liegt bei 2,5 nm (Cobra-Säule der Firma Orsayphysics)—eine zielgenaue Probenpräparation möglich ist. Der Aufbau einer solchen FIB - Säule kann vom Prinzip her mit dem eines REM verglichen werden. Es gibt verschiedene Arten von Ionenquellen

- Gasquellen (zB. Argon, wird zB. in der TEM - Probenpräparation verwendet)
- Flüssigmetall - Quellen (kommen in FIB - Workstations zum Einsatz)

Diese Flüssigmetallquellen (engl. Liquid Metal Ion Source) bestehen aus einer Spitze, die von einem Metall überzogen ist, das durch ein Reservoir bereitgestellt wird. Als Quellenmaterial kommen nur bestimmte Metalle bzw. Eutektika in Frage. Meist wird Gallium verwendet, dessen Schmelzpunkt bei 29,76 °C liegt. Das Gallium auf der Spitze wird durch ein großes elektrisches Feld ionisiert (Feldemission) und beschleunigt. Die zwei größten Unterschiede im Vergleich zu einem REM sind

- kein Crossover im Strahlengang (Vermeiden der Streuung der großen Ionen)
- elektrostatische Linsen

¹Durchmesser des Elektronenstrahls auf der Probenoberfläche

Der zweite Punkt macht die Fokussierung des Strahls komplizierter, da verhältnismässig hohe Spannungen (einige kV) verwendet werden müssen, was die Regelung erschwert. Diese Problematik entsteht dadurch, dass bei elektromagnetischen Linsen, die von der Regelung einfacher sind, die Fokuslänge von der Masse der Teilchen abhängt, was bei Elektronen kein Problem darstellt. Bei Galliumionen kann diese Abhängigkeit von der Masse insofern nicht unberücksichtigt gelassen werden, da Gallium zwei stabile Isotope besitzt, wobei sich das Isotopenverhältnis wie folgt verhält: 60,1% ^{69}Ga zu 39,9% ^{71}Ga . Deshalb müssen in einer FIB - Säule elektrostatische Linsen verbaut werden, da deren Brechungsindex von der Masse der Teilchen unabhängig ist. Der so gebündelte Strahl wird nun wie bei einem REM mit Hilfe eines Scangenerators über die Probe gerastert. Es kommt auch hier zu einer Reihe von Wechselwirkungsprozessen, z.B. unter anderem zur Entstehung von Sekundärelektronen, die wiederum zur Bildgewinnung herangezogen werden können. Die wichtigste Wechselwirkung ist aber das Abtragen. Dabei werden durch Primärionen Atome und Ionen aus dem Atomverbund der Probe geschlagen. Dadurch entsteht neben dem gewünschten Abtrag auch eine Schädigung, die mehrere 10 nm in die Probe hineinreichen kann. Die Ausprägung dieser geschädigten Schicht ist von mehreren Faktoren abhängig [16]:

- Beschleunigungsspannung
- $Dosis = I \cdot t$ (diese kann nur schwer beeinflusst werden, da zwar die Ionenstromstärke I erniedrigt werden kann, dann aber die Zeit t , die benötigt wird, erhöht wird und dadurch die Dosis konstant bleibt)
- Einfallswinkel (schleifend oder senkrecht zur Probe)

Der Vorteil einer solchen Dual-Beam-Workstation, wie sie hier verwendet wurde, ist, dass man während des Schneidens mit dem Ga^+ - Strahl mit dem REM ein direktes Bild der Probe erhält, da für beide Säulen ein eigener Scangenerator zur Verfügung steht. Dies erleichtert die genaue Bearbeitung der Probe. Die Herstellung der Mikrobiegebalken ist von der Vorgehensweise ähnlich wie bei Kiener [11] für Zugproben, einzig die Geometrie unterscheidet sich.

Um eine Form in eine Probe zu schneiden, wird einfach die gewollte Geometrie ausgewählt und Ionenstrom und Dauer eingestellt. Der FIB - Strahl rastert den so definierten Bereich ab. Für die Grobschnitte wurden ein Ionenstrom von 10 nA bei einer Beschleunigungsspannung von 30 kV verwendet, da man viel Material beseitigen muss und dies bei geringeren Strömen zu viel Zeit in Anspruch nehmen würde. Die endgültige Form wird dann mit 1 nA bei 30 kV in die Probe geschnitten. Da sich die Atome, die durch den FIB - Strahl abgetragen werden, aber auch wieder

teilweise anlagern können, werden mehrere sogenannte Layers verwendet. Bei einer Layerzahl von z.B. 10 wird der Strahl 10 mal in der eingestellten Dauer über die definierte Geometrie geführt. Dieses mehrmalige Abrastern des Bereichs führt zu einer besseren Entfernung des wiederangelagerten Materials. Da die Probe als Querschnittsfläche ein Rechteck besitzen soll, muss diese während der Präparation mehrmals gedreht werden. Hierfür wird der Messingblock aus dem FIB - Halter genommen und um 90° gedreht wieder eingebaut. In Abbildung 3.3 sind die einzelnen Schritte zu sehen. Auf Bild b ist der erste Schnitt dargestellt: der FIB - Strahl steht senkrecht zur Fläche 1. Damit man die Form in Bild c erhält, muss wie vorher beschrieben, die Probe gedreht werden. Nun steht die Fläche 2 senkrecht zum FIB - Strahl und man kann den Quader fertigen. Die Verjüngung (Abbildung 3.3 d) wird mit 500 pA bei 30 kV geschnitten, um die Verformung in diesem Bereich zu lokalisieren und den Übergang von Nadel zu Probe nicht abrupt verlaufen zu lassen. Der geringere FIB - Strom wird gewählt, um eine gute Oberflächengüte zu erhalten. Der Einfluss der FIB - Schädigung kann für die mechanischen Daten vernachlässigt werden, da die amorphe Schicht nur einige nm beträgt. Zusätzlich kann es durch die fehlende Kristallstruktur zu keiner Ausscheidungshärtung bzw. nicht zur Emittierung von Versetzung aus dieser Schichte kommen, wie bei Kiener [16] berichtet.

Auf Grund der Größe und des Versuchsaufbaus ist zusätzlich noch zu beachten, dass der Überkippungswinkel richtig gewählt wird, da bei schlecht korrigiertem Winkel durch die Strahlgeometrie des FIB - Geräts ansonsten ein Trapez entsteht (Abb. 3.3b). Dadurch würde der Biegung im Versuch Torsion überlagert werden und zur Verfälschung der mechanischen Daten und unter Umständen auch zu einem anderen Schädigungsbild führen.

3.4. TEM Probenherstellung

Die zuvor beschriebenen Präparationsschritte dienen zur Erzeugung der Biegebalken für die zyklischen Biegeversuche. Um aus den verformten Balken TEM - Proben herzustellen, sind weitere Schritte notwendig. Da die geringere Größe der Proben für konventionelle TEM - Probenpräparation (elektrochemisches Ätzen, Dimpel - Grinder, Argonmilling etc.) nicht geeignet ist, muss man diese im FIB durchführen. Dafür muss der Kupferbiegebalken zuerst mit einer Schutzschicht beschichtet werden, damit der Bereich, von dem die TEM - Proben hergestellt werden sollen, vor der weiteren Schädigung bzw. vor Materialabtrag geschützt ist. Für unsere Anwendung hat sich eine Wolframschicht als sehr brauchbar erwiesen, und dies zum einen durch die mechanische Stabilität und zum anderen durch den besseren Widerstand gegen den Abtrag durch den Ionenstrahl.

Zum Abscheiden von Wolfram wird ein $W(CO)_6$ - Precursergas (Wolframhexacarbonyl) verwen-

det, welches durch die GIS in die Probenkammer der FIB - Workstation direkt auf die Probenoberfläche eingelassen wird. Das Precursorgas befindet sich in einem Reservoir außerhalb der Probenkammer, welches auf 80 °C erhitzt und durch eine Kapillare eingeleitet wird. Durch den Ionenstrahl bei 50 pA und 30 kV wird das Precursorgas gecrackt und das Wolfram auf der Oberfläche abgeschieden. Der Bereich, in dem Abgeschieden werden soll, kann ganz einfach im Programm des FIB grafisch definiert werden. Einzig die Art und Weise, wie der Ionenstrahl über die Oberfläche geführt wird, unterscheidet sich. Beim sogenannten "Deposition Mode" wird der Strahl kontinuierlich mit vorgegebener Frequenz in x und y Richtung in der definierten Geometrie geführt. Damit die Probe während des nachfolgenden Präparationsvorgangs ausreichend geschützt ist, sollte die Wolframschicht eine Mindestdicke von 2 μm aufweisen.

Als nächster Schritt wird mit Hilfe eines Mikromanipulators der Firma Kleindiek die Biegeprobe

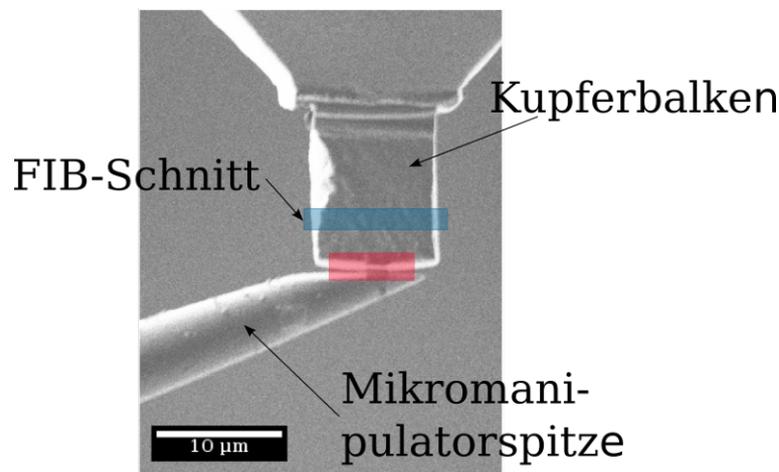


Abbildung 3.5.: Angenäherte Mikromanipulatorspitze und die ermüdete Probe, die bis zur verjüngten Stelle entfernt wurde. Im rot markierten Bereich wird eine Wolframschicht abgeschieden. Dadurch wird die Probe mit dem Halter verklebt. Im blau markierten Bereich wird dann die Probe mit dem FIB durchtrennt.

von der Nadel auf einen Probenhalter von Omniprobe transferiert. Dazu wird eine Wolframnadel, die durch elektrochemisches Ätzen aus einem Wolframdraht mit 0,2 mm Durchmesser hergestellt wurde, durch den Mikromanipulator in Kontakt mit der Probe gebracht (Abb.3.5). Dabei muss man sehr vorsichtig vorgehen, um die Probe nicht zusätzlich zu verformen. Anschließend werden Probe und Wolframnadel durch Abscheiden einer Wolframschicht miteinander verklebt (rotes Rechteck in Abb. 3.5). Danach wird die Probe mit dem Ionenstrahl durchtrennt (100 pA bei 30 kV). Der Bereich ist in der Abbildung 3.5 mit einem blauen Rechteck gekennzeichnet. Dadurch befindet sich ein Teil der Probe auf der Nadel des Mikromanipulators. Nun muss dieser Teil

auf einem Halter befestigt werden. Der verwendete Support stammt von der Firma Omniprobe und besteht aus Kupfer. Dieser Halter ist so konstruiert, dass er problemlos in einen Standard TEM - Halter passt. Der Transfer von Wolframnadel auf den Omniprobe - Halter verläuft auf die gleiche Weise wie zuvor von der Probe auf Wolframnadel. Die Wolframschicht hat zwar eine gute mechanische Stabilität, jedoch muss der Transfer sehr vorsichtig durchgeführt werden, da ansonsten die Lamelle beschädigt wird oder gar verloren geht. Nach der Annäherung mit dem Mikromanipulator muss die Probe wieder mit einer Wolframschicht auf den Omniprobe - Halter befestigt werden. In Abbildung 3.6 kann man erkennen, wie der Spalt zwischen Support und Lamelle während des Abscheidens verkleinert wird. Nach einer gewissen Zeit ist die Schicht so dick, dass die Lamelle an ihrer Position bleibt. Jetzt kann der Teil der Wolframnadel, der Kontakt mit der Kupferprobe hat, weggeschnitten werden. Nun befindet sich ein Teil der Biegeprobe auf dem Halter und kann zu einer TEM - Lamelle weiter bearbeitet werden. Die Abmessungen dieses Teilstückes hängen natürlich von der Größe der Biegeprobe ab, befinden sich aber bei ca. $2\ \mu\text{m} \times 8\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ (Abb. 3.6). Auf diese Art können mehrere Lamellen aus einer μm - skalierten Probe hergestellt werden.

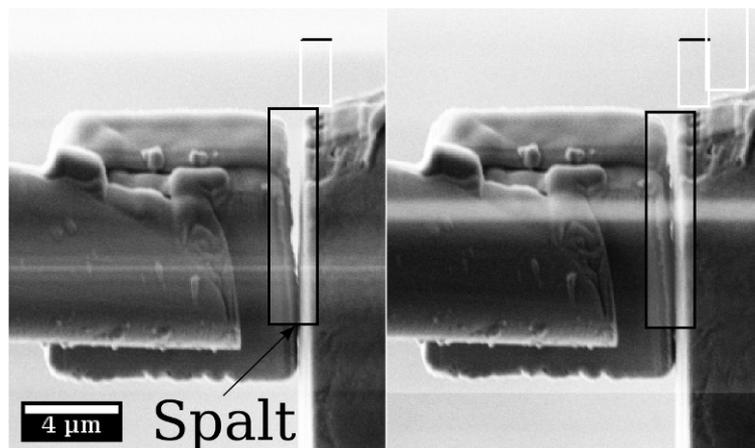


Abbildung 3.6.: Die Kupfer Probe wird durch das Abscheiden einer Wolframschicht auf dem Omniprobe - Halter fixiert. Es ist das kleiner werden des Spalts zwischen Probe und Halter das Abscheiden zu sehen. Die weißen Rechtecke sind die in der Software des FIB definierten Bereiche in denen abgeschieden wird.

Nach diesen Schritten beginnt erst die endgültige TEM - Probenpräparation. Dazu muss die Probe die richtige Kippung aufweisen, da bei einem falschen Winkel eine trapezförmigen Lamelle entsteht. Der erste Schritt der Präparation wird bei einer Beschleunigungsspannung von 30 kV und einem Strom von 50 pA des FIBs durchgeführt. Um die gewünschte Dickenabnahme zu beob-

achten, wird während dem Schneiden mit dem Ionenstrahl die Probe mit dem Elektronenstrahl abgerastert. Dies ist notwendig, da man den FIB - Strahl manuell in Richtung Probe bewegt. Dadurch entsteht ein Bereich mit ca. $3\ \mu\text{m}$ über die gesamte Probendicke (Abb. 3.7a). Die Beschleunigungsspannung des REM beträgt dabei 10 kV. Dieser Schritt wird von beiden Seiten der Probe durchgeführt, bis die Lamelle im geschnittenen Bereich merklich an Helligkeit zunimmt (Abb. 3.7b). Dieses Phänomen der Helligkeitsänderung entsteht durch die größer werdende Ausbeute an Sekundärelektronen mit abnehmender Probendicke. Bei ausreichender "Dünnheit" der Probe, wechselt man in den "Low Energy Mode" (5 kV) des FIB und ändert die Beschleunigungsspannung des Rasterelektronenmikroskops auf 5 kV. Da die Energie der Elektronen nun geringer ist, nimmt die Helligkeit der Lamelle wieder ab (siehe Abb. 3.7c) und man kann mit der gleichen Vorgehensweise wie beim ersten Schritt die Lamelle weiter dünnen, bis man wieder eine Helligkeitszunahme beobachtet (Abb. 3.7d). Der "Low Energy Mode" wird verwendet, um die FIB Schädigung zu verringern. Jedoch ist auf Grund der geringeren Beschleunigungsspannung der Strahl nicht mehr so fokussiert und die Bildqualität beim Abbilden mit dem Ionenstrahl nimmt drastisch ab. Zusätzlich muss auf Grund des defokussierten Strahls der Kippwinkel wieder angepasst werden. Dieser liegt meist zwischen 2° und $3,5^\circ$ und ist stark von der Geometrie der Probe (Parallelität der Seitenflächen) und der Strahlgeometrie abhängig.

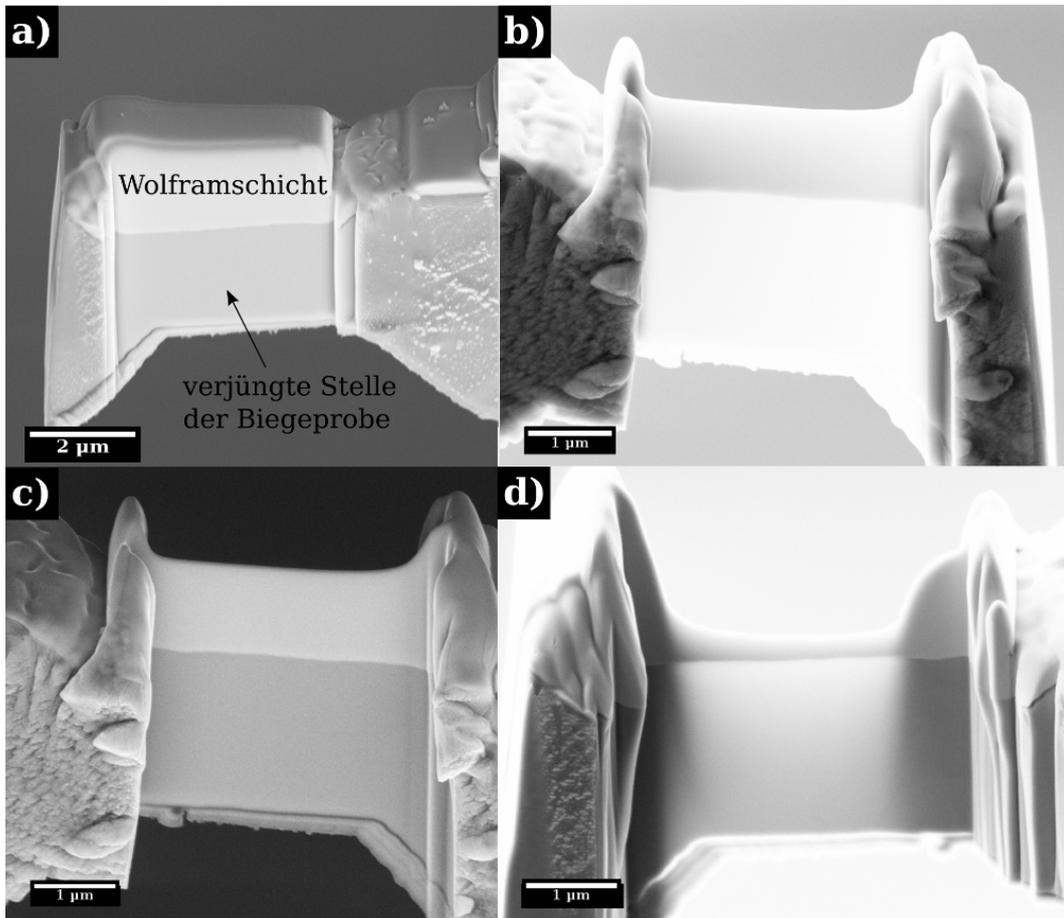


Abbildung 3.7.: Schrittweise Fertigung der TEM - Probe: **a)** befestigte Kupferprobe mit Wolframschicht und erstem Schnitt, **b)** Helligkeitszunahme bei 10 kV Beschleunigungsspannung des REM und nach Polieren mit dem FIB bei 30 kV, **c)** gleicher Schritt nur mit REM bei 5 kV, **d)** Probe nach Polieren mit dem FIB bei 5 kV und Helligkeitszunahme bei 5 kV mit dem REM

Versuchsdurchführung und Auswertung

Um die μm - skalierten Proben testen zu können, wird ein geeigneter Testaufbau benötigt. Unter anderem besteht die Notwendigkeit, die Probe während der Ausrichtung zu beobachten. Daher wurden die Versuche in einem REM durchgeführt.

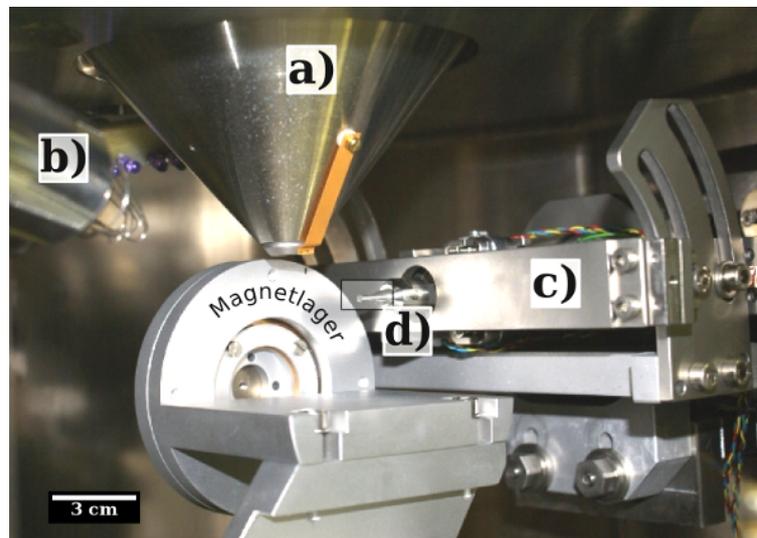


Abbildung 4.1.: Der Aufbau, wie er für die Versuche im *LEO 982* der Firma *Zeiss* verwendet wurde: **a)** Ende der REM - Säule, **b)** Sekundärelektronendetektor, **c)** Indenter, **d)** aufgeschraubte Indenterspitze

4.1. Versuchsaufbau

In Abbildung 4.1 ist der komplette Aufbau bei offener Vakuumkammertür zu sehen. Die Probe wird auf den Tisch des REM befestigt und kann über diesen ausgerichtet werden. Es sind fünf Verfahrachsen vorhanden, drei lineare und zwei Rotationsachsen. Dadurch kann die Positi-

on und die Verdrehung der Probe relativ zum Indenter des Biegebalkens sehr genau eingestellt werden. Die Belastung der Probe wird durch den in-situ Indenter der Firma ASMEC durchgeführt. Der Aufbau des Indenters besteht im Wesentlichen aus einem Piezo, zwei Rahmen und zwei induktiven Wegmessern (Abb. 4.2). Die Rahmen sind durch Blattfedern (Abb. 4.2 e) miteinander verbunden, wobei am inneren Rahmen (Abb. 4.2 b) ein Stab (Abb. 4.2 d) angebracht und über die Blattfedern gelagert ist. Auf diesem Stab wird die Indenterspitze befestigt. Der Piezo, der am äußeren Rahmen (Abb. 4.2a) befestigt ist, drückt gegen den inneren Rahmen. Dadurch wird, wenn die Spitze mit der Probe Kontakt hat, der Stab relativ zum inneren Rahmen gegen die Federkraft verschoben. Diese zwei Bewegungen

- Verschiebung des inneren Rahmen
- Verschiebung der Spitze

werden über die induktiven Wegabnehmer (Abb. 4.2 f) gemessen.

Die Kraft wird einfach über die Federkonstante berechnet: $F = k * u$; u ist die relative Verschiebung des Stabes zum inneren Rahmen. Damit aber eine Kraft aufgebracht werden kann, muss das Indentersystem eine sehr hohe Steifigkeit aufweisen. Sowohl die Kraft als auch der Weg werden während des Versuchs kontinuierlich aufgezeichnet, wobei die Abtastfrequenz (engl. Sampling Rate) zwischen 8 und 64 Messpunkten pro Sekunde gewählt werden kann. Der Indenter kann über einen x-y - Tisch von außerhalb der Kammer mechanisch bedient werden. Dadurch ist es möglich, die Indenterspitze genau unter dem Elektronenstrahl des REM zu positionieren. Damit die Biegeprobe bei einem Spannungsverhältnis von $R = -1$ zyklisch verformt werden kann, das heißt die Biegeprobe muss sowohl in die eine Richtung als auch in die Gegenrichtung gebogen werden, braucht man eine besondere Greiferform. Mit einer einfachen Klingenform könnte man nur einen monotonen Biegeversuch durchführen. Daher wurde eine Doppelklinge als Greifer für die zyklischen Versuche verwendet (Abb. 4.3). Der Greifer mit Hilfe des FIB in eine Wolframnadel geschnitten. Um den Greifer mit dem Indenter zu verwenden, wird die Spitze in einen speziellen Halter geklebt. Danach kann man die Spitze einfach mit dem Halter auf den Stab des Indenters aufschrauben.

4.2. Durchführung

Die Versuche wurden, wie vorher schon erwähnt, in-situ in einem REM durchgeführt, wobei ein Vakuum von ca. 2×10^{-6} mbar in der Kammer herrscht. Der Einfluß des Vakuums auf die Entwicklung der Mikrostruktur bzw. auf die Bildung von PSBs kann vernachlässigt werden.

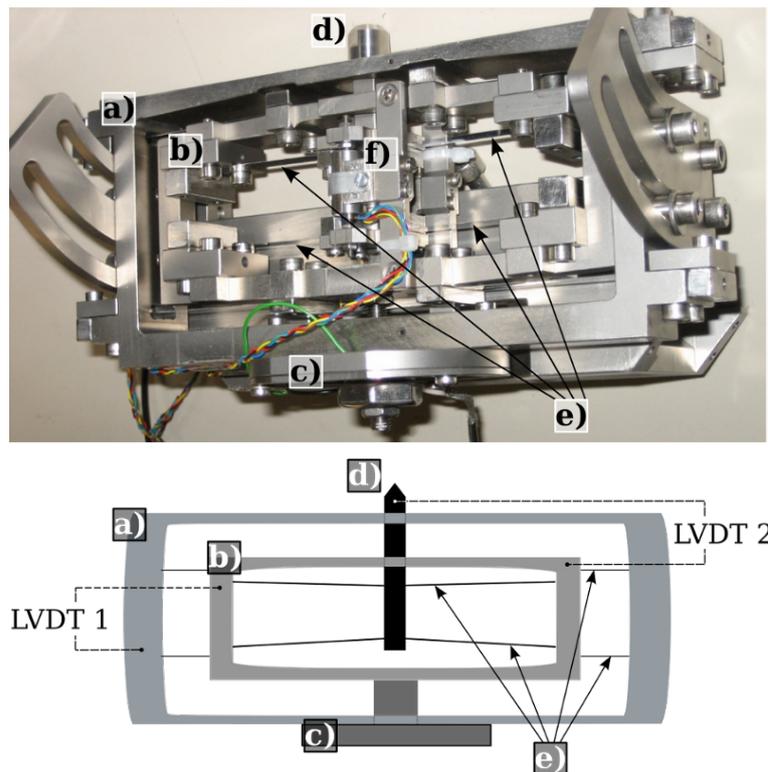


Abbildung 4.2.: Photo des Indenter der Firma ASMEC. Die wichtigsten Teile sind wie folgt: **a)** äußerer Rahmen, **b)** innerer Rahmen, **c)** Piezo, **d)** Stab mit Innengewinde am Ende, **e)** Blattfedern und **f)** Wegaufnehmer (LVDT).

Dies wurde bereits von Wang [17] gezeigt. Auf die Lebensdauer bei zyklischer Verformung wird der Einfluß erst bei Ultrahochvakuum (10^{-7} mbar - 10^{-12} mbar) relevant, da man bei 10^{-6} mbar (Hochvakuum) immerhin eine Monolage adsorbierten Restgases nach einer Sekunde erreicht. Dieser Zusammenhang besitzt die Einheit Langmuir und ist in der Oberflächenphysik sehr wichtig.

Der Indenter wird in weg-gesteuerter Betriebsart verwendet, das heißt die Wegamplitude bleibt konstant. Durch Vorgeben einer sinusförmigen Spannung als Versorgungsspannung für den Piezo (Abb. 4.4) wird ein Sinus in der Wegkurve erreicht. Die Signalart kann in der Software leicht eingestellt werden. Die Dauer eines Zyklus hängt von der Größe der Probe bzw. dem Verfahrensweg ab. Bei den $8\ \mu\text{m}$ - Proben beträgt die Zykluszeit ca. 20 Sekunden. Dies folgt aus der Trägheit des Indentersystem, da das System eine große Masse besitzt und der Piezo nicht schneller auf das vorgegebene Signal reagieren kann. Daher sind größere Wege bei gleicher Zeit bzw. gleicher Weg bei geringerer Zeit nicht möglich. Durch das Sinussignal und die Doppelklingenform des Grei-

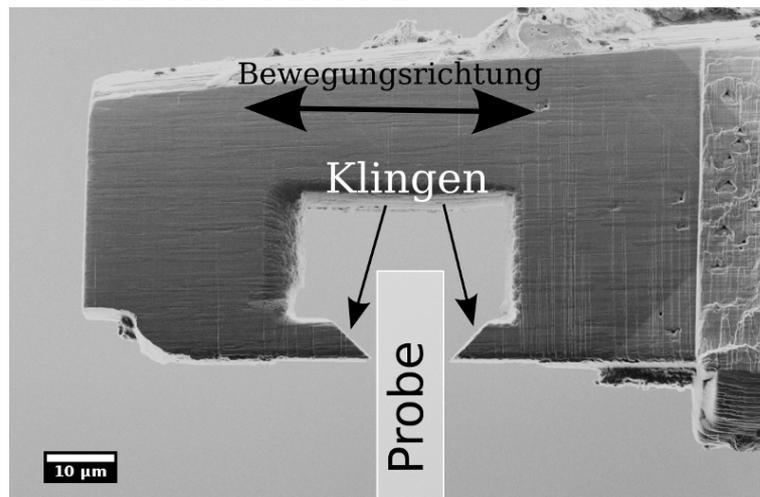


Abbildung 4.3.: Der Greifer wird mit Hilfe des FIB in eine Wolframnadel geschnitten. Das weiße Rechteck symbolisiert die Position der Probe während des Versuchs. Die Bewegungsrichtung des Greifers ist senkrecht zur Probenlängsachse.

fers wird die Biegeprobe in beide Richtungen gebogen und es wird ein Spannungsverhältnis von $R = -1$ erreicht. Dieses Verhältnis wurde aus zwei Gründen gewählt, da

- in technischen Anwendungen $R = -1$ das dominierende Spannungsverhältnis ist und
- um eine komplette Reversibilität der plastischen Verformung zu erreichen.

Man erhält dann eine Kraftkurve (Abb. 4.4), die eine leichte Phasenverschiebung aufweist, da wie im LCF - Bereich üblich, eine plastische Verformung vorhanden ist. Dadurch kommt der Greifer bei der Rückbiegung bereits früher in Kontakt mit der Probe. Zusätzlich kommt es zu einem längeren Nulldurchgang in der Kraftkurve, da zwischen Greifer und Probe ein kleiner Spalt besteht. Dieser Spalt ergibt sich durch den Versuchsaufbau, damit die Probe zwischen den zwei Klingen des Greifers positioniert werden kann. Dies wäre bei genauerer Passung nicht möglich. Daher ist die Öffnung der Klingen um ca. $1 \mu\text{m}$ größer als die Breite der Probe.

4.3. Datenaufbereitung

Da die Daten mit einem verlängerten Nulldurchgang vorliegen (Abb. 4.5) und eine Auswertung der Kurve in dieser Form sehr erschwert ist, muss nun dieser verlängerte Nulldurchgang aus der Kraft - Weg Kurve entfernt werden (Abb. 4.5).

Dies wurde auf unterschiedliche Wege versucht. Als sehr hilfreich hat sich das Programm Matlab von Mathworks erwiesen, da es mit einem sehr großen Datenvolumen umgehen kann. Ein

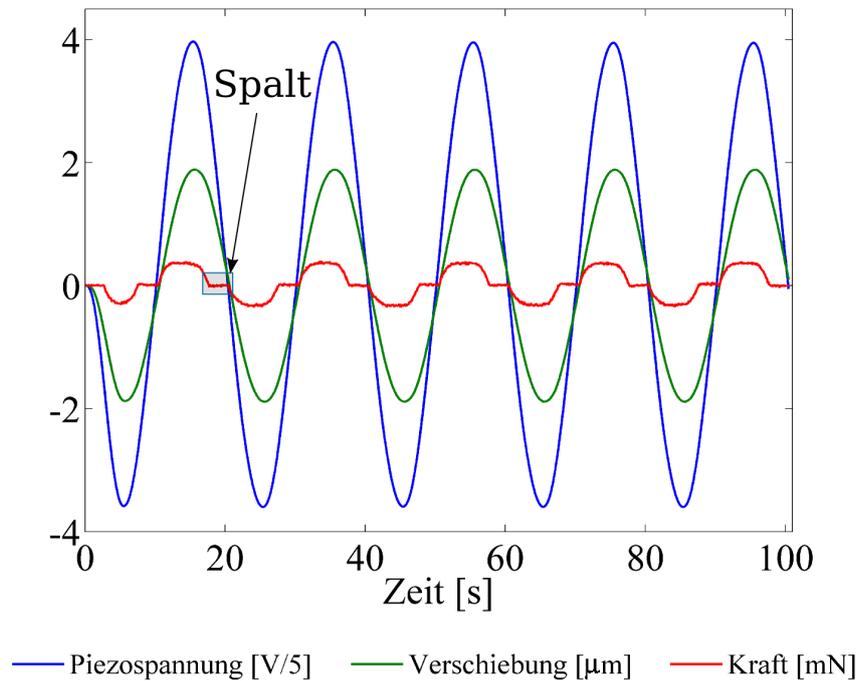


Abbildung 4.4.: Während des Versuchs werden drei Signale und die jeweilige Zeit aufgezeichnet. Durch den Versuchsaufbau ergibt sich ein Spalt zwischen Greifer und Probe (auf beiden Seiten). Dies spiegelt sich im Kraftsignal durch einen “verlängerten Nulldurchgang” wieder.

Lastwechsel dauert ca. 20 Sekunden und eine Probe wurde minimal mit 2000 Lastwechsel zyklisch verformt. Das ergibt ca. 1,2 Mio Datenpunkte und dies mal 4, da 4 Werte mit aufgezeichnet werden (Zeit, Weg, Kraft, Piezospannung). Daher ist es sinnvoll, die Versuche in Abschnitte zu je 100 Lastwechseln aufzugliedern. Außerdem kann dadurch ein großer thermischer Drift des Piezo vermindert werden, da zwischen den Versuchsblöcken die Position der Probe korrigiert werden kann. Dieser Drift der Nulllage des Piezo kann ganz einfach mit einem linearen Fit im Kraft - Zeit Diagramm und der daraus resultierenden Geradengleichung berichtigt werden (siehe Anhang A). Mit einem kleinen Skript ist versucht worden, den verlängerten Nulldurchgang automatisiert zu entfernen. Bei den meisten Daten hat dies auch funktioniert, jedoch haben sich teilweise Artefakte eingeschlichen (Drift der Kraft - Weg Kurve)¹. Diese hätten zu einer falschen Interpretation der Daten führen können (Anhang A). Daher wurden die meisten Daten händisch in der Grafikumgebung von Matlab aufbereitet.

¹Ein Phänomen, welches normalerweise auf zyklisches Kriechen bzw. unterbrochenes Zeitstandkriechen deuten lässt.

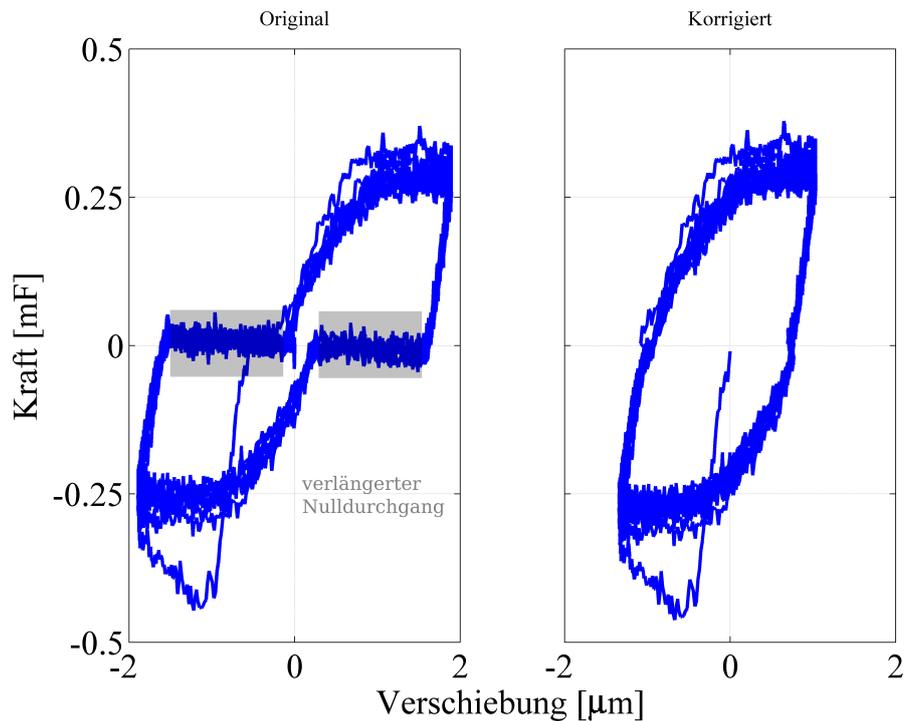


Abbildung 4.5.: Die Auftragung der Kraft über die Indenterverschiebung ergibt ein Diagramm mit “verlängertem Nulldurchgang”. Diese wird korrigiert und man erhält eine normale Kraft - Weg Kurve eines zyklischen Versuchs.

Linear elastische Balkentheorie Das Umrechnen der Kraft - Weg Kurve in eine Spannungs - Dehnungs Kurve erfolgt nach der linear elastischen Balkentheorie. Hier wird angenommen, dass reine Biegung vorliegt und dadurch der Krümmungsradius ρ über das gebogene Segment δl konstant bleibt (Abb. 4.7). Zusätzlich wird die Spannungsverteilung im Balken als linear betrachtet, was von der realen Gegebenheit abweicht (vgl. Abbildung 4.6). Außerdem können sehr komplizierte Spannungsverläufe auftreten, wenn eine bereits plastifizierte Probe zurückgebogen wird.

Um die Dehnungswerte der Proben bei verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden ($\Delta\varepsilon_{pl}$) und Probenabmessungen vergleichen zu können, wurde die Randfaserdehnung (ε_r) herangezogen. Diese errechnet sich in folgenden Schritten.

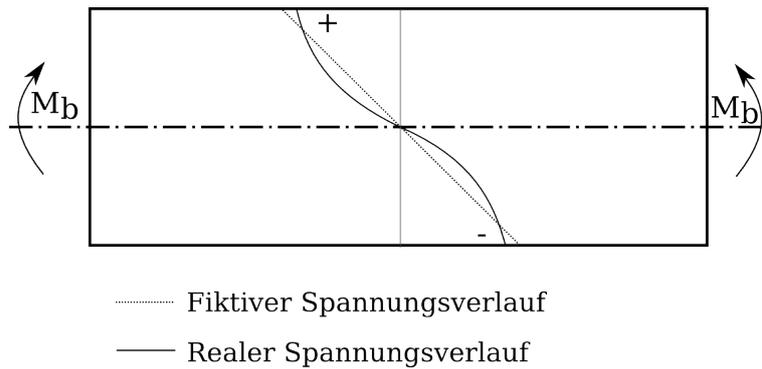


Abbildung 4.6.: Der reale Spannungsverlauf weicht von dem in der klassischen linearen Biegetheorie ab.

Die Krümmung des Balkens ergibt sich durch:

$$\kappa = \frac{1}{\rho} \quad (4.1)$$

wobei ρ der Krümmungsradius ist. Dieser kann durch den folgenden Zusammenhang berechnet werden:

$$\rho = \frac{\delta l}{\tan d\varphi} \quad (4.2)$$

Dabei ist δl die Länge des verjüngten Bereichs und $d\varphi$ der Winkel, den die Endflächen des gebogenen Segments zueinander einnehmen (siehe Abb. 4.7 II).

Die Dehnung der Randfaser entspricht dem Verhältnis aus Längenänderung zur Ausgangslänge der Randfaser, wobei sich die Längenänderung zu

$$\widehat{A'B'} = (\rho + e) \cdot \tan d\varphi \quad (4.3)$$

ergibt. Mit Gleichung 4.2 ergibt sich daraus:

$$\widehat{A'B'} = \left(1 + \frac{e}{\rho}\right) \cdot \delta l \quad (4.4)$$

Somit kann man für die Randfaserdehnung folgende Gleichung anschreiben:

$$\varepsilon_{RF} = \frac{\overline{A'B'} - \overline{AB}}{\overline{AB}} = \frac{e}{\rho} \quad (4.5)$$

Nun muss noch ein Zusammenhang zwischen dem Krümmungsradius ρ und der Verschiebung des Balkens bzw. der Indenterverschiebung hergestellt werden. Dies wird durch folgende Gleichung erreicht:

$$\tan d\varphi = \frac{l_b}{u} \quad (4.6)$$

Hier ist l_b die Biegelänge, welche als Distanz von Kraftangriffspunkt bis zur Mitte der Verjüngung definiert ist, und u die Verschiebung darstellt. Daraus ergibt sich nun die Randfaserdehnung in Abhängigkeit der Verschiebung:

$$\varepsilon_{RF} = \frac{l_b}{\delta l \cdot u} \cdot e \quad (4.7)$$

Bis hier wurden geometrische Zusammenhänge verwendet, bei der Spannungsbeziehung wurde linear elastisch gerechnet, da angenommen wird, dass die Durchbiegung gering ist. Für den Spannungswert wird die Randfaserspannung verwendet, welche sich aus dem Biegemoment und dem Flächenträgheitsmoment der Querschnittsfläche des verjüngten Bereichs errechnet:

$$\sigma_r = \frac{M(x)}{I_y} \cdot e \quad (4.8)$$

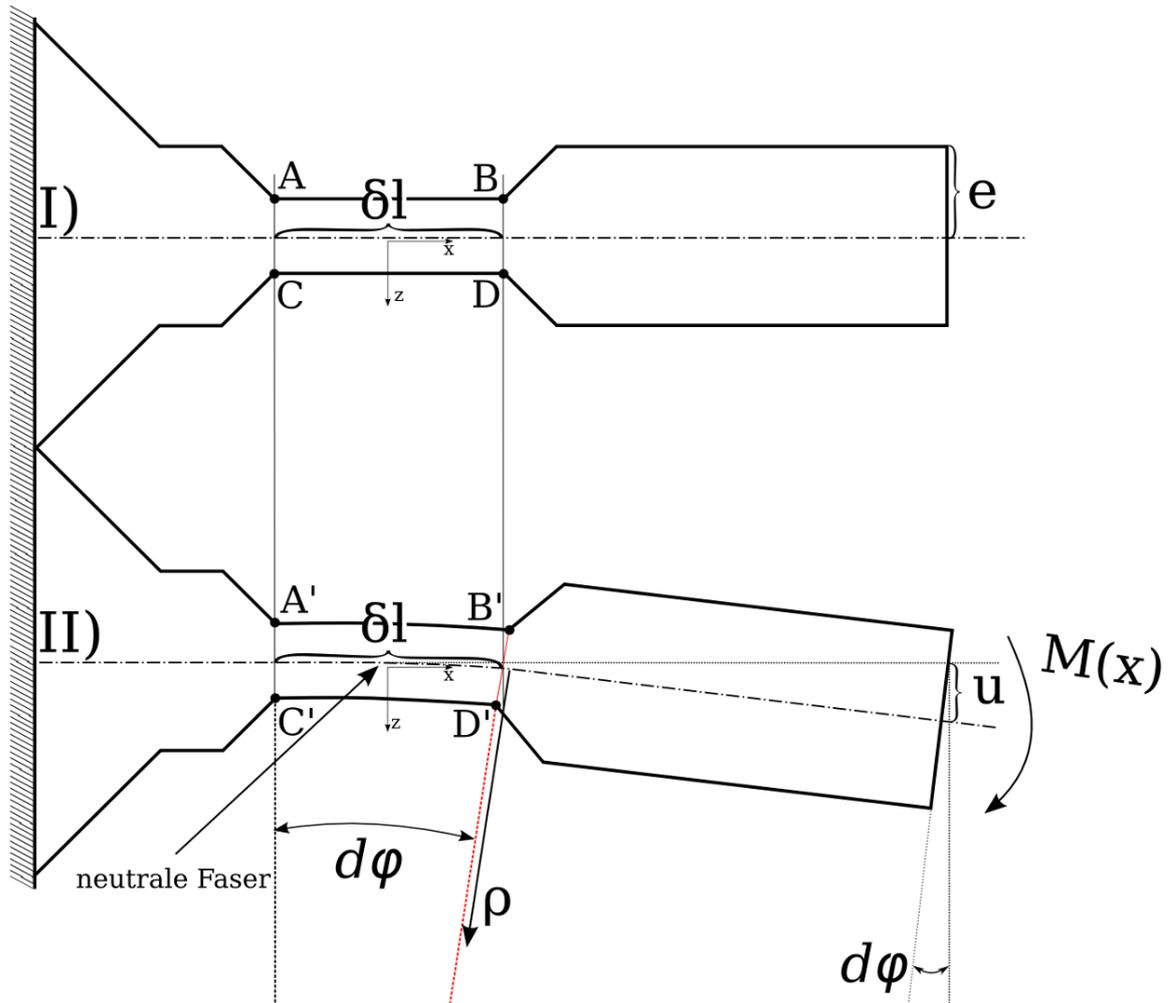


Abbildung 4.7.: Skizze einer Biegeprobe im unverformten (I) und im verformten (II) Zustand. Nach der Verformung bleibt die Länge der neutralen Faser gleich. Hier ist auch die Spannung Null. Die Randfasern, die durch die Punkte \overline{AB} bzw. \overline{CD} begrenzt sind, erfahren Zug- bzw. Druckspannung. Also ergibt sich, dass $\overline{A'B'}$ länger bzw. $\overline{C'D'}$ kürzer ist als die ursprüngliche Länge (δl) bei der Biegung des Balkens. Mit der Verschiebung des Indenters u , dem Randfaserabstand e und dem Winkel $d\varphi$ kann die Randfaserdehnung ε_{RF} berechnet werden.

Kapitel 5.

Ergebnisse

In Tabelle 5.1 sind die Proben mit den jeweiligen Lastspielzahlen und der plastischen Dehnungsamplitude ($\Delta\varepsilon_{pl}$) angeführt. Das Verhältnis der Abmessungen des verjüngten Bereichs wurde außer bei Probe 5 gleich gehalten. Diese wurde als Referenz für Probe 6 herangezogen, da eine Kraftmessung auf Grund des Auflösungslimits des Indenters (Grundrauschen der Kraftmessung liegt bei ca. 0,15 mN) bei Probe 6 nicht mehr möglich war. Die Maximalkraft beim Versuch lag im Bereich des Grundrauschens der Kraftmessung. Daher wurde die Durchbiegung von Probe 5 für Probe 6 verwendet, da bei Probe 5 das Widerstandsmoment größer ist. Durch das höhere Widerstandsmoment ist es möglich, die aufzubringende Kraft bei gleicher Biegelänge zu messen und die Randfaserdehnung zu bestimmen.

Probe	Abmessung	Lastwechsel	$\Delta\varepsilon_{pl}$
1	$8 \times 16 \times 10 \mu\text{m}$	14000	1×10^{-3}
2	$8 \times 16 \times 10 \mu\text{m}$	2000	4×10^{-3}
3	$8 \times 16 \times 10 \mu\text{m}$	Blockversuch	max. 1×10^{-2}
4	$8 \times 16 \times 10 \mu\text{m}$	2000	4×10^{-3}
5	$2 \times 4 \times 10 \mu\text{m}$	1500	4×10^{-3}
6	$2 \times 4 \times 2.5 \mu\text{m}$	2000	4×10^{-3}

Tabelle 5.1.: Probenabmessung und Versuchsparameter

5.1. Mechanische Daten

Probe 1 wurde mit 14000 Lastwechseln zyklert und hat nur eine sehr geringe plastische Dehnungsamplitude erfahren. Durch die geringe plastische Dehnung zeigt sich eine vergleichsweise schmale Hysteresekurve (siehe Abbildung 5.1). Aufgrund der geringen Kräfte ist eine genauere

Interpretation der mechanischen Daten schwierig. Jedoch ist auch nach 12000 Lastwechseln keine ausgeprägt Verfestigung zu erkennen (Abbildung 5.1).

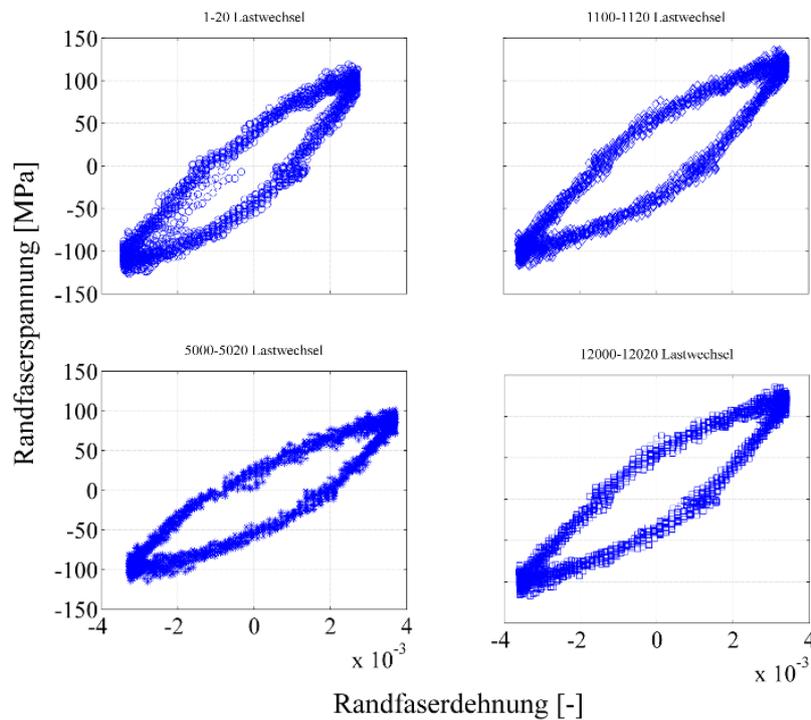


Abbildung 5.1.: Spannungs - Dehnungs Kurve von Probe 1; Es sind jeweils 20 Lastwechsel übereinandergelegt. Das erste Diagramm links oben zeigt die ersten 20 Lastwechsel. Rechts oben ist die Spannungs - Dehnungs Kurve nach 1100, links unten nach 5000 und rechts unten nach 12000 Lastwechsel. Die Fläche der Hysteresekurven bleibt annähernd konstant.

Im Vergleich zu Probe 1 kann bei Probe 3 eine zyklische Verfestigung eindeutig festgestellt werden. Diese zeigt während den ersten 100 Lastwechseln eine massive Verfestigung. Die Verfestigung nimmt im Verlauf des Versuchs ab und erreicht im Bereich von 1500 Lastwechseln ihr Maximum (Abbildung 5.2 f). Zusätzlich kann während des ersten Lastwechsels eine wesentlich höhere Fließspannung beobachtet werden. Dies konnte bei Probe 2, die bei gleichen Bedingungen getestet wurde wie Probe 3, nicht gefunden werden.

Für Probe 6 konnte, wie schon weiter oben erwähnt, keine Kraft - Weg Kurve aufgezeichnet werden, da die maximalen Kräfte im Bereich des Rauschens der Kraftmessung lagen. Da bei Probe 5 ein anderes Aspektverhältnis gewählt wurde, sind die mechanischen Daten nicht direkt vergleichbar.

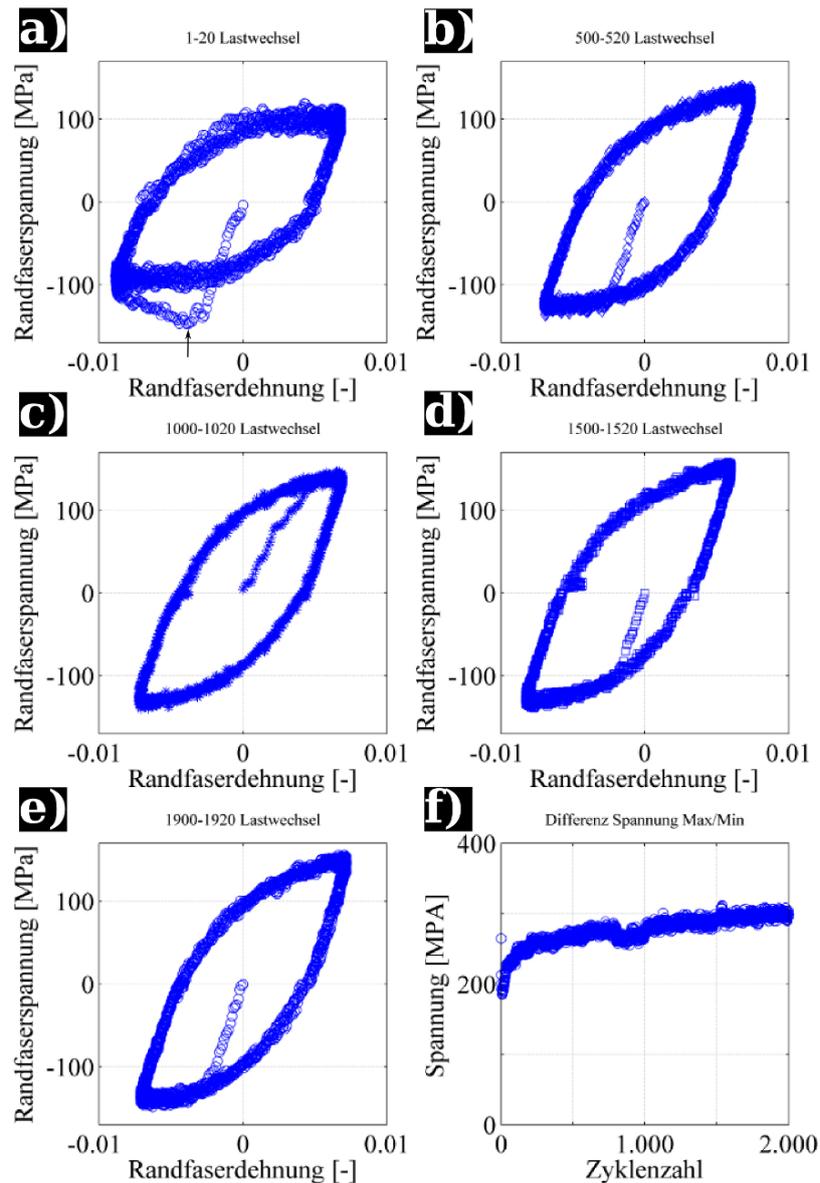


Abbildung 5.2.: Spannungs - Dehnungs Kurve von Probe 4; Diagramm a) zeigt die ersten 20 Lastwechsel, dabei ist der höhere Spannungswert während des ersten Lastwechsel (markiert mit Pfeil) auffällig. b, c, d und e zeigen die Spannungs - Dehnungs-kurven nach jeweils 500 Lastwechseln. Dabei ist zu erkennen, dass es zu einer zyklische Verfestigung kommt. In f ist die Differenz zwischen Maximal- und Minimalwert dargestellt. Während den ersten 100 Lastwechseln kommt es zu einer starken Verfestigung, die mit steigender Zyklenzahl abnimmt. Zusätzlich wird deutlich, dass die ersten zwei Datenpunkte deutlich über 200 MPa liegen.

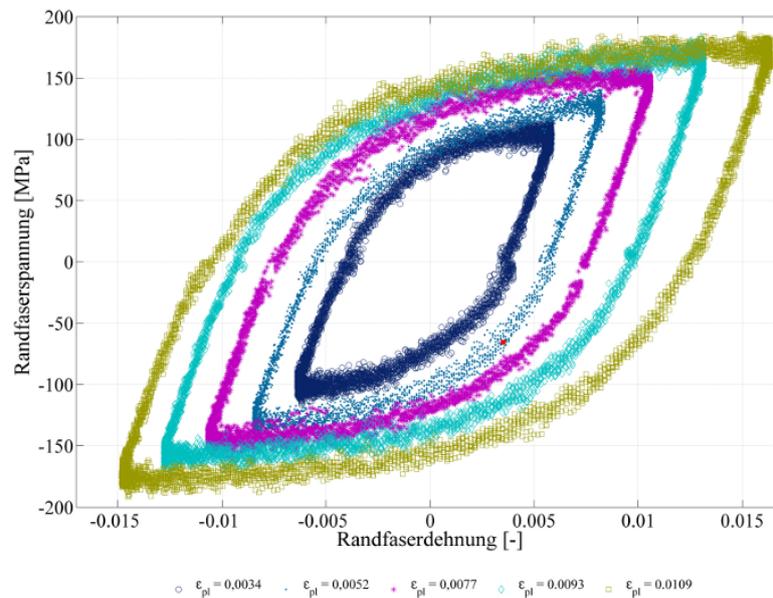


Abbildung 5.3.: Spannungs - Dehnungs Kurve von Probe 3; Bei dieser Probe wurde die plastische Dehnungsamplitude nach jeweils 200 Lastwechseln um ca. 0,002 erhöht.

Zusätzlich zu den normalen zyklischen Versuchen wurde noch ein sogenannter Blockversuch durchgeführt, bei dem nach 200 Lastwechsel die Dehnungsamplitude um 0,002 beginnend bei 0,006 erhöht wurde (Abb. 5.3). Dabei konnte lediglich eine monotone Verfestigung festgestellt werden.

5.2. REM - Aufnahmen der Probenoberfläche

Nach den in - situ Versuchen wurde die Oberfläche mit Hilfe des REM untersucht. Probe 1 zeigt eine gleichmäßige Verteilung feiner Gleitstufen über den gesamten verjüngten Bereich auf der Oberfläche der Randfaser. Nur im Kantenbereich ist eine stärkere Lokalisierung zu beobachten. Soweit aus den Aufnahmen der Oberfläche zu erkennen ist, ist nur ein Gleitsystem an der Verformung beteiligt (Abb. 5.4).

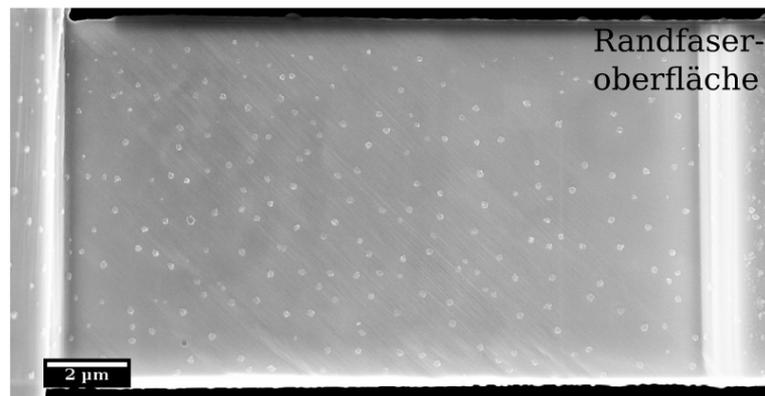


Abbildung 5.4.: Probe 1; REM - Aufnahme der Schädigung bei $\Delta\varepsilon_{pl}$ von 0.004 und 14000 Lastwechseln; Es sind feine, über die Oberfläche gleichmäßig verteilte Gleitstufen zu erkennen. Nur im Randbereich ist die Lokalisierung stärker ausgeprägt. An der Verformung war nur ein Gleitsystem beteiligt.

Das Verhalten bei den Proben mit 8 µm Breite und einer höheren plastischen Dehnungsamplitude (Abbildungen 5.5 und 5.6) unterscheidet sich von dem der Probe 1. Hier kann man an Hand der REM - Bilder erkennen, dass zusätzlich ein zweites Gleitsystem an der Verformung beteiligt war. Außerdem ist ersichtlich, dass in dem Bereich der Verjüngung, wo die Versetzungen aus geometrischen Gründen durchlaufen können (Mitte der Verjüngung), die Oberflächenrauigkeit am größten ist. Dabei wurde sehr viel Material im Kantenbereich an die Oberfläche transportiert, wodurch sich eine Art Extrusion gebildet hat.

Bei gleicher Belastung aber einer um Faktor 4 kleineren Abmessung in Breitenrichtung und gleich bleibendem Aspektverhältnis (Probe 6) zeigt sich wiederum eine Probenoberfläche mit wesentlich geringerer bis gar keiner Aktivität auf einem zweiten Gleitsystem (Abbildung 5.7 a). Es kommt zwar zu einer Aufrauung im Kantenbereich, diese ist aber nicht vergleichbar mit der bei Probe 4. Wird jedoch das Aspektverhältnis anders gewählt (1 : 5) wie bei Probe 5, so sind die Gleitstufen teilweise lokalisierter und die Kantenrauigkeit ist relativ gesehen ausgeprägter als bei Probe 6 (siehe Abbildung 5.7). Dabei zeigt sich, wie bei Probe 5 zu sehen ist, Aktivität

auf einem zweiten Gleitsystem (Abb. 5.7 b). Zudem ist die Oberflächenrauigkeit größer, obwohl Probe 5 500 Lastwechsel weniger erfahren hat als Probe 6. Ausserdem entstand im Übergangsbereich eine starke Kerbe beziehungsweise ein Anriss.

Zusätzlich kann man sehr schön sehen, dass bei beiden Probenarten ($8\ \mu\text{m}$ und $2\ \mu\text{m}$) auf der Seite 90° zur Randfaserseite die Schädigung nicht über die neutrale Faser hindurchreicht. Dies zeigt sich bei allen Proben unabhängig von Abmessungen und plastischer Dehnungsamplitude.

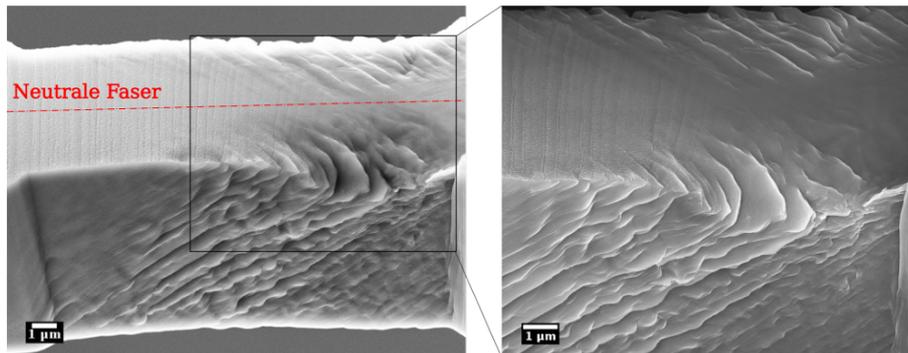


Abbildung 5.5.: Probe 4; REM - Aufnahme der Schädigung bei $\Delta\varepsilon_{pl}$ von 0,004; Auf dem linken Bild ist der verjüngte Bereich zu erkennen. In der Mitte der Verjüngung ist die Oberflächenrauigkeit am größten, da die Versetzungen hier ungehindert durchlaufen können. Das linke Bild ist eine detailliertere Aufnahme des Bereichs, in dem eine erhöhte Materialanhäufung stattgefunden hat. Außerdem kann man eine starke Kantenrauigkeit feststellen und erste Anrisse sind zu erkennen. Die vorigen Feststellungen beziehen sich auf die Randfaserseite. Auf der anderen Seite (90° zur Randfaser), die parallel zur Biegerichtung ist, kann man erkennen, dass die "Schädigung" die neutrale Faser nicht überschreitet.

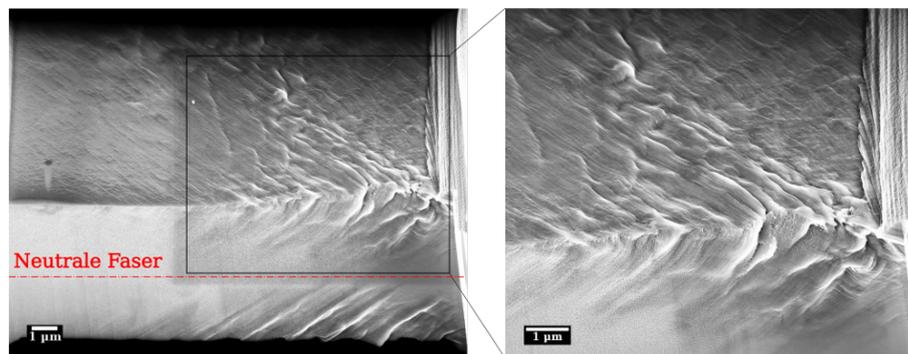


Abbildung 5.6.: Probe 3; REM - Aufnahme der Schädigung bei $\Delta\varepsilon_{pl}$ von 0,01; Ähnlich wie Probe 4, nur ist eine stärkere Abgleitung auf einem zweiten Gleitsystem feststellbar. Zusätzlich wirkt es als wären bereits erste Anrisse im Bereich mit der vermehrten Materialanhäufung entstanden. Auch bei dieser Probe kann sehr schön festgestellt werden, dass die neutrale Faser die Schädigungsverläufe unterbricht.

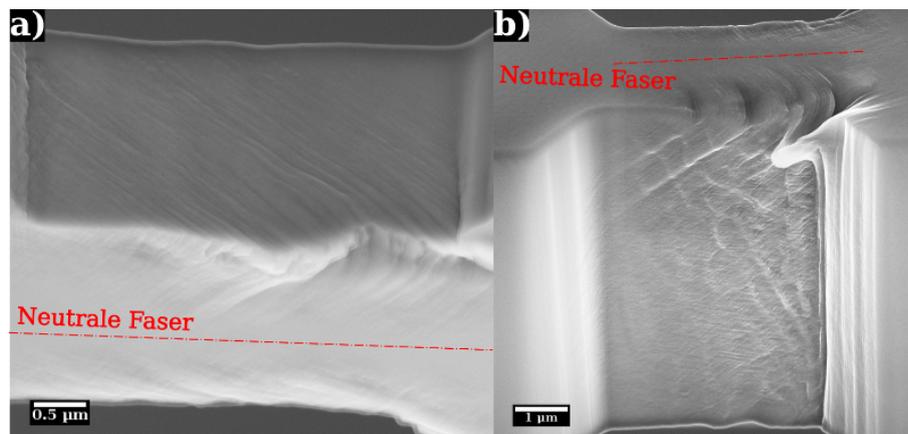


Abbildung 5.7.: REM - Aufnahme der beiden 2 µm - Probe nach $\Delta\varepsilon_{pl}$ von 0,004; a) (Probe 6) Zeigt die 2 µm - Probe mit gleichem Aspektverhältnis (1 : 1,25) wie die 8 µm - Proben. Bei dieser Probe ist zu erkennen, dass es zu keiner Verformung auf einem zweiten Gleitsystem kommt. Anders bei der Probe mit einem anderen Aspektverhältnis (1 : 5) b) (Probe 5), bei dieser Probe wird ein zweites Gleitsystem aktiviert. Durch diesen Unterschied im Verformungsverhalten kommt es zu einer unterschiedlichen Oberflächenschädigung.

5.3. STEM - Aufnahmen und TEM - Aufnahmen

Nach den REM - Untersuchungen wurden, wie in dem Kapitel 3.4 beschrieben, TEM - Proben präpariert. Die Proben wurden im FIB - Gerät mit Hilfe eines STEM - Detektors untersucht. Der Vorteil dieses Detektors ist die einfache Anwendbarkeit. Zur Bildaufnahme mit diesem Detektor ist die gleiche Probenpräparation wie für das TEM erforderlich. Da nur die Art der Versetzungsstruktur und nicht eine genaue Versetzungsanalyse von Interesse war, sind diese Aufnahmen völlig ausreichend. Jede Probe wurde aber auch im TEM untersucht.

Dabei ergab sich, dass bei Probe 1 selbst nach 14000 Lastwechsel keine Versetzungsstruktur zu erkennen war. Die Riefen auf der Probe in Abbildung 5.8 stammen von der FIB - Präparation, da sich zwischen Wolframschicht und Probe Oberflächenverunreinigungen angelagert haben. Jedoch sind diese Riefen topographisch und verdecken bei der Abbildung im Orientierungskontrastbetrieb die Versetzungsstrukturen nicht.

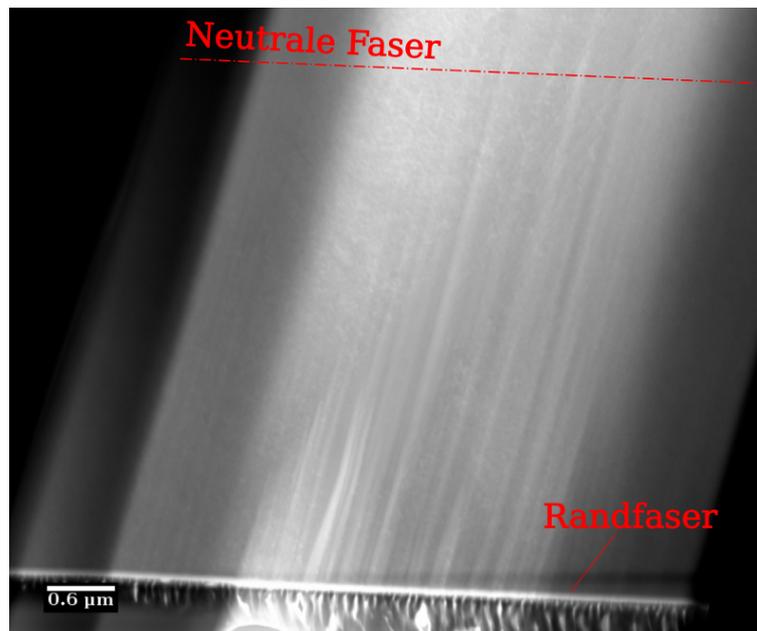


Abbildung 5.8.: Diese Probe wurde aus der Probe mit 14000 Lastwechsel bei einem $\Delta\varepsilon_{pl}$ von 0,001 präpariert. Die Riefen auf der Oberfläche der Probe stammen von der FIB - Präparation, da sich zwischen Probe und Wolframschutzschicht Ablagerungen befanden, die teilweise den Ionenstrahl abschotteten und dadurch eine reliefartige Struktur entstehen lassen. Da der STEM - Detektor aber im Orientierungskontrast betrieben wurde, kann man erkennen, dass sich keine Versetzungsstrukturen eingestellt haben.

Da bei der FIB - Präparation Schädigungen entstehen, die einen typisch "Salt and Pepper" Kontrast ergeben, wurde versucht, die Proben nach der FIB - Präparation mit einer "Duo Mill" Anlage zu behandeln. Dieses Gerät ist mit zwei Argon - Quellen ausgestattet und kann mit sehr geringen Beschleunigungsspannungen betrieben werden. Dabei ist die Probe 4 (vgl. Abbildung 5.9) jedoch sehr stark beschädigt worden, da die Justierung von Probe und Strahl sehr schwer ist. Am linken Bild (Abbildung 5.9 a) wurde die Probe im Phasenkontrast aufgenommen. Hier kann man eine leichte Subkornbildung erkennen. Aber nicht alles ist auf Orientierungsunterschiede zurückzuführen. Wie in Abbildung 5.9 b zu sehen ist, hat man einen sehr starken Topographiekontrast, der von der Schädigung beim Polieren mit der "Duo Mill" stammt.

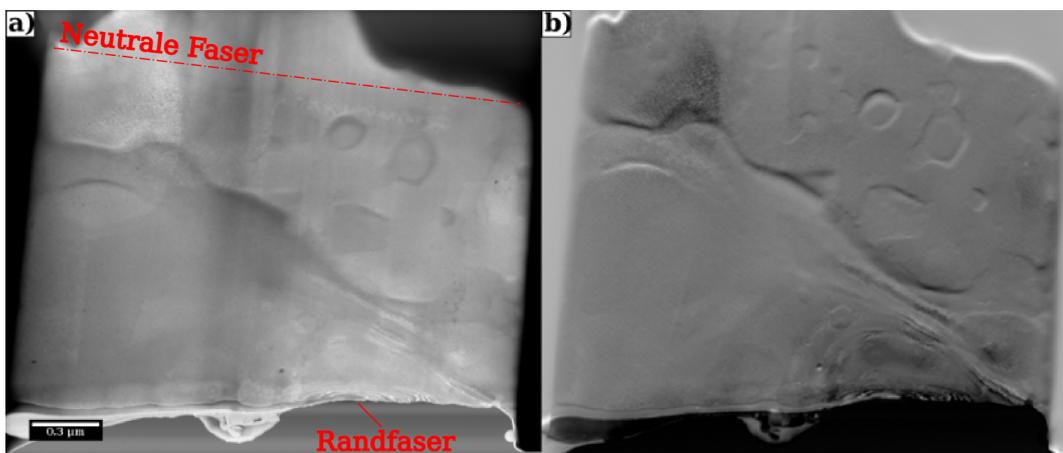


Abbildung 5.9.: STEM - Aufnahme der Probe 4; Das Bild a) zeigt eine STEM - Aufnahme mit Orientierungskontrast. Es ist eine leichte Subkornbildung zu sehen, Bild b) zeigt einen topographischen Kontrast. Dieser zeigt die Oberflächenschädigung, die durch die Präparation mit der "Duo Mill" entstanden ist. Daher müssen beide Bilder miteinander verglichen werden, damit keine Fehleinschätzung entsteht.

Bei Probe 3 ist eine stark ausgeprägte Subkornbildung zu erkennen. Außerdem war es möglich, die TEM - Lamelle aus dem Bereich mit einer sogenannten Extrusion herzustellen. Die Anzahl der Subkörner nimmt in Richtung der neutralen Faser stark ab. Im Bereich der neutralen Faser sind keine Subkörner mehr zu erkennen.

Die Lamelle wurde bei Probe 6 nicht normal zur Stabachse herausgeschnitten, sondern wegen der geringen Größe parallel. Obwohl nicht der ganze Bereich der Verjüngung zu sehen ist, kann man erkennen, dass sich trotz hohem ϵ_{pl} und 2000 Lastwechseln keine Subkörner gebildet haben. Nur eine ausgeprägte Welligkeit im Randbereich kann festgestellt werden.

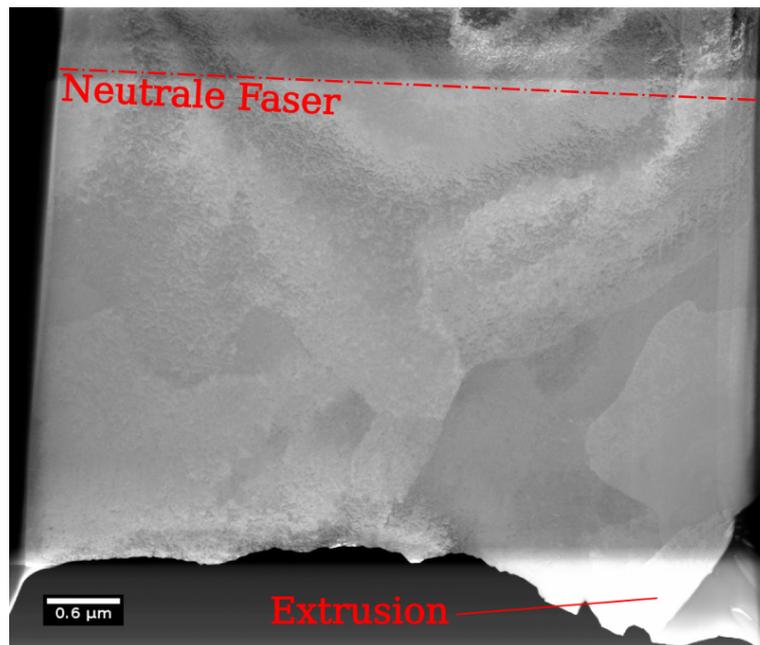


Abbildung 5.10.: STEM - Aufnahme der Probe 3; Im rechten unteren Bereich kann man sehr gut den Teil der Extrusion erkennen. Die Anzahl der Subkörner nimmt zur neutralen Faser hin ab. Im oberen Bereich des Bildes befinden sich hauptsächlich Biegekonturen, die durch eine Welligkeit der Lamelle entstehen.

Die Lamelle von Probe 3 wurde zusätzlich im TEM analysiert, da wie auch bei allen anderen Proben die Winkelauflösung des EBSD - Systems nicht genau genug war. Dabei ergab sich, dass die Misorientierung zwischen den einzelnen Subkörnern sehr gering ist. Nur bei der Extrusion ergab sich ein höherer Misorientierungswinkel.

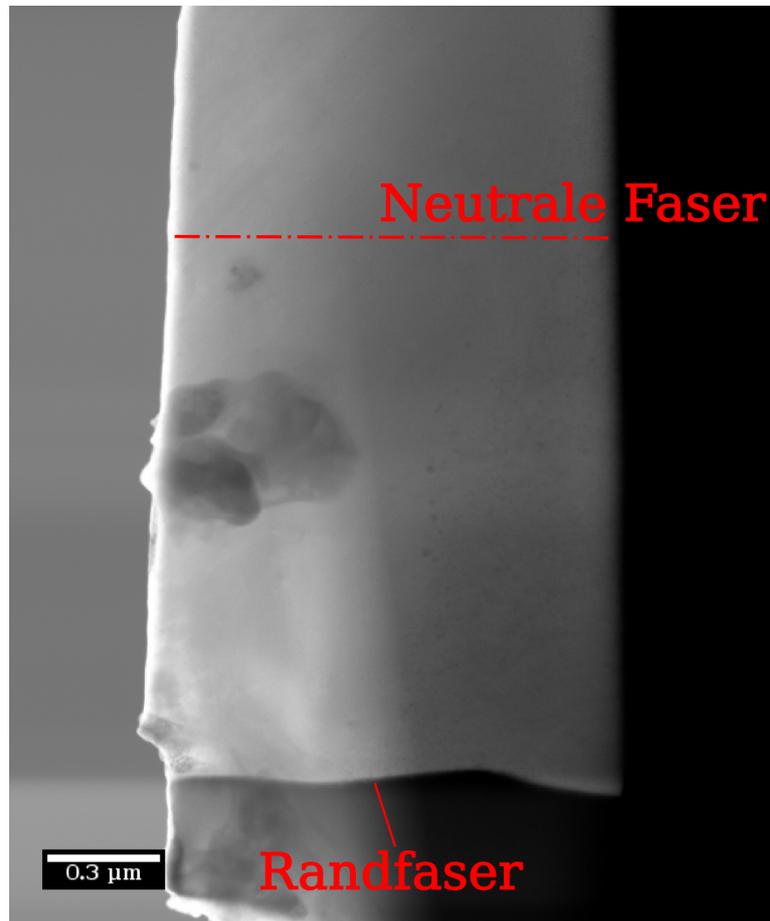


Abbildung 5.11.: STEM - Aufnahme der Probe 6; Im Bild ist nicht die komplette Verjüngung enthalten, jedoch kann man sehr gut erkennen, dass sich keine Subkörner ausgebildet haben. Im unteren Bereich des Bildes ist die Randfaser zu erkennen, die eine starke Welligkeit aufweist.

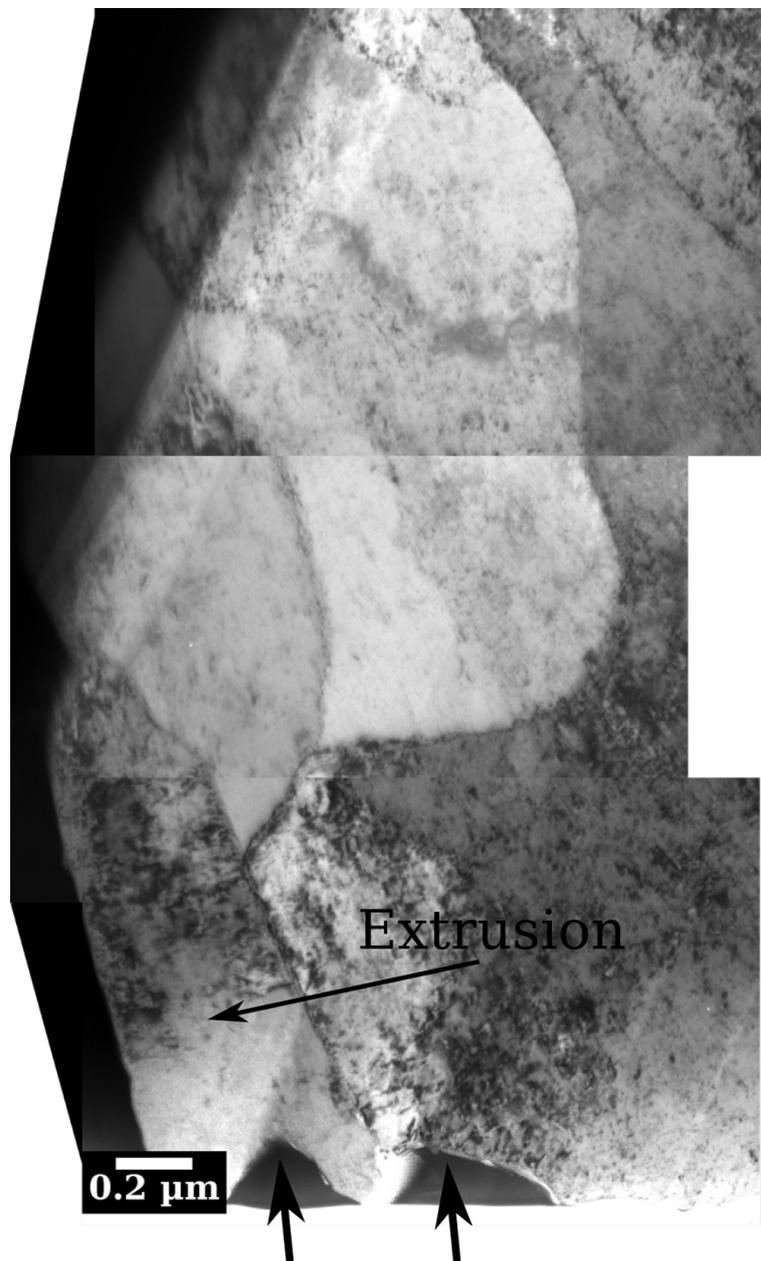


Abbildung 5.12.: TEM - Aufnahme der Probe 3. Im linken unteren Bereich ist eine Extrusion und Intrusionen zu erkennen. Bei der Verformung dieser Probe hat sich eine eindeutige Zellstruktur eingestellt. Die beiden Pfeile markieren die Intrusionen.

Kapitel 6.

Diskussion

Zur Untersuchung von Größeneffekten in den Ermüdungseigenschaften wurden an Kupfer Einkristallen mit Einfachgleitung - Orientierung zyklische Biegeversuche an Mikrobigebalken vorgenommen. Dabei wurden zwei verschiedene Probengrößen (2 μm und 8 μm) bei verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden untersucht (siehe Tabelle 5.1).

Bei Biegeversuchen im Allgemeinen entsteht bei der Verformung ein Dehnungsgradient. Um diesen Dehnungsgradienten zu akkommodieren, werden zusätzliche Versetzungen benötigt. Daher werden zu den statistisch gespeicherten Versetzungen noch geometrisch notwendige Versetzungen eingebaut. Auch die GNDs werden von Versetzungsquellen emittiert. Diese Quellen brauchen aber eine gewisse Spannung (Quellspannung), damit Versetzungen aus der Quelle ausgeworfen werden können. Durch die neutrale Faser im Biegebalken kommt es aber zum Aufstau der bereits entstandenen Versetzungen, da die Spannung auf der anderen Seite der neutralen Faser das Vorzeichen ändert (siehe 4.6), welches die Versetzungen zurück zur neutralen Faser stößt. Dabei schirmt das Spannungsfeld der aufgestauten Versetzungen die Versetzungsquelle ab. Das heißt es ist eine größere Spannung (größeres Biegemoment) nötig, um die Versetzungsquellen wieder zu aktivieren.

Bei kleineren Volumen wird auch die Anzahl der verfügbarer Versetzungsquellen vermindert. Dadurch werden Versetzungen auf weniger Gleitebenen lokalisiert und es kommt zu einem verstärkten Aufstau von Versetzungen um die neutrale Faser. Die daraus resultierende höhere Rückspannung auf die Quellen bewirkt eine Erhöhung des zur weiteren Verformung nötigen Biegemomentes [10]. Dies ist aber nicht der einzige Effekt der zur Größeneabhängigkeit der Fließspannung beiträgt. Dazu kommt noch wie zuvor erwähnt, dass der Dehnungsgradient bei kleiner werdender Balkendicke zunimmt und daher mehr GNDs in den Biegebalken eingebaut werden müssen. Dadurch steigt die Versetzungsdichte im Vergleich zu einem größeren Balken an und führt zu einer zusätzlichen Erhöhung der Fließspannung. Dieser Effekt wird im Allgemeinen Dehnungsgradienten-Plastizität (engl. strain gradient plasticity, SGP) genannt und ist schon seit

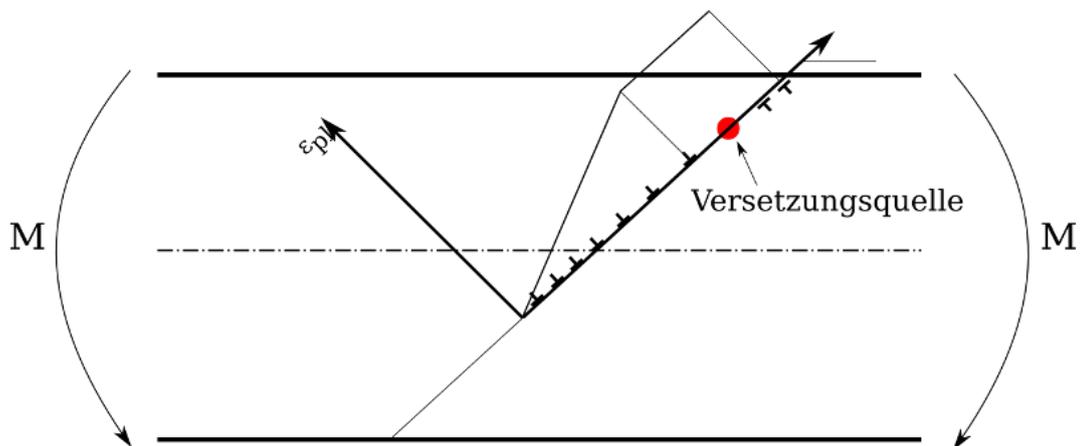


Abbildung 6.1.: Versetzungsaufstau durch die neutrale Faser bei Verformung eines Biegebalkens. Der rote Punkt stellt eine Versetzungsquelle dar, die während der Verformung die Versetzungen emittiert. Die Versetzungen werden im Bereich der neutralen Faser aufgestaut, durch das Spannungsfeld der anderen Versetzungen werden einige über die neutrale Faser geschoben, dadurch kommt es zu dem eingezeichneten Dehnungsverlauf.

längerem bekannt. Dieser wird hier jedoch durch den vorhin erwähnten Aufstaumechanismus überlagert.

Es stellt sich die Frage welche Auswirkungen solche geometrischen Einschränkungen auf die Gleichgewichts - Versetzungsstruktur bei zyklischer Belastung haben. Dies ist vor allem deswegen interessant, da es bei makroskopischen Proben, speziell Kupfereinkristalle mit Einfachgleitungsorientierung, zu sehr spezifischen Versetzungsstrukturen kommt. Bei zyklischer Belastung bilden sich im Sättigungsbereich die im Kapitel 2 genannten PSB aus. Diese Persistenten Gleitbänder haben eine Breite von ca. $1\ \mu\text{m}$ und es wird vermutet, dass Anrisse bevorzugt an diesen PSB entstehen. Jedoch stellt sich die Frage, ob es möglich ist in einem kleinen Volumen von nur ein paar μm^3 eine derartige Versetzungsstruktur einzustellen. Da die Versetzungsbewegung beziehungsweise die Verfügbarkeit von Versetzungen und Versetzungsquellen mit abnehmenden Probenvolumen sinken, ist eine Größenabhängigkeit im Verformungsverhalten bei Ermüdung zu erwarten. Aufgrund des kleinen Volumens ist die Wahrscheinlichkeit bzw. Häufigkeit von Versetzungsreaktionen in diesem Fall reduziert, welche aber für die Ausbildung von komplexeren Versetzungsstrukturen essential sind. Bei typischen Versetzungsdichten von $10^{12}\ \text{m}^{-2}$ beträgt der mittlere Abstand zwischen den Versetzungen ca. $1\ \mu\text{m}$, d.h. bei Probengrößen im selben Größenbereich können Versetzungen das Volumen verlassen bevor sie mit einer anderen interagieren können.

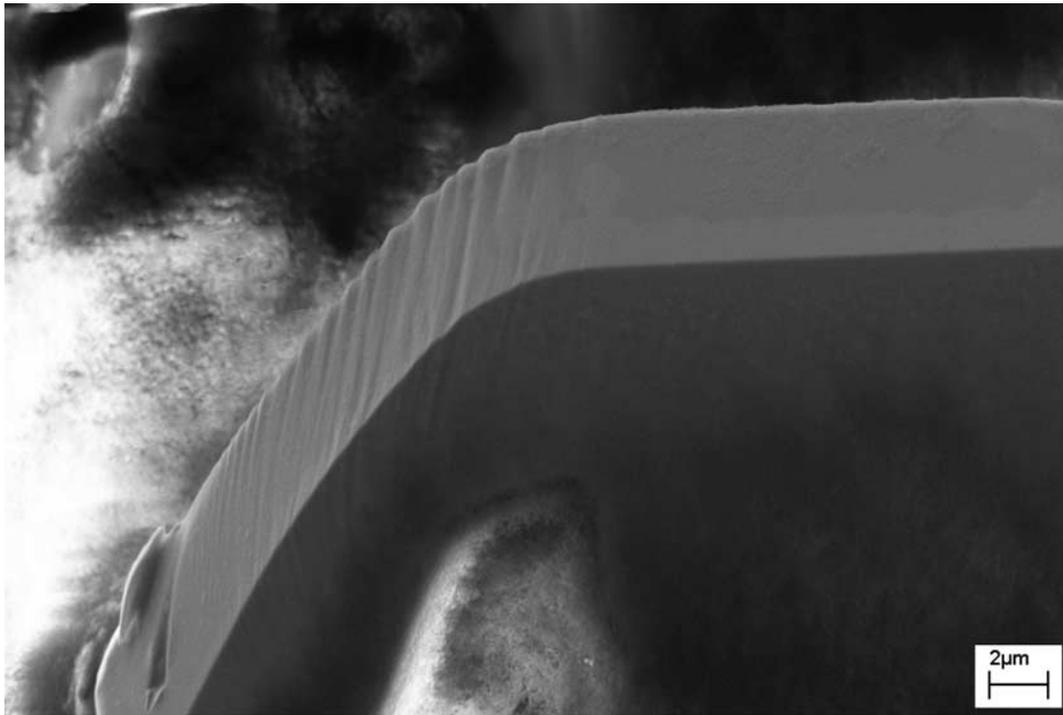


Abbildung 6.2.: Eine Kupfer Mikro - Biegeprobe die mit Hilfe eines Nanoindenter verformt wurde. Zu sehen sind die Gleitstufen auf der Oberfläche, die unter Zugspannung steht.[10]

Mechanische Daten Ein großes Problem bei Mikro - Biegeversuche ist, dass aufgrund der Biegelänge (bei den 8 µm Proben 40 µm) eine sehr kleine Kraft aufzubringen ist. Dadurch war es nicht möglich für die Probe 6 (kleinste Probe) mechanische Daten zu erlangen. Zusätzlich stellt die Messgenauigkeit bei so kleinen Proben ein Problem dar, wodurch die Daten sehr vorsichtig verwendet werden müssen. Man muss genau unterscheiden zwischen Messartefakt (zum Beispiel Rauschen) und tatsächlichen Probeneigenschaften.

Jedoch konnten für die großen Proben gute mechanische Daten erlangt werden, dabei ergab sich eine Fließspannung von ca. 100 MPa. Einen generellen Vergleich mit anderen monotonen Mikro - Biegeversuchen ist aber schwierig. Bei Motz et al. [10] wurden Kupfer Einkristalle mit einer $\{111\} \langle 011 \rangle$ Orientierung auf Biegung getestet, aber durch das plastische anisotrope Verhalten ist ein direkter Vergleich schwer. Jedoch liegt die Fließspannung für Balken mit vergleichbarer Größe ($7,5 \times 7,5 \mu\text{m}^2$) und einer Biegelänge von 19 µm bei 261 MPa. Der Unterschied um den

Faktor zwei in der Fließspannung kann durch die andere Orientierung und der größeren plastischen Dehnung in [10] verursacht werden. Weitere Mikro - Biegeversuche wurden von Demir et al [18] durchgeführt, dabei wurden für etwas kleinere Biegebalken im Bereich von $4\ \mu\text{m}$ ungefähr $150\ \text{MPa}$ gemessen. Die Biegelänge beträgt $16\ \mu\text{m}$ und ist damit im gleichen Verhältnis (*Biegelänge* : *Dicke*) wie bei den Versuchen in dieser Arbeit.

Ähnlich wie bei makroskopischen Proben, kommt es auch bei Probe 4 ($8\ \mu\text{m}$ Dicke) zu einer starken Verfestigung während den ersten 100 Lastwechseln. Die Verfestigungsrate entsteht durch eine starke Zunahme der Versetzungsdichte. Diese Zunahme der Versetzungsdichte nimmt mit der fortschreitenden Zyklenzahl ab, bis sich eine stabile Versetzungsdichte aufgebaut hat. Dabei erreicht man die sogenannte Sättigungsspannung. Probe 4 zeigt ein solches Verhalten (siehe Abbildung 5.2). Aufgrund der geringen plastischen Amplitude kommt es bei Probe 1 zu keiner erkennbaren zyklischen Verfestigung, auch eine Entfestigung konnte nicht festgestellt werden (vgl. 5.1). Dies hat seinen Ursprung darin, dass bei geringer plastischen Dehnungsamplitude weniger Versetzungen für die plastische Verformung benötigt werden. Dadurch finden weniger Versetzungsreaktionen statt und somit kommt es bei geringen plastischen Dehnungen kaum zu einer Verfestigung. Dies ist auch im Einklang mit den Ergebnissen der Mikrostrukturuntersuchungen.

Einen gravierenden Unterschied zu makroskopischen Proben kann man in Abbildung 5.2 erkennen. Im Diagramm a) ist zu erkennen, dass der erste Zyklus über dem Niveau der nachfolgenden liegt. Ein leicht höheres Spannungsniveau besteht auch noch während den zwei nachfolgenden Zyklen. Danach geht die Spannung auf einen konstanten Wert zurück, der nur durch die zyklische Verfestigung beeinflusst wird. Dieses Verhalten entsteht durch das Fehlen geeigneter bzw. günstiger Versetzungsquellen, wodurch beim im ersten Lastwechsel eine höhere Spannung benötigt wird, um erste Versetzungen zu generieren. Danach sind genügend Versetzungen beziehungsweise geeignete Versetzungsquellen, welche aus Versetzungsreaktionen entstehen können, vorhanden und die Spannung fällt stark ab. Dieser Unterschied zu makroskopischen Proben entsteht durch die statistische Verteilung von Versetzungen bzw. Versetzungsquellen. In makroskopischen Proben ist die Wahrscheinlichkeit eine geeignete Versetzung beziehungsweise Versetzungsquelle zu finden größer als in kleinen Proben. Zyklische Spannungs - Dehnungs Kurven von den kleinen Proben konnten aufgrund der Kraftauflösung des Mikroindenters leider nicht erhalten werden. Weitere Untersuchungen sind hier notwendig.

Mikrostruktur Es ist zu erkennen, dass die Mikrostruktur und daraus die Schädigung an der Oberfläche von der Probengeometrie beziehungsweise -größe abhängt. Man kann die Größenabhängigkeit auf zwei verschiedene Mechanismen zurückführen. Der erste Mechanismus kommt

bei Proben über $1\ \mu\text{m}$ zum tragen, hier ist der mittlere Abstand der Versetzungen in der Größe der Probe und darüber. Bei kleineren Proben nimmt die Anzahl der statistisch gespeicherten Versetzungen im Probenvolumen ab, da viele Versetzungen das Probenvolumen durch das große Oberflächen zu Volumen Verhältnis verlassen können. Dadurch werden im Allgemeinen höhere Spannungen für eine plastische Verformung benötigt. Dabei sind aber noch immer Schneidprozesse und die Bildung von Versetzungsnetzwerken möglich. Dies zeigt sich auch bei den $8\ \mu\text{m}$ Proben, bei denen die plastische Dehnungsamplitude groß genug ist.

Kommt man nun unter diesen Bereich, also beträgt die Probenabmessung nur noch wenige $1\ \mu\text{m}$, ist ein anderer Mechanismus für die Spannungserhöhung verantwortlich. Bei so kleinen Abmessungen ist das Fehlen geeigneter Versetzungsquellen ausschlaggebend. Da bei einem Biegebalken nur Versetzungsquellen, die im Bereich der Randfasern liegen (höchste Spannung), Versetzungen emittieren können, ist die "effektive" Abmessung der Probe $6\ \mu\text{m}$ im Bereich von ca. $1\ \mu\text{m}$. Dadurch befindet sich diese Probe im Übergangsbereich der Verformungsmechanismen [15]. In Abbildung 5.11 ist zu erkennen, dass sich im Vergleich zur großen Probe kein Versetzungsnetzwerk ausgebildet hat. Dieser Unterschied im Verformungsverhalten der großen zu den kleinen Proben ist zu erwarten. Da die Wahrscheinlichkeit weitaus geringer ist, dass in kleinen Probenvolumen Schneidprozesse und andere Versetzungsreaktion statt finden.

Vergleicht man jedoch die Oberflächenaufnahmen von Probe 5 und 6, wird deutlich dass nicht nur eine Abmessung für eine gewisses Schädigungserscheinungsbild verantwortlich ist. Bei Probe 6 haben auf Grund der geringen Dicke die Versetzungen die Möglichkeit ohne vermehrte Versetzungsreaktionen die Probe an der Oberfläche zu verlassen. Bei Probe 5 scheint es jedoch zur Behinderung der Versetzungsbewegung durch die geometrischen Randbedingungen (andere Form der Verjüngung) zu kommen. Dies könnte zu vermehrten Schneidprozessen führen und dadurch zu einer Verfestigung am primären Gleitsystem. Dies wiederum würde die Aktivierung eines zweiten Gleitsystems wahrscheinlicher machen und zu einem anderen Schädigungsbild auf der Probenoberfläche führen.

Bei allen Proben kommt es zu einer Anhäufung von Material im Kantenbereich. Diese Materialanhäufung ist bei den großen Proben mit einer Extrusion bei makroskopischen Proben vergleichbar. Die Abmessung der Extrusionen beträgt bei Probe 3 und 4 $1\ \mu\text{m}$. Eine Art von Extrusionen ist auch bei den kleineren Proben zu erkennen. Jedoch stellt sich die Frage welcher Mechanismus für das Versagen bei zyklischer Beanspruchung von Mikro - Proben verantwortlich ist, da bei diesen Proben eine typische Versetzungsstruktur fehlt.

Ein erster Einblick in das zyklische Verhalten von Mikro - Proben konnte erlangt werden. Es sind aber weitere Anstrengung zu machen, um zum Beispiel eventuelle Orientierungsabhängigkeiten im zyklischen Verhalten zu verifizieren, wie sie auch im makroskopischen Bereich bekannt sind. Außerdem ist die Verwendung einer genaueren Kraftmessung notwendig, damit die größenabhängige Änderungen in den mechanischen Daten beobachtet werden können und man so auch kleinere Probenabmessungen zuverlässig testen kann. Trotzdem ist es gelungen zu zeigen, dass für die Ausbildung einer Versetzungsstruktur durch Ermüdung die plastische Dehnungsamplitude einen Schwellwert überschreiten muss. Ob dieser Schwellwert größenabhängig ist oder ob ab einer gewissen Probengröße keine Versetzungsstrukturen mehr entstehen können ist noch unklar. Es hat sich aber herausgestellt, dass bei Probe 6 trotz großer plastischer Dehnungsamplitude es zu keiner Versetzungsstrukturbildung gekommen ist. Anscheinend ist die Probengröße hier bereits zu klein, um durch Versetzungsreaktionen komplexere Strukturen zu erzeugen. Ein Vergleich mit den mechanischen Daten wäre interessant – hier sind noch weitere Untersuchungen notwendig.

Zudem sollte eine Änderung im Messaufbau angedacht werden, da bei Biegeversuchen ein Dehnungsgradient auftritt und Zug/Druckversuche für Untersuchungen des zyklischen Verformungsverhaltens geeigneter sind. Jedoch sind zyklische Mikro - Zug/Druckversuche sehr schwer zu realisieren, da der Ausrichtungsfehler zwischen Probe und Greifer bei Zug/Druckversuche größere Auswirkungen hat als bei Biegeversuche. Weiters ist das Einspannen solcher Proben schwierig, da andere Systeme wie bei makroskopischen Proben verwendet werden müssen.

Zusammenfassung

Durch das stetig fortsetzende Verkleinern von Bauteilen in verschiedensten Anwendungsgebieten wuchs das Interesse am Verhalten von Materialien bei plastischer Verformung im Mikrometer- und Submikrometerbereich. Um mechanisches Verhalten zu untersuchen, wurden viele Untersuchungsmethoden entwickelt, die wiederum zu einem besseren Verständnis der vorherrschenden Mechanismen bei monotoner Belastung in solchen kleinen Dimensionen führten. Jedoch ist auch die Kenntnis über die Eigenschaften bei zyklischer Last von großer Bedeutung. Im makroskopischen Längenbereich wurden sehr viele Untersuchungen des zyklischen Verhaltens von unterschiedlichster Materialien durchgeführt, jedoch im Mikrometerbereich ist nur sehr wenig bekannt, außer im Bereich der thermo-mechanischen Ermüdung von dünnen Schichten. Um ein besseres Verständnis in Bezug auf die Ermüdungsmechanismen und Größenabhängigkeit der Ermüdungslebensdauer von Proben mit Abmessungen im Mikrometerbereich zu erlangen, wurden in-situ Ermüdungsversuche im Rasterelektronenmikroskop (REM) durchgeführt.

Aus elektrochemisch geätzten einkristallinen Kupferbalken, mit Einfachgleitungs-Orientierung, wurde unter der Hilfenahme einer "Focused Ion Beam"-Arbeitsplattform Biegebalken präpariert. Die Abmessung der Grobform der Balken war $1 \times 1 \times 20 \mu\text{m}^3$. Im letzten Präparationsschritt wurde durch das Abtragen mit dem Ionenstrahl ein verjüngter Bereich mit 2 beziehungsweise $8 \mu\text{m}$ in Dickenrichtung erreicht. In beiden Fällen wurde ein Aspektverhältnis von $1 \times 2 \times 1,25$ verwendet. Die Ermüdungsversuche wurden in-situ in einem Rasterelektronenmikroskop mit einem Mikroindenter, der weggesteuert betrieben wurde, durchgeführt. Der Weg wurde sinusförmig vorgegeben, dadurch wurde ein Spannungsverhältnis von $R = -1$ erreicht. "Low Cycle Fatigue" Experimente mit bis zu 14000 Lastwechsel und verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden wurden durchgeführt. Außerdem wurde die Entwicklung der Oberflächenschädigung mit dem REM untersucht. Zusätzlich wurden mit dem "Focused Ion Beam" aus den ermüdeten Proben Lamellen für eine Untersuchung mit dem Transmissionselektronenmikroskop hergestellt, um einen Einblick in die entwickelte Mikrostruktur zu erlangen. Die größeren Proben zeigen eine zellenförmige Struktur an der Oberfläche (Randfaser des Biegebalkens). Jedoch tritt diese Art von Schä-

digung erst ab einen gewissen Schwellenwert in der plastischen Dehnungsamplitude auf. Wenn die Amplitude unter diesem Schwellenwert liegt, kommt es nur zur Ausbildung von feinen gleich verteilten Gleitstufen. Selbst nach größerer Zyklenzahl zeigt sich keine ausgeprägte Oberflächenschädigung. Bei gleicher Belastungsart, gleicher Lastspielzahl und Dehnungsamplitude, treten an der Oberfläche der 2 μm Probe keine zellenförmige Strukturen auf, dies lässt auf eine Größenabhängigkeit in der Versetzungsstrukturbildung schließen. Die Untersuchungen der Oberfläche wurde durch TEM Untersuchungen an Lamellen aus dem Inneren der Probe vervollständigt, um die Versetzungsstruktur zu analysieren. Diese zeigt, ebenfalls eine zellenförmige Versetzungsstruktur bei hoher plastischer Amplitude, jedoch keine Versetzungsstruktur bei niedriger Amplitude der 8 μm Proben. Das Fehlen der Struktur der 2 μm Probe bestätigt die Beobachtungen mit dem REM.

Die Ergebnisse zeigen größenabhängiges Werkstoffverhalten bei zyklischer Belastung, welches insbesondere durch unterschiedliche Versetzungsstrukturen charakterisiert ist. Für eine Quantifizierung des größenabhängigen Verhalten im LCF Bereich sind noch Folgeuntersuchungen notwendig.

Literaturverzeichnis

- [1] P. Li, S.X. Li, Z.G. Wang, and Z.F. Zhang. Fundamental factors on formation mechanism of dislocation arrangements in cyclically deformed fcc single crystals. *Progress in Materials Science*, 56(3):328 – 377, 2011.
- [2] A. T. Winter. A model for the fatigue of copper at low plastic strain amplitudes. *Philosophical Magazine*, 30:719–738, 1974.
- [3] H. Mughrabi. The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals. *Materials Science and Engineering*, 33(2):207–223, May 1978.
- [4] P. J. Woods. Low-amplitude fatigue of copper and copper-5 at. crystals. *Philosophical Magazine*, 28(1):155–191, 1973.
- [5] Alex S. Cheng and Campbell Laird. The high cycle fatigue life of copper single crystals tested under plastic-strain-controlled conditions. *Materials Science and Engineering*, 51(1):55 – 60, 1981.
- [6] S. Suresh. *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, 1998.
- [7] P. Li, S.X. Li, Z.G. Wang, and Z.F. Zhang. Formation mechanisms of cyclic saturation dislocation patterns in [001], [011] and [111] copper single crystals. *Acta Materialia*, 58(9):3281 – 3294, 2010.
- [8] W Heinz. *Mikrostrukturelle Analyse von thermomechanisch verformten und ermüdeten Al Schichten*. PhD thesis, University of Leoben, 2010.
- [9] J. S. Stölken and A. G. Evans. A microbend test method for measuring the plasticity length scale. *Acta Materialia*, 46(14):5109 – 5115, 1998.
- [10] C. Motz, T. Schöberl, and R. Pippan. Mechanical properties of micro-sized copper bending beams machined by the focused ion beam technique. *Acta Materialia*, 53(15):4269 – 4279, 2005.

- [11] D. Kiener, W. Grosinger, G. Dehm, and 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(3):580 – 592, 2008.
- [12] Michael D. Uchic, Dennis M. Dimiduk, Jeffrey N. Florando, and William D. Nix. Sample dimensions influence strength and crystal plasticity. *Science*, 305:986–989, 2004.
- [13] N.A. Fleck, G.M. Muller, M.F. Ashby, and J.W. Hutchinson. Strain gradient plasticity: Theory and experiment. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(2):475 – 487, 1994.
- [14] C. Motz, D. Kiener, H.G.M. Kreuzer, W. Prantl, and R. Pippan. Microstructural characterization of deformed volume beneath microindentations using fib, ebsd and tem. In C. Grundlach, K. Haldrup, N. Hansen, D. Juul Jensen X. Huang, Z.J. Li T. Leffers, S.F. Nielsen, W. Pantleon, J.A. Wert, and G. Winther, editors, *Proceedings of the 25th Risoe International Symposium on Material Science: Evolution of Deformation Microstructures in 3D*, pages 459–464, 2004.
- [15] O. Kraft, PA. Gruber, R. Mönig, and D. Weygand. Plasticity in confined dimension. *Annu. Rev. Mater. Res.*, 40:293–317, 2010.
- [16] D. Kiener, C. Motz, M. Rester, M. Jenko, and G. Dehm. Fib - damage of cu and possible consequences for miniaturized mechanical tests. *Materials Science and Engineering: A*, 459(1-2):262–272, June 2007.
- [17] R. Wang, H. Mughrabi, S. McGovern, and M. Rapp. Fatigue of copper single crystals in vacuum and in air i: Persistent slip bands and dislocation microstructures. *Materials Science and Engineering*, 65(2):219–233, August 1984.
- [18] Eralp Demir, Dierk Raabe, and Franz Roters. The mechanical size effect as a mean-field breakdown phenomenon: Example of microscale single crystal beam bending. *Acta Materialia*, 58(5):1876 – 1886, 2010.

Automatische Datenaufbereitung

```
1 % Datenimport
2 clear all
3
4 data=importdata(%examplefile-LW100%,'t',1); %Daten importieren
5
6
7 LW100=data.data; %Defination der Variable
8
9 clear data %wird nicht mehr benötigt
10 y=LW100(:,4);
11 x=LW100(:,3);
12 y1=-0.009142*x+0.001759;
13 y2=y-y1;
14 LW100(:,6)=y2;
15
16 LW100(1:end,7)=smooth(LW100(1:end,1),LW100(1:end,6),9,'sgolay',3); %Kraft-Zeit Signal \“uber ganze Array gegl\“attet
17
18 n=histc(LW100(:,2),0:10:1000);
19
20 %Anzahl der Punkte pro Zyklus, ein Zyklus dauert 10 sec daher Schrittweite 10 bis 1000sec (100Lastwechsel)
21 n(1)=n(1)+n(101);
22 filename=%examplefile%;
23 [status,message,messageid] = mkdir(filename)
24
25 % Zykluslänge anhand der Wegkurve bestimmen
26 clear Null
27 clear one
28 xdata=LW200(:,1);
29 Null=zeros(size(xdata));
30 %one=zeros(size(xdata));
31
32 for k=2:1:size(LW100,1)
33     if xdata(k,1)<0.04 && xdata(k,1)>-0.1 &&...
34         abs(xdata(k,1))<abs(xdata(k-1,1)) && abs(xdata(k,1))<abs(xdata(k+1,1))
35             Null(k,1)=k;
36             %one(k,1)=1;
37         end
38     end
39 clear k
40 interval=find(Null);
41 while (abs(interval(1)-interval(2))<100), interval(2)=[];end
42
43 % Medianberechnung \“uber das gesamte File
44 med2=zeros(size(LW100,1)-40,1);
45 z=21;
46 for lauf=1:size(LW100,1)-40
47     med2(z,1)=median(LW100(lauf:lauf+40,7));
48     z=z+1;
49 end
50 clear z
```

```

51 clear lauf
52 %
53 for c=1:1:size(interval,1)/2-3
54 F_max(c,1)=(max(LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),7))+...
55 abs(min(LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),7))))/2;
56
57 cyc_num(c,1)=c;
58 end
59 figure(1);
60 plot(cyc_num,F_max,'bo')
61 filename=[%examplefile%];
62 saveas(figure(1),filename,'jpg');
63 % Grobe Suche der Nulldurchg\`ange mittels linear fit
64
65 for c=0:size(interval,1)/2-3;
66   lw=c+1;
67   %y-Daten unter  $-0.035$  und  $\bar{A}\frac{1}{4}$ ber  $0.005$  werden weggelassen
68   exclude=excludedata(LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1),...
69     LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),7),'range',[-0.1 0.05]);
70
71   options=fitoptions('poly1','Exclude',exclude);
72   %lineare Interpolation des Mittelteils der Kurve y_smoothed(t)
73   compl1{lw}=fit(LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1),...
74     LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),7),'poly1',options);
75   %Die Koeffizienten werden abgespeichert
76   compl_coeff1(lw,1:2)=coeffvalues(compl1{lw});
77   %Geradengleichung speichert in
78   y_compl1(interval(1+2*c):interval(3+2*c),lw)=...
79     compl_coeff1(lw,1)*LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1)+compl_coeff1(lw,2);
80   k=1;
81   for m=interval(1+2*c):5:interval(3+2*c)-10;
82     v=m+10;
83     [f{k},fgo{k}]=fit(LW100(m:v,1),LW100(m:v,7),'poly1');
84     coeffs(k,1:2,lw)=coeffvalues(f{k});
85     rsquare(k,lw)=fgo{k}.rsquare;
86     k=k+1;
87   end
88   clear u
89   u=size(coeffs,1);
90
91   l=1;
92   for lauf=4:1:u-3;
93     if abs(coeffs(lauf,1,lw))>abs(coeffs(lauf+1,1,lw)) &&...
94       abs(coeffs(lauf,1,lw))>abs(coeffs(lauf+2,1,lw))...
95       && abs(coeffs(lauf,1,lw))>abs(coeffs(lauf+3,1,lw))...
96       && abs(coeffs(lauf,1,lw))>abs(coeffs(lauf-1,1,lw))...
97       && abs(coeffs(lauf,1,lw))>abs(coeffs(lauf-2,1,lw))...
98       && abs(coeffs(lauf,1,lw))>abs(coeffs(lauf-3,1,lw))...
99       && abs(coeffs(lauf,1,lw))>0.0045% && rsquare(lauf,lw)>0.89
100    if l==1 && coeffs(lauf,1,lw)<0 || l==4 && coeffs(lauf,1,lw)<0
101      Geraden(1,1,lw)=coeffs(lauf,1,lw);
102      Geraden(1,2,lw)=coeffs(lauf,2,lw);
103      l=l+1;
104    elseif l==2 && coeffs(lauf,1,lw)>0 || l==3 && coeffs(lauf,1,lw)>0 && lauf>h+5
105      Geraden(1,1,lw)=coeffs(lauf,1,lw);
106      Geraden(1,2,lw)=coeffs(lauf,2,lw);
107      l=l+1;
108      h=lauf;
109    end
110  end
111 end
112
113 for i=1:4;
114   y_f(interval(1+2*c):interval(3+2*c),i,lw)=Geraden(i,1,lw)*...
115   LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1)+Geraden(i,2,lw);
116 end
117
118 % Berechnet die Koordinaten der Schnittpunkte
119 for c=1:1:size(interval,1)/2-2;

```

```

120 for i=1:4
121     p(i,1,c)=int32((Geraden(i,2,c)-compl_coeff1(c,2))/...
122         (compl_coeff1(c,1)-Geraden(i,1,c)));
123     p(i,2,c)=Geraden(i,1,c)*p(i,1,c)+Geraden(i,2,c);
124 end
125 end
126
127 % Feinere Suche an hand der zuvor berechneten Schnittpunkte p
128 for c=0:1:size(interval,1)/2-3
129     lw=c+1;
130     % Teil 1
131     compl2{lw,1}=fit(LW100(interval(1+2*c):p(1,1,lw),1),LW100(interval(1+2*c):p(1,1,lw),6),'poly1');
132     %Die Koeffizienten werden abgespeichert
133     compl_coeff2(1,1:2,lw)=coeffvalues(compl2{lw,1});
134     %Geradengleichung speichert in
135     y_compl2(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1,lw)=...
136         compl_coeff2(1,1,lw)*LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1)+compl_coeff2(1,2,lw);
137 %Teil 2
138     compl2{lw,2}=fit(LW100(p(2,1,lw):p(3,1,lw),1),LW100(p(2,1,lw):p(3,1,lw),6),'poly1');
139     %Die Koeffizienten werden abgespeichert
140     compl_coeff2(2,1:2,lw)=coeffvalues(compl2{lw,2});
141     %Geradengleichung speichert in
142     y_compl2(interval(1+2*c):interval(3+2*c),2,lw)=...
143         compl_coeff2(2,1,lw)*LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1)+compl_coeff2(2,2,lw);
144 %Teil 3
145     compl2{lw,3}=fit(LW100(p(4,1,lw)+5: interval(3+2*c),1),LW100(p(4,1,lw)+5: interval(3+2*c),6),'poly1');
146     %Die Koeffizienten werden abgespeichert
147     compl_coeff2(3,1:2,lw)=coeffvalues(compl2{lw,3});
148     %Geradengleichung speichert in
149     y_compl2(interval(1+2*c):interval(3+2*c),3,lw)=...
150         compl_coeff2(3,1,lw)*LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1)+compl_coeff2(3,2,lw);
151
152     p1(1,1,lw)=int32((Geraden(1,2,lw)-compl_coeff2(1,2,lw))/(compl_coeff2(1,1,lw)-Geraden(1,1,lw)));
153     p1(1,2,lw)=Geraden(1,1,lw)*p1(1,1,lw)+Geraden(1,2,lw);
154
155     p1(2,1,lw)=int32((Geraden(2,2,lw)-compl_coeff2(2,2,lw))/(compl_coeff2(2,1,lw)-Geraden(2,1,lw)));
156     p1(2,2,lw)=Geraden(2,1,lw)*p1(2,1,lw)+Geraden(2,2,lw);
157
158     p1(3,1,lw)=int32((Geraden(3,2,lw)-compl_coeff2(2,2,lw))/(compl_coeff2(2,1,lw)-Geraden(3,1,lw)));
159     p1(3,2,lw)=Geraden(3,1,lw)*p1(3,1,lw)+Geraden(3,2,lw);
160
161     p1(4,1,lw)=int32((Geraden(4,2,lw)-compl_coeff2(3,2,lw))/(compl_coeff2(3,1,lw)-Geraden(4,1,lw)));
162     p1(4,2,lw)=Geraden(4,1,lw)*p1(4,1,lw)+Geraden(4,2,lw);
163 end
164
165 % Feinere Suche an hand der zuvor berechneten Schnittpunkte p1
166 for c=0:1:size(interval,1)/2-3
167     lw=c+1;
168     % Teil 1
169     compl3{lw,1}=fit(LW100(interval(1+2*c):p1(1,1,lw),1),LW100(interval(1+2*c):p1(1,1,lw),4),'poly1');
170     %Die Koeffizienten werden abgespeichert
171     compl_coeff3(1,1:2,lw)=coeffvalues(compl3{lw,1});
172     %Geradengleichung speichert in
173     y_compl3(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1,lw)=...
174         compl_coeff3(1,1,lw)*LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1)+compl_coeff3(1,2,lw);
175 %Teil 2
176     compl3{lw,2}=fit(LW100(p1(2,1,lw):p1(3,1,lw),1),LW100(p1(2,1,lw):p1(3,1,lw),4),'poly1');
177     %Die Koeffizienten werden abgespeichert
178     compl_coeff3(2,1:2,lw)=coeffvalues(compl3{lw,2});
179     %Geradengleichung speichert in
180     y_compl3(interval(1+2*c):interval(3+2*c),2,lw)=...
181         compl_coeff3(2,1,lw)*LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1)+compl_coeff3(2,2,lw);
182 %Teil 3
183     compl3{lw,3}=fit(LW100(p1(4,1,lw)+5: interval(3+2*c),1),LW100(p1(4,1,lw)+5: interval(3+2*c),6),'poly1');
184     %Die Koeffizienten werden abgespeichert
185     compl_coeff3(3,1:2,lw)=coeffvalues(compl3{lw,3});
186     %Geradengleichung speichert in
187     y_compl3(interval(1+2*c):interval(3+2*c),3,lw)=...
188         compl_coeff3(3,1,lw)*LW100(interval(1+2*c):interval(3+2*c),1)+compl_coeff3(3,2,lw);

```

```

189 p2(1,1,lw)=int32((Geraden(1,2,lw)-compl_coeff3(1,2,lw))/(compl_coeff3(1,1,lw)-Geraden(1,1,lw)));
190 p2(1,2,lw)=Geraden(1,1,lw)*p2(1,1,lw)+Geraden(1,2,lw);
191
192 p2(2,1,lw)=int32((Geraden(2,2,lw)-compl_coeff3(2,2,lw))/(compl_coeff3(2,1,lw)-Geraden(2,1,lw)));
193 p2(2,2,lw)=Geraden(2,1,lw)*p2(2,1,lw)+Geraden(2,2,lw);
194
195 p2(3,1,lw)=int32((Geraden(3,2,lw)-compl_coeff3(2,2,lw))/(compl_coeff3(2,1,lw)-Geraden(3,1,lw)));
196 p2(3,2,lw)=Geraden(3,1,lw)*p1(3,1,lw)+Geraden(3,2,lw);
197
198 p2(4,1,lw)=int32((Geraden(4,2,lw)-compl_coeff3(3,2,lw))/(compl_coeff3(3,1,lw)-Geraden(4,1,lw)));
199 p2(4,2,lw)=Geraden(4,1,lw)*p1(4,1,lw)+Geraden(4,2,lw);
200
201 end
202
203 % Kraft-Verschiebungs Kurve erstellen (differenz1 "richtig gerechnet")
204 clear kraft1
205 clear weg_cor1
206 z=1;
207 zz=1;
208 differenz1=LW100(p2(1,1,1),3);%LW100(1,3)
209 differenzZ1(zz,1)=differenz1;
210 for c=1:1:size(interval,1)/2-4
211
212 for lauf=p2(1,1,c):1:p2(2,1,c)+6
213 weg_cor1(z,1)=LW100(lauf,3)-differenz1;
214 kraft1(z,1)=LW100(lauf,7);
215 z=z+1;
216 end
217
218 differenz2=abs(LW100(p2(3,1,c),3)-weg_cor1(end,1));%+0.3;
219 differenzZ2(zz,1)=differenz2;
220 for lauf=p2(3,1,c):1:p2(4,1,c)
221 weg_cor1(z,1)=LW100(lauf,3)-differenz2;
222 kraft1(z,1)=LW100(lauf,7);
223 z=z+1;
224 end
225 zz=zz+1;
226 clear differenz1
227 clear differenz2
228 differenz1=LW100(p2(1,1,c+1),3)-weg_cor1(end,1);
229 differenzZ1(zz,1)=differenz1;
230 cyc_int(c,1)=z;
231 end

```

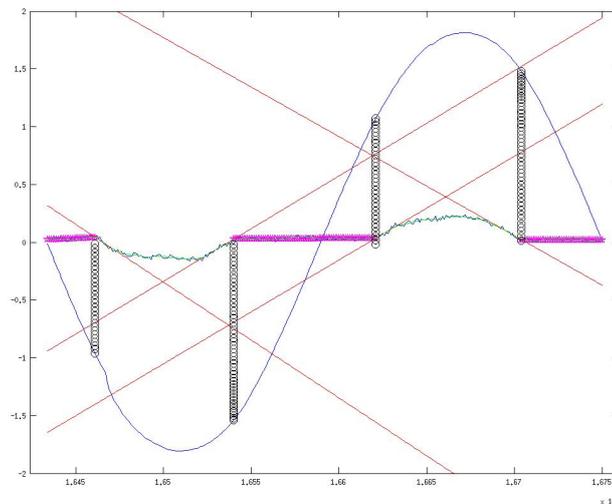


Abbildung A.1: Der Graph zeigt die Signale über die Zahl der Datenpunkte. Nach der groben Suche der Nulldurchgänge des Kraftsignals wurde mit Hilfe eines linearen Fit die Nulldurchgänge des Kraftsignals durch Schneiden der Gerade mit der Nulllinie gefunden. Die roten Linien sind die Geraden des linearen Fit, grün stellt die geglättete Kraftkurve dar.

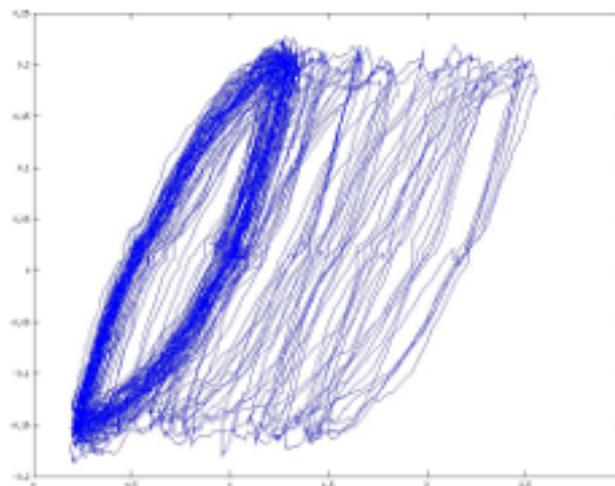


Abbildung A.2: Durch Summierung der Fehler beim Berechnen des Nulldurchgangs der Kurve kommt es zu einem Drift in der Weg - Kraft Kurve. Dieses Artefakt würde dann zu einem Fehler in der Interpretation der mechanischen Daten führen, da es auf zyklisches Kriechen schließen lassen würde.

Anhang B

Weitere Proben

Im Vorfeld dieser Arbeit wurden auch andere einkristalline Kupferbiegeproben mit gleicher Orientierung aber anderer Geometrie getestet. Die Proben wurden bei höheren plastischen Dehnungsamplituden und weniger Lastwechsel getestet, jedoch bis zum Versagen der Probe. Hier kann gezeigt werden, dass zwar eine Kantenwelligkeit beziehungsweise scheinbar stärkere Schädigung im Kantenbereich auftritt, jedoch die massive Schädigung, die dann zum Versagen führt sich über den gesamten Randfaserbereich erstreckt.

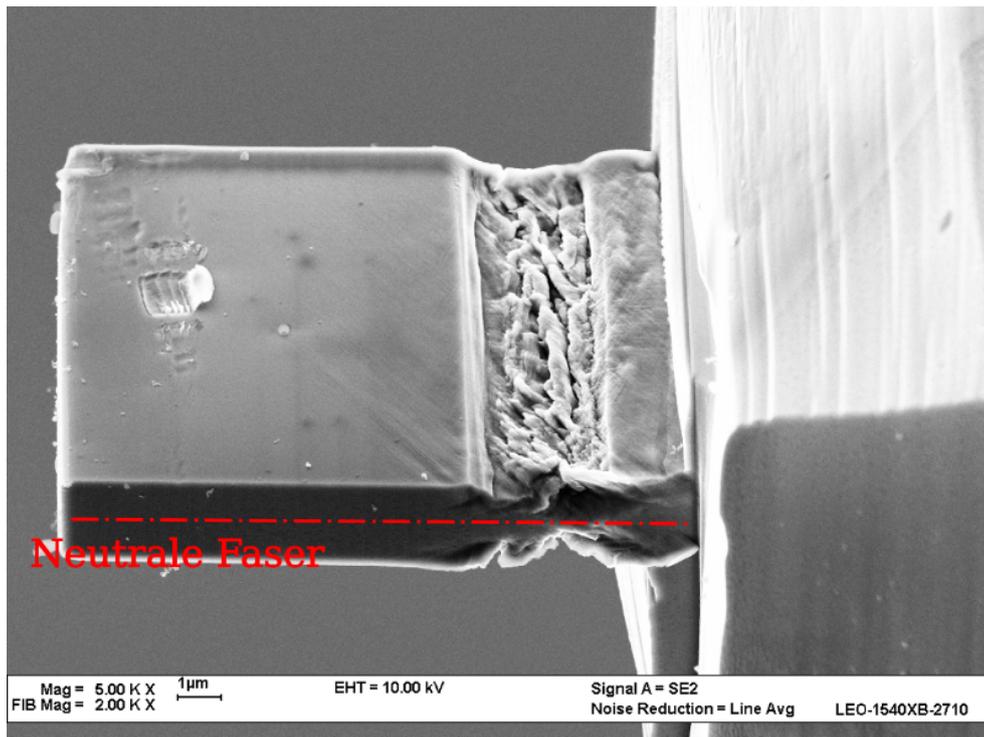


Abbildung B.1: Diese Probe zeigt bereits nach wenigen 100 Lastwechsel massive Schädigung im gesamten Bereich der Verjüngung. Das Versagen der Probe entsteht hier weniger durch ein vergleichbares Risswachstum.

Anhang C

STEM–Detektor

Für die Aufnahme der STEM - Bilder wurde ein sogenannter Multi - Mode Detektor verwendet. Dieser ist bereits in das FIB - Gerät integriert. Der Detektor wird zur Aufnahme der Bilder einfach unter der Probe positioniert. Der Vorteil dieses Typs von Detektor ist, dass sowohl Hellfeld als auch Dunkelfeld Aufnahmen möglich sind. Dabei besteht der Detektor aus zwei Halbleiter Elektronendetektoren. In Abbildung C.1 ist die grundsätzliche Anordnung des Detektors gezeigt. Um den Detektor verwenden zu können, müssen die Proben gleich präpariert werden wie für den TEM - Einsatz.

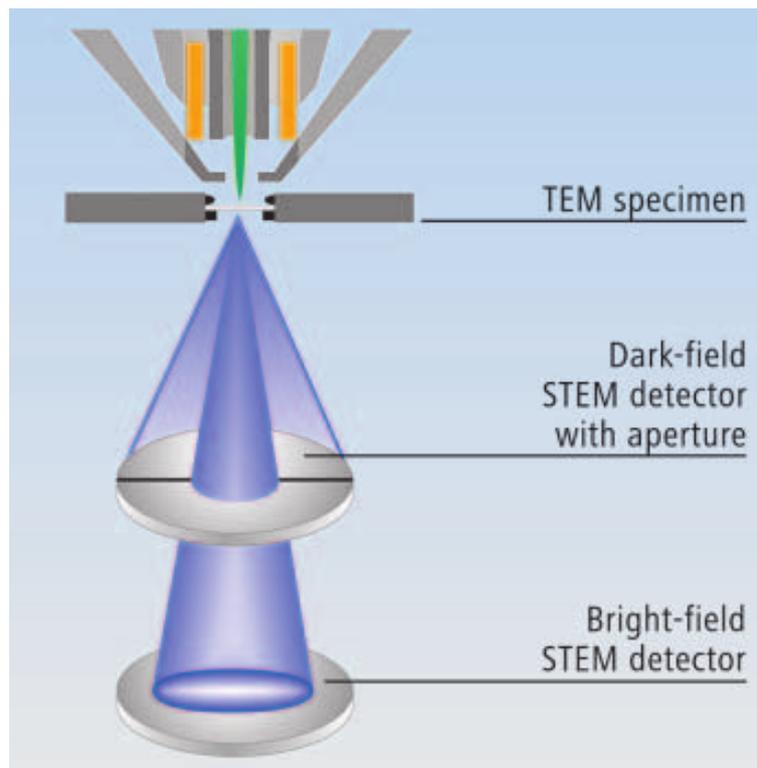


Abbildung C.1: Der STEM - Detektor wird direkt unter der Probe positioniert und der transmittierte Strahl wird zur Erstellung des Bildes verwendet. Quelle: www.zeiss.de

Anhang D

TEM - Bilder

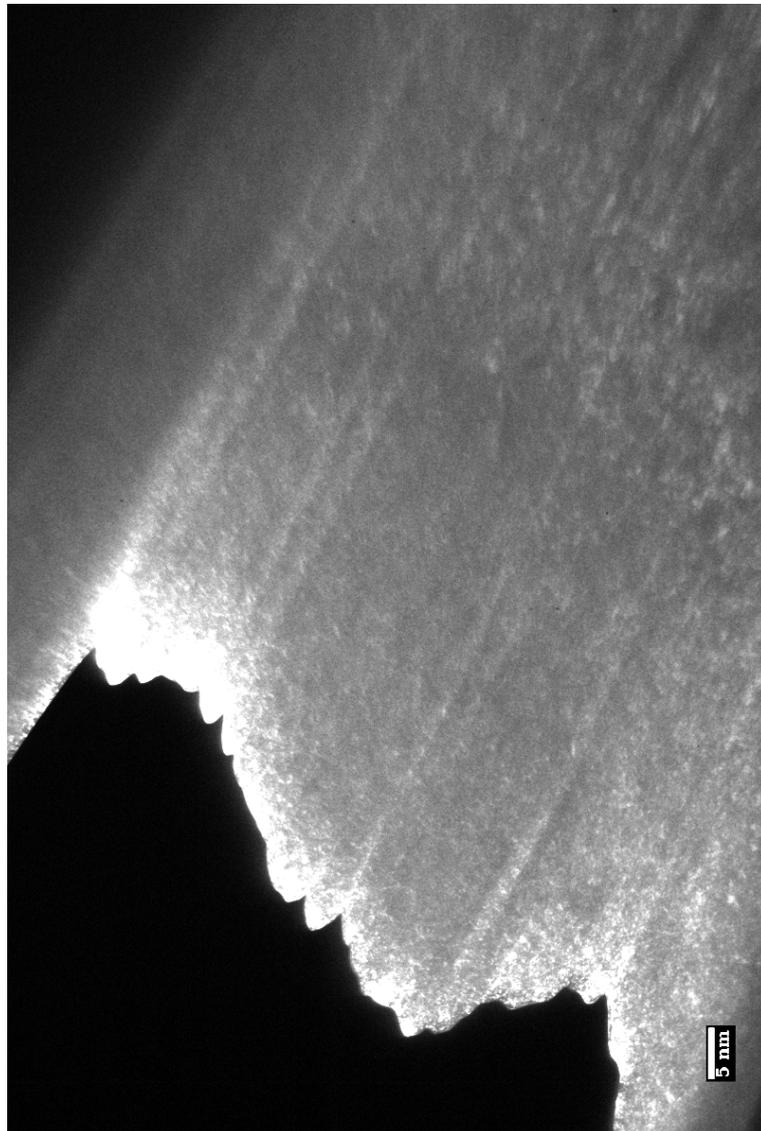


Abbildung D.1: TEM - Aufnahme der Probe 1.

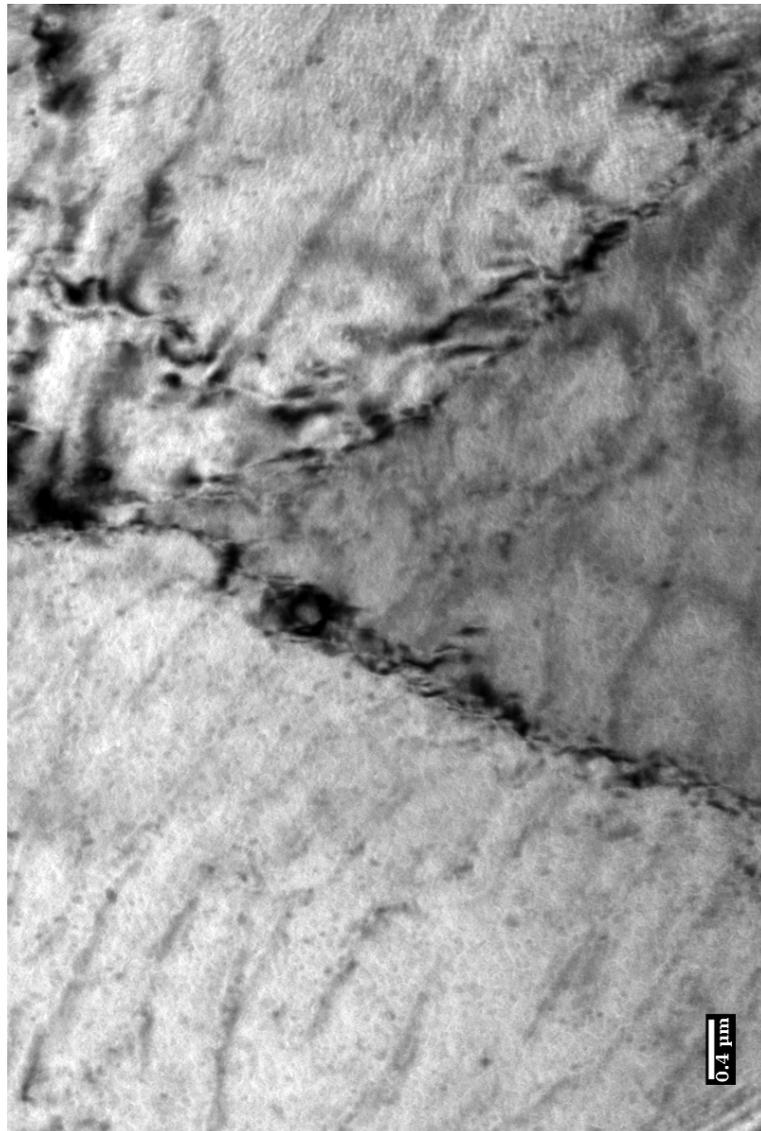


Abbildung D.2: TEM - Aufnahme der Probe 3. Im mittleren Bereich des Bildes ist der Tripelpunkt der drei Kleinwinkelkorngrenzen zu erkennen.

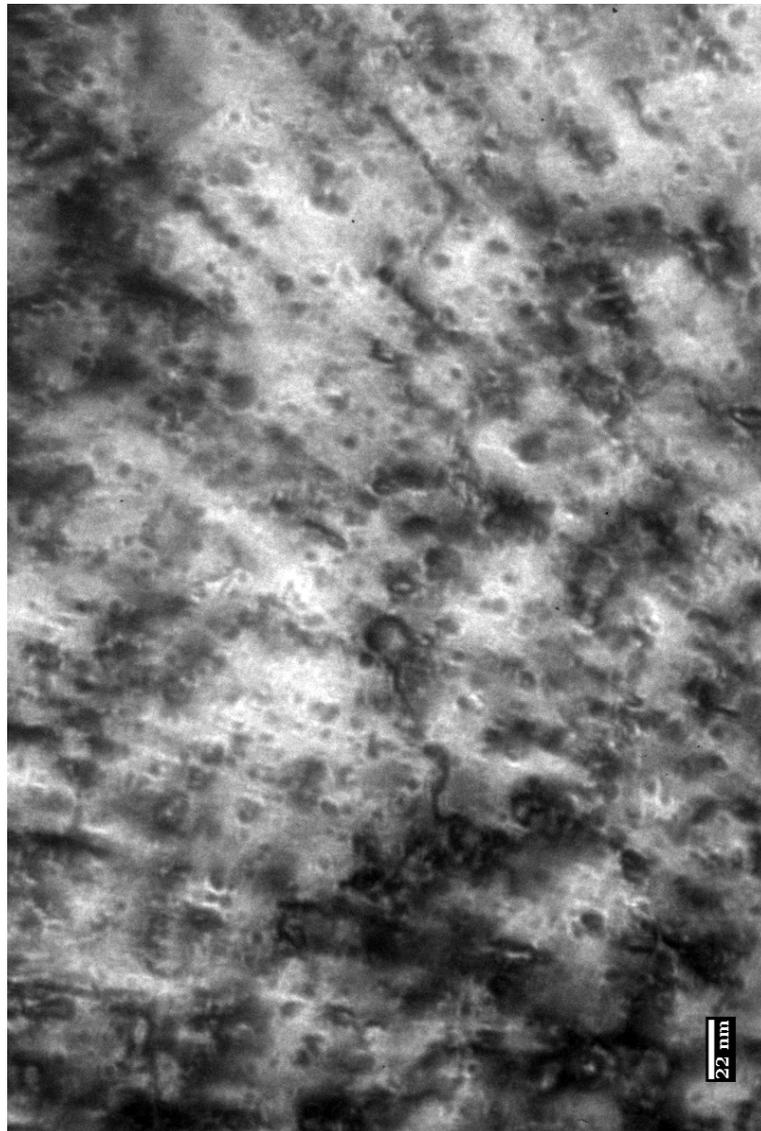


Abbildung D.3: TEM - Aufnahme der Probe 6.