

Lehrstuhl für Materialphysik  
Montanuniversität Leoben



# **Ermüdungseigenschaften und Mikrostrukturevolution von mikro- und nanokristallinen Mikrobiegeproben**

Diplomarbeit

Kremmer Thomas

7. Oktober 2012



## **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.

## **Affidavit**

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

Leoben, 7. Oktober 2012

Kremmer Thomas



## Danksagung

Bei Univ. Prof. Dr. Reinhard Pippan möchte ich mich für die Betreuung meiner Diplomarbeit sehr herzlich bedanken.

Besonderer Dank gilt Dr. Christian Motz, der an der Entstehung dieser Diplomarbeit einen großen Anteil hatte. Seine Vorschläge, Ideen und Diskussionen haben mir beim 'Durchschauen' der wissenschaftlichen Materie sehr geholfen. Vor allem seine zügige Korrektur meiner Texte hat den Abschluss der Diplomarbeit stark vorangetrieben.

Bei DI Wolfgang Grosinger möchte ich mich für die Einschulung an allen notwendigen Geräten, vor allem bei der Funktionsweise des Mikro-Indenters, bedanken. Außerdem konnte ich viele Kniffe von ihm lernen, die mir das Leben sehr erleichtert haben.

Bei der Bedienung des EBSD-Gerätes und bei der Analyse der EBSD-Bilder halfen mir Dr. Anton Hohenwarter und Dr. Stefan Wurster sehr weiter. Ein weiterer Dank gilt Dr. Daniel Kiener, der immer bereit war mir bei kleinen Problemen mit dem Rasterelektronenmikroskop zu helfen.

Die Experimente am ASMEC-Leihgerät waren nur mithilfe von Christian Scheiner möglich, der einen Probenhalter in kürzester Zeit hergestellt hat, da der übliche Probenhalter bei diesem Gerät nicht verwendet werden konnte. Generell möchte ich mich bei allen Kollegen am Erich-Schmid-Institut bedanken.

Zum Schluss möchte ich mich noch bei meiner ganzen Verwandtschaft und meinen Eltern bedanken, die mich während des Studiums immer unterstützt haben. Vor allem bei meinen Großeltern, die immer um mein leibliches Wohl besorgt waren.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung und Motivation</b>	<b>2</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1	Hochverformung . . . . .	5
2.1.1	High pressure torsion . . . . .	6
2.1.2	Statische mechanische Eigenschaften und thermische Stabilität von hochverformten Werkstoffen . . . . .	8
2.2	Ermüdung . . . . .	10
2.2.1	Grundlagen . . . . .	11
2.2.2	Versetzungsstrukturen in Kupfer-Einkristallen . . . . .	13
2.3	Eigenschaften von hochverformten Materialien . . . . .	15
2.3.1	Abhängigkeit der zyklischen Eigenschaften von der Korngröße . . . . .	15
2.3.2	Stabilität der Mikrostruktur und Schädigung . . . . .	18
<b>3</b>	<b>Probenherstellung</b>	<b>23</b>
3.1	Mechanische Bearbeitung . . . . .	23
3.2	Elektrochemisches Ätzen . . . . .	24
3.3	FIB-Präparation . . . . .	25
<b>4</b>	<b>Versuchsaufbau und Versuchsauswertung</b>	<b>31</b>
4.1	Versuchsaufbau . . . . .	31
4.2	Versuchsdurchführung . . . . .	32
4.3	Versuchsauswertung mittels linear elastischer Biegetheorie . . . . .	34
<b>5</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>42</b>
5.1	Ausgangsmaterial . . . . .	42
5.2	Mechanische Eigenschaften und Schädigungsbild . . . . .	43
5.3	Mikrostrukturelle Änderungen und Kornwachstum . . . . .	53
<b>6</b>	<b>Diskussion</b>	<b>65</b>
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>73</b>
<b>8</b>	<b>Abkürzungsverzeichnis</b>	<b>76</b>

<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>79</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>80</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>84</b>

# 1 Einleitung und Motivation

Die Festigkeit von Polykristallen ist sehr stark von der Korngröße des Werkstoffs abhängig. Diese Festigkeitssteigerung kann mit der so genannten Hall-Petch-Relation beschrieben werden. In der Werkstofftechnologie wird dieser Mechanismus zur Steigerung der Festigkeit häufig ausgenutzt. Ein prominentes Beispiel dafür sind mikrolegierte Feinkornbaustähle, bei denen durch Zusatz von geringen Mengen an Legierungselementen, die Korngröße verringert wurde, um gleichzeitig die Festigkeit und Duktilität zu erhöhen. Diese Entwicklung der Kornfeinung wurde weitergetrieben und heute ist es möglich submikrokristalline und nanokristalline Werkstoffe mit Korngrößen unter einen  $\mu\text{m}$  beziehungsweise unter 100 nm herzustellen. Bei submikrokristallinen Kupfer oder Nickel kann eine Verdoppelung bis zu einer Vervierfachung der zyklischen Spannung in dehnungsgesteuerten Versuchen gegenüber Kupfer beziehungsweise Nickel mit klassischer Korngröße festgestellt werden [1]. In den letzten 15 Jahren wurde in der Forschung daran gearbeitet die Herstellmethoden für diese Werkstoffe zu verbessern, zu verstehen welche Mechanismen bei der Herstellung eine Rolle spielen und wie sich diese auf die statischen mechanischen Eigenschaften auswirken. Erst seit kurzem wird daran gedacht aus submikrokristallinen Werkstoffen komplette Bauteile für Spezialanwendungen herzustellen, hauptsächlich als Werkstoffe für medizinische Anwendungen [2,3] und als Werkstoffe zur superplastischen Umformung [4]. Mit dem Einsatz in technischen Anwendungen werden vor allem die Ermüdungseigenschaften zu einem zentralen Thema, da beinahe alle technischen Systeme nicht nur unter statischer sondern auch unter schwingender Beanspruchung stehen. Die schwingende Beanspruchung bestimmt meistens die Lebensdauer von Bauteilen. Durch die höhere statische Festigkeit wird eine höhere Dauerfestigkeit beziehungsweise eine erhöhte Festigkeit bei hohen Lastspielzahlen erwartet. Die Festigkeit bei niedrigen Lastspielzahlen ist üblicherweise geringer da für die Herstellung von massiven submikrokristallinen Werkstoffen Hochverformung eingesetzt wird, welche eine erhöhte Versetzungsdichte ins Material einbringt. Durch die Erhöhung der Defektdichte kommt es üblicherweise zu einer Verringerung der Duktilität

des Werkstoffes und zu einem schnelleren Versagen, da das Verformungsvermögen früher erschöpft ist. Diese Erwartungen aus „Daumenregeln“ müssen jedoch überprüft werden, weil sie eine stabile Mikrostruktur voraussetzen. Die Mikrostruktur von submikrokristallinen Werkstoffen befindet sich jedoch weit weg vom thermodynamischen Gleichgewicht, bedingt durch die kleine Korngröße und die hohe Defektdichte die während der Herstellung eingebracht wird. Eine Kornvergrößerung während zyklischer Belastung wurde bei niedrigen homologen Temperaturen ( $\frac{T}{T_m} < 0,2$ ) beobachtet. Welcher Mechanismus diese Kornvergrößerung bewirkt wurde noch nicht eindeutig geklärt [5]. Um weitere Erkenntnisse über die Ermüdungseigenschaften und die Entwicklung der Schädigung in submikrokristallinen Werkstoffen zu erhalten wurden in dieser Diplomarbeit Mikrobiegebalken mit einer Dicke von einigen  $\mu\text{m}$  aus OFHC-Kupfer untersucht. Versuche mit diesen Proben dimensionen haben sich bereits häufig bei einkristallinen Werkstoffen bewährt, um Schädigungsmechanismen zu untersuchen [6–8]. Die Fertigung von Mikrobiegebalken bietet sich an, da durch High Pressure Torsion (HPT) nur kleine Mengen an Probenmaterial hergestellt werden können. Da bei HPT verformten Werkstoffen nur ein Teil des hergestellten Werkstoffes ein homogenes Gefüge aufweist [9], verringert sich das verwendbare Volumen zur Probenfertigung noch einmal. Durch die geringe Größe der Mikrobalken müssen die Versuche in-situ durchgeführt werden. Der experimentelle Aufwand nimmt deswegen zwar zu, aber es ist einfacher die Schädigung zu beobachten. Zusätzlich kann der ganze verformte Bereich auf einmal beobachtet werden und so genau festgestellt werden, wo Veränderungen im Gefüge auftreten.



## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Hochverformung

Mit dem Begriff Hochverformung (engl. severe plastic deformation, SPD) bezeichnet man die starke plastische Verformung von Werkstoffen bei geringen homologen Temperaturen. Üblicherweise wird der Werkstoff einer Scherbelastung oder wiederholten Verformung ausgesetzt, wobei sich die Abmessungen des Werkstoffs nicht ändern [10]. Mit dieser Methode können Werkstoffe mit einer submikrokristallinen oder nanokristallinen Struktur effizient hergestellt werden. Mit traditionellen Verfahren zur Kornfeinung wie zum Beispiel Extrudieren, Schmieden oder Walzen können nur geringere Verformungen aufgebracht werden bevor es zur Schädigung des Werkstoffes kommt. Meist ist man bei diesen Verfahren stärker als bei SPD begrenzt, hohe Kräfte auf den Werkstoff zu übertragen. Deswegen ist auch die Möglichkeit zur Kornfeinung limitiert. In den letzten 25 Jahren wurden mehrere SPD-Verfahren entwickelt um submikrokristalline und nanokristalline Massivwerkstoffe herzustellen. Die am häufigsten verwendeten Verfahren sind equal channel angular pressing (ECAP), accumulative roll bonding (ARB), high pressure torsion (HPT) and cyclic channel die compression (CCDC). Bei allen SPD-Verfahren wird auf den Werkstoff ein hydrostatischer Druck aufgebracht, um Riss- und Porenbildung zu vermeiden. Mit anderen Methoden, wie Inertgaskondensation oder Pulvermetallurgie, können keine porenfreien Werkstoffe erzeugt werden. In dieser Diplomarbeit wurde OFHC-Kupfer mit einer submikrokristallinen Mikrostruktur untersucht, welches mittels HPT hergestellt wurde. Im folgenden Abschnitt wird daher auf dieses Verfahren näher eingegangen.

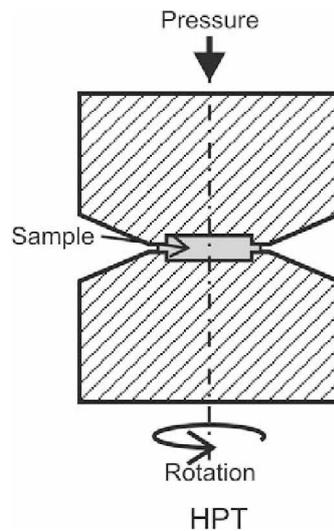


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung des HPT-Prozess [11]

### 2.1.1 High pressure torsion

Abbildung 2.1 zeigt eine schematische Darstellung des HPT-Prozesses. Der Werkstoff wird zwischen zwei Stempel gepresst und danach tordiert. Durch die Belastung fließt Material aus dem Hohlraum heraus und es bildet sich ein Grat zwischen den beiden Stempeln. Die Reibung zwischen Werkstoff und Stempeln verhindert ein weiteres herausfließen des Werkstoffs. Durch diesen Prozess kommt es im Hohlraum der beiden Stempel zu einem hohen hydrostatischen Druck. Dieser hohe hydrostatische Druck erlaubt es eine sehr hohe Scherverformung auf den Werkstoff aufzubringen ohne dass es zur Rissbildung kommt. Abbildung 2.2 zeigt das am Erich Schmid Institut in Leoben (Österreichische Akademie der Wissenschaften) verwendete HPT-Gerät.

Die Scherdehnung kann mit folgender Gleichung berechnet werden:

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

$r$ ...Abstand vom Zentrum der Probe

$n$ ...Anzahl der Umdrehungen

$t$ ...Dicke der Scheibe



Abbildung 2.2: HPT-Gerät am Erich-Schmid-Institut Leoben [12]

Die plastische Vergleichsdehnung ergibt sich mit Gleichung 2.1 zu:

$$\epsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} = \frac{2\pi n}{\sqrt{3}t} r \quad (2.2)$$

Aus Gleichung 2.2 kann man erkennen dass die plastische Vergleichsdehnung nicht über den gesamten Radius konstant ist, sondern vom Zentrum bis zum Rand linear zunimmt. Diese Gleichung gilt eigentlich nur für ideale Torsion, ist jedoch eine gute Näherung [9]. Durch das Aufbringen einer hohen plastischen Vergleichsdehnung ( $\epsilon = 16$  bis  $\epsilon = 1800$  ist ohne Probleme möglich) tritt eine Sättigung während der Kornfeinung auf und man erhält eine homogene Mikrostruktur im Werkstoff, mit Ausnahme des Zentrums und des Randes. Die Korngröße der erhaltenen Mikrostruktur hängt von der Reinheit des Werkstoffs und der homologen Temperatur während der HPT-Verformung ab. Üblicherweise erhält man eine Korngröße zwischen 400 nm (Reinmetalle) und mehreren 10 nm (Legierungen) [12]. Da es während der HPT-Verformung zur Ausbildung einer Verformungstextur im Material kommt, ist es notwendig ein Koordinatensystem für die HPT-Scheibe einzuführen. Damit kann angegeben werden, wie Proben aus der HPT-Scheibe herausgeschnitten wurden und ein Vergleich mit der Literatur wird ermöglicht. Abbildung 2.3 zeigt das in dieser Diplomarbeit verwendete Koordinatensystem.

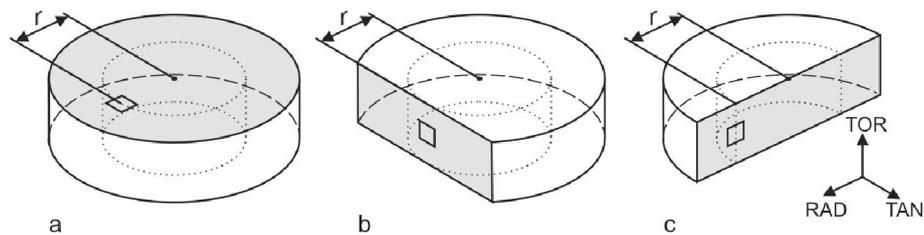


Abbildung 2.3: Verwendetes Koordinatensystem um Orientierung der Proben zu bezeichnen, Torsionsrichtung (TOR), Radialrichtung (RAD), Tangentialrichtung (TAN) [13]

## 2.1.2 Statische mechanische Eigenschaften und thermische Stabilität von hochverformten Werkstoffen

Durch die Herstellung mittels Hochverformung wird nicht nur die Korngröße verringert sondern es wird auch eine große Menge an Defekten wie zB. Versetzungen, Leerstellen eingebracht. Zusätzlich sind auch Eigenspannungen im Werkstoff vorhanden. Dies beeinflusst die mechanischen Eigenschaften von HPT-Materialien nicht nur positiv. Neben der erwünschten Festigkeitssteigerung, kommt es meistens zu einem Rückgang der Bruchdehnung des Werkstoffes. Je nach Werkstoff sind der Anstieg der Festigkeit und der Rückgang der Bruchdehnung unterschiedlich. Zusätzlich nimmt auch die Verfestigungsneigung ab, was an der reduzierten Gleichmaßdehnung ersichtlich ist. Abbildung 2.4 und Abbildung 2.5 zeigen diesen Trend anhand von Spannungs-Dehnungs-Kurven für Nickel respektive für kommerziell erhältliches Rein-Titan. Die Änderung der statischen mechanischen Kennwerte hat Einfluss auf die zyklischen Eigenschaften von hochverformten Werkstoffen (siehe Kapitel 2.3.1).

Außerdem befindet sich der Werkstoff nach der Hochverformung in einem metastabilen Zustand fernab vom thermodynamischen Gleichgewicht, da die Defektdichte sehr hoch ist und eine große Menge an Korngrenzen vorliegt. Dies ist ein Problem für die thermische Stabilität der Mikrostruktur. Allgemein kommt es in hochverformten Werkstoffen bereits bei viel niedrigeren Temperaturen zum Auftreten von Prozessen, die thermische Aktivierung voraussetzen. Sehr auffällig äußert sich dies bei der stark verringerten Erholungs- bzw. Rekristallisationstemperatur von hochverformten Materialien gegenüber dem äquivalenten Werkstoff mit größerer Korngröße. Normalerweise wird die Rekristallisationstemperatur

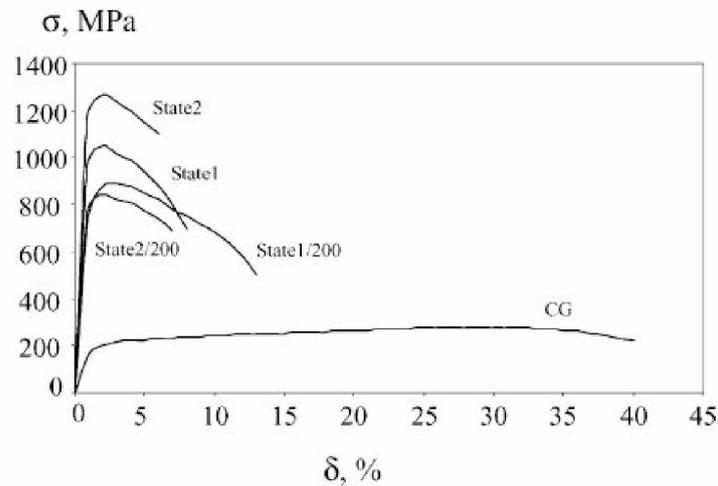


Abbildung 2.4: Spannungs-Dehnungs-Kurven für 99,98 % Rein-Nickel in verschiedenen Zuständen, CG) Ausgangsmaterial, State 1) 8 ECAP-Durchgänge + Kaltwalzen, State 2) 8 ECAP-Durchgänge + Kaltwalzen + 5 HPT-Umdrehungen, Zustände mit der Endung 200 wurden zusätzlich bei 200°C angelassen [14]

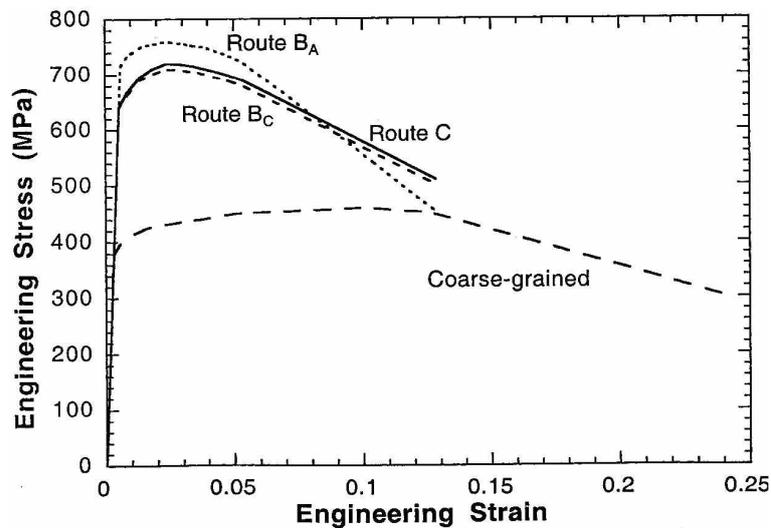


Abbildung 2.5: Spannungs-Dehnungs-Kurven für Titan mit konventioneller Korngröße (CG) und für hochverformtes Titan mit verschiedenen ECAP-Routen [15]

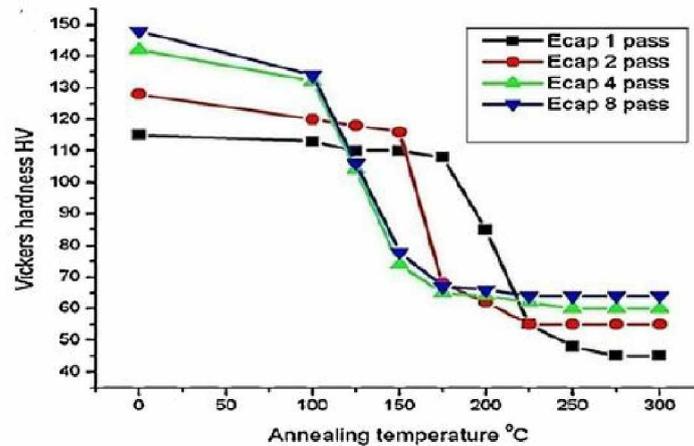


Abbildung 2.6: Härteabfall von OFHC-Kupfer Proben die bei verschiedenen Temperaturen angelassen wurden [16]

von Reinmetallen mit der Formel  $T_{rekr} = 0,5T_m$  abgeschätzt. Bei Kupfer wäre dies bei einer Temperatur von ca. 400°C. In Abbildung 2.6 erkennt man das es schon bei einer weit geringeren Temperatur (ca. 170 °C) zu einem großen Härteabfall kommt, der mit Rekristallisation in Zusammenhang gebracht werden kann.

## 2.2 Ermüdung

Mit dem Begriff Materialermüdung wird die Schädigung und das Versagen eines Werkstoffes unter wiederholter Beanspruchung bezeichnet [17]. Die Schädigung des Werkstoffes geschieht hierbei bereits bei einer Belastung unterhalb der Zugfestigkeit, die im Zugversuch ermittelt wurde, da sich irreversible Verformungen akkumulieren. Es kommt bei einer wiederholten Belastung unterhalb der Dehngrenze zu einer Schädigungsakkumulation und Versagen des Werkstoffes, da sich einzelne Bereiche der Probe bereits im linearen Bereich (Hook'scher Bereich) mikroplastisch verformen.

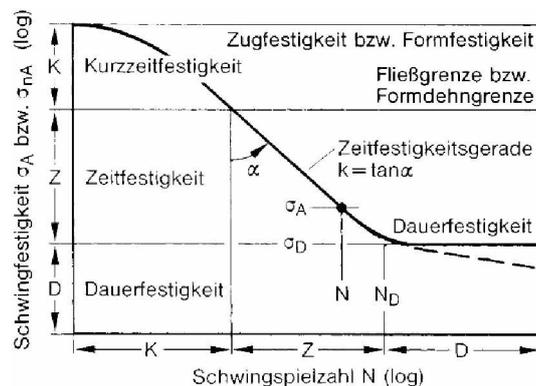


Abbildung 2.7: Kennwerte der Wöhler-Kurve (doppeltlogarithmisch aufgetragen) und Abgrenzung der Bereiche der Dauerfestigkeit (D), der Zeitfestigkeit (Z) und der Kurzzeitfestigkeit (K),  $\sigma_A$  Spannungsamplitude,  $N$  Lastspielzahl bis zum Versagen [18]

### 2.2.1 Grundlagen

Der grundlegende Versuch zur Bestimmung der Ermüdungsfestigkeit geht auf A. Wöhler zurück. Bei diesem Versuchsaufbau werden auf Proben wiederholt Lastamplituden konstanter Größe aufgebracht. Bei verschiedenen Lastamplituden bestimmt man die Anzahl der Last-Zyklen bis zum Versagen der Probe. Wird nun die Spannung über der ertragbaren Lastspielzahl aufgetragen erhält man die so genannte Wöhlerkurve (Abbildung 2.7). Die Wöhlerkurve kann in 3 verschiedenen Bereich eingeteilt werden. Unterhalb von etwa  $10^4$  Last-Zyklen befindet sich der Kurzzeitfestigkeitsbereich (engl. Low Cycle Fatigue, LCF). In diesem Bereich dominiert die plastische Dehnungsamplitude das Versagensverhalten. Ab etwa  $10^5$  Last-Zyklen beginnt der Zeitfestigkeitsbereich (engl. High Cycle Fatigue, HCF) in welchem die elastische Dehnungsamplitude, d.h. die Spannungsamplitude dominiert. Die beiden Bereiche können mit empirischen Gleichungen beschrieben werden. Für den LCF-Bereich gilt die Coffin-Manson-Beziehung und für den HCF-Bereich die Basquin-Beziehung. Bei manchen Werkstoffen verläuft die Wöhler-Kurve ab etwa  $10^6$  bis  $10^7$  Last-Zyklen horizontal. Bei Spannungen unterhalb dieser Grenze kommt es zu keinem Versagen des Werkstoffes. Ob ein Dauerfestigkeitsbereich existiert hängt vom Werkstoff und von den Umgebungsbedingungen ab und ist noch immer nicht vollständig geklärt. Diese Auftragung und vor allem die Lage des Dauerfestigkeitsniveaus spielen bei der Konstruktion von Bauteilen eine große Rolle [18].

Im Bereich der Kurzzeitfestigkeit werden die Experimente jedoch meist nicht spannungssteuert, sondern mit geregelter Dehnung (die Dehnungsamplitude wird konstant gehalten) durchgeführt. In diesem Fall spricht man von einer Dehnungs-Wöhler-Kurve (Abbildung 2.8). Diese Kurve lässt sich als Überlagerung der elastischen und plastischen Dehnungsanteile auffassen (Gleichung 2.3):

$$\epsilon_A = \epsilon_{Ael} + \epsilon_{Apl} \quad (2.3)$$

Im HCF-Bereich ( $\epsilon_{el} \gg \epsilon_{pl}$ ) gilt wie im vorigen Absatz erwähnt die Basquin-Beziehung:

$$\epsilon_{Ael} = \frac{\sigma_f'}{E} (2N)^b \quad (2.4)$$

Im LCF-Bereich ( $\epsilon_{pl} \gg \epsilon_{el}$ ) gilt die Coffin-Manson Beziehung:

$$\epsilon_{Apl} = \epsilon_f' (2N)^c \quad (2.5)$$

Einsetzen von Gleichung 2.4 und Gleichung 2.5 in Gleichung 2.3 liefert eine mathematische Beschreibung für die Dehnungs-Wöhler-Kurve:

$$\epsilon_A = \frac{\sigma_f'}{E} (2N)^b + \epsilon_f' (2N)^c \quad (2.6)$$

- $\sigma_f'$ ...Schwingfestigkeitskoeffizient
- $\epsilon_f'$ ...zyklischer Duktilitätskoeffizient
- $b$ ...Schwingfestigkeitsexponent
- $c$ ...zyklischer Duktilitätsexponent
- $N$ ...Schwingspielzahl bis Anriss

Die 4 Parameter ( $\sigma_f'$ ,  $\epsilon_f'$ ,  $b$ ,  $c$ ) werden nach Aufnahme der Messpunkte durch einen Fit an die Kurve bestimmt. Aus den Schnittpunkten zwischen der Basquin-Gerade respektive Coffin-Manson-Gerade mit einer vertikalen Linie bei  $N = \frac{1}{2}$  wird  $\epsilon_f'$  respektive  $\sigma_f'$  ermittelt. Diese beiden Parameter sind nicht identisch mit der wahren Bruchdehnung und der wahren Zugfestigkeit die mittels statischen Zugversuch ( $N = \frac{1}{2}$ ) erhalten werden. Jedoch besteht zwischen diesen unterschiedlichen Werkstoffkennwerten meistens eine Korrelation [18].

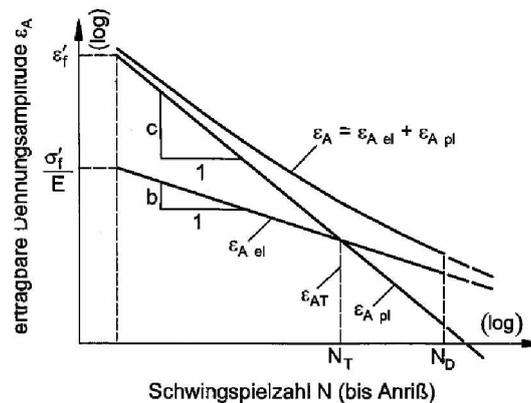


Abbildung 2.8: Dehnungs-Wöhler-Kurve gebildet aus elastischem und plastischem Anteil mit kennzeichnenden Größen,  $N_T$  Übergangsschwingenzahl,  $N_D$  Dauerfestigkeitsschwingenzahl [18]

## 2.2.2 Versetzungsstrukturen in Kupfer-Einkristallen

Durch Aufbringen einer zyklischen Belastung (konstante plastische Dehnungsamplitude) auf einen Kupfer-Einkristall kommt es zu Beginn zu einer starken Verfestigung des Werkstoffes. Bei weiterer Belastung nimmt die Verfestigung in den darauf folgenden Zyklen ab und die Spannung bleibt konstant. Es entsteht eine Sättigung. Erhöht man nun die plastische Dehnung kommt es wieder zum gleichen Prozess. Trägt man nun die Spannung bei der Sättigung über die plastische Dehnungsamplitude auf, erhält man die Zyklische-Spannungs-Dehnungs-Kurve (engl. cyclic stress strain curve, CSSC). Die zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve gliedert sich bei kubisch flächenzentrierten Einkristallen mit einer aktivierten Gleitebene (Einfachgleitung) meist in 3 verschiedene Bereiche [17] (siehe Abbildung 2.9).

Im Bereich A kommt es hauptsächlich zu Akkumulation von Versetzungen. In diesem Bereich kommt es zur Sättigung, weil sich ein dynamisches Gleichgewicht zwischen Stufen- und Schraubenversetzungen einstellt. Es entsteht die bekannte Venenstruktur, die aus Bereichen mit hoher Versetzungsdichte von Stufenversetzungen und aus Bereichen mit niedriger Versetzungsdichte von Schraubenversetzungen besteht.

Im Bereich B treten Persistente Gleitbänder (engl. persistent slip bands, PSB) auf. Diese ziehen sich durch die ganze Probe und treten aus der Oberfläche aus. Trotz Abschleifen

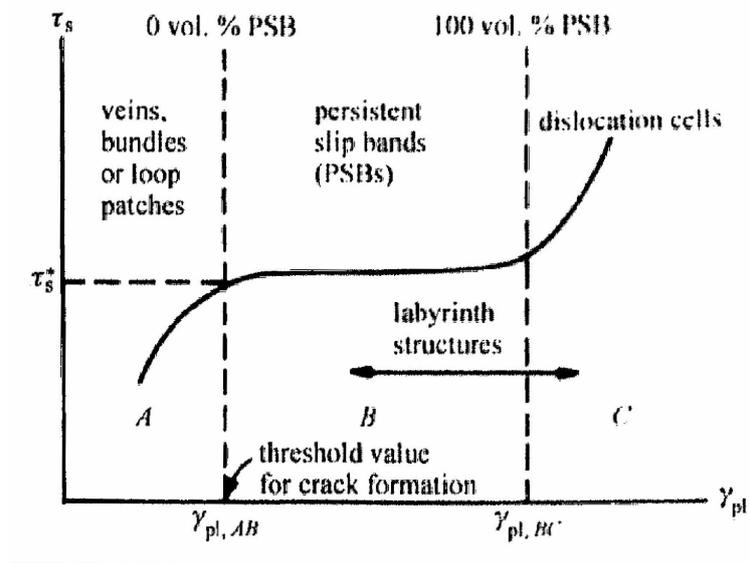


Abbildung 2.9: Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve für fcc-Einkristalle in Einfachgleitung-Orientierung [17]



Abbildung 2.10: Typische Versetzungsstrukturen in Bereichen A (Venens-Struktur), B (Persistente Gleitbänder) und C (Labyrinth-Struktur); vergleiche Abbildung 2.9 [17]

der Probe treten die PSBs erneut an der gleichen Stelle der Oberfläche auf, wenn die Verformung fortgesetzt wird. Beobachtungen zeigen, dass die Anzahl der PSBs linear mit der Erhöhung der plastischen Dehnungsamplitude zunehmen. Da die PSBs sehr viel weicher als die umliegende Matrix sind, wird die Verformung hauptsächlich von den PSBs getragen. Es kommt daher zu einer starken Lokalisierung der Verformung und an der Oberfläche zu irreversiblen Gleitvorgängen. Material wird aufgeworfen und es bilden sich so genannte Extrusions/Intrusions. An diesen Extrusions/Intrusions kommt es danach zur Bildung von Rissen.

In Bereich C bricht die PSB-Struktur zusammen, da die Verformung von dieser Struktur nicht mehr getragen werden kann. Es entsteht eine Zell-Struktur oder Labyrinth-Struktur.

## 2.3 Eigenschaften von hochverformten Materialien

### 2.3.1 Abhängigkeit der zyklischen Eigenschaften von der Korngröße

Das zyklische Verhalten von kubisch flächenzentrierten und kubisch raumzentrierten Metallen mit konventioneller Korngröße zeigt keine Abhängigkeit von der vorliegenden Korngröße, abgesehen von Textureffekten. Im Gegensatz zu monotoner Belastung bei der es zu einer Erhöhung der ertragbaren Spannung bei geringerer Korngröße kommt, welche durch die Hall-Petch-Relation ( $\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$ ) beschrieben werden kann, findet man keine Änderung der Eigenschaften bei zyklischen Versuchen (Abbildung 2.11).

In konventionellen Werkstoffen werden Phänomene wie zyklische Ver- oder Entfestigung durch Erhöhung der Versetzungsdichte, Auslöschung von Versetzungen oder Umlagerung von Versetzungen innerhalb von Körnern hervorgerufen. Die Größe der sich einstellenden Versetzungsstrukturen kann folgendermaßen abgeschätzt werden [1]:

$$d = \frac{kGb}{\sigma} \quad (2.7)$$

$G$ ...Schermodul

$b$ ...Burgers-Vektor

$k$ ...Konstante mit typischen Wert 10

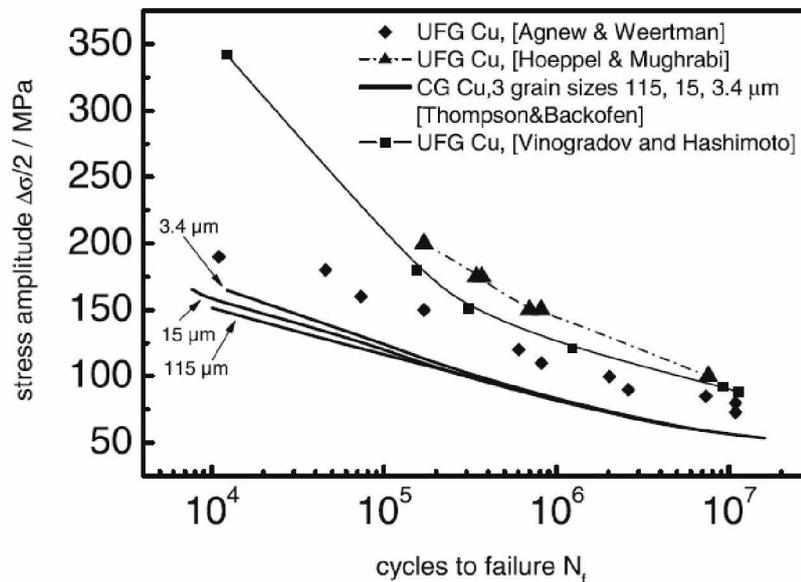


Abbildung 2.11: Abhängigkeit der Ermüdungseigenschaften von der Korngröße, Zusammenstellung aus verschiedenen Veröffentlichungen [19]

*d*...charakteristische Größe der Versetzungsstruktur  
 $\sigma$ ...maximale Spannung im monotonen Zugversuch

Setzt man in Gleichung 2.7 die höchste Spannung im monotonen Zugversuch für UFG-Kupfer (400 MPa) ein, erhält man eine abgeschätzte Größe der Versetzungsstrukturen von circa 400 nm. Dieser Wert ist größer als die Korngröße von UFG-Kupfer und es können sich keine solchen Versetzungsstrukturen in Körnern unterhalb dieser Größe bilden. Es ist daher unwahrscheinlich, dass zyklische Entfestigung oder Verfestigung rein durch Bildung solcher Versetzungsstrukturen verursacht wird und man erwartet daher in UFG-Materialien ein unterschiedliches zyklisches Verhalten gegenüber Werkstoffen mit konventioneller Korngröße.

Der Unterschied zwischen den Ermüdungseigenschaften kann am besten mittels Dehnungs-Wöhler-Kurven dargestellt werden. Durch Anwendung des HPT-Prozesses kommt es zu einer Erhöhung der Zugfestigkeit im monotonen Zugversuch. Im Kapitel 2.2.1 wurde bereits erwähnt, dass dieser Kennwert mit dem Schwingfestigkeitskoeffizient korreliert. Andererseits

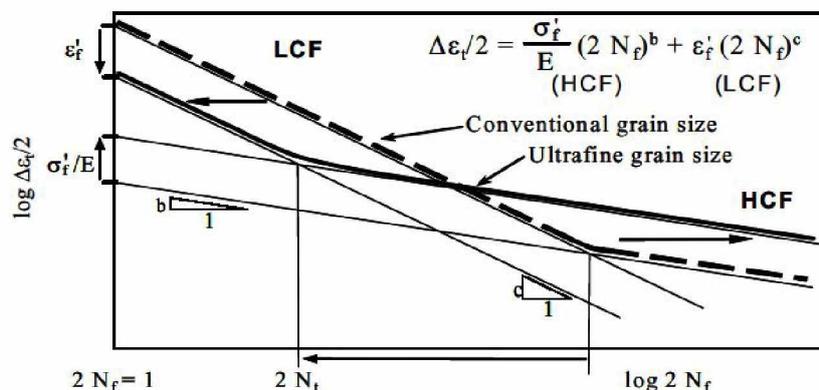


Abbildung 2.12: Unterschiedliche zyklische Eigenschaften von Werkstoffen mit konventioneller Korngröße und UFG-Werkstoffen im HCF-Bereich und LCF-Bereich [19]

nimmt die Duktilität des Materials ab, welche mit dem zyklischen Duktilitätskoeffizient korreliert. Durch diesen Sachverhalt schneiden sich die Dehnungs-Wöhler-Kurven für ultrafeinkörnige und konventionelle Werkstoffe (Abbildung 2.12) [19]. Es existieren daher 2 Bereiche in denen UFG-Materialien beziehungsweise konventionelle Werkstoffe jeweils vorteilhafte Werkstoffeigenschaften besitzen. Dies kann in der Praxis bei den meisten Werkstoffen beobachtet werden. Derzeit wird versucht die Mikrostruktur von UFG-Materialien zu verändern damit sie im ganzen Dehnungsbereich bessere Ermüdungseigenschaften besitzen. Als aussichtsreichste Methode gilt derzeit eine Wärmebehandlung durchzuführen, um eine bimodale Kornstruktur zu erhalten. In einer bimodalen Kornstruktur sind Körner enthalten die um einiges größer als das restliche Gefüge sind. Im Fall von ultrafeinkörnigen Werkstoffen sind das Körner, die eine konventionelle Korngröße besitzen. Diese werden vor den ultrafeinkörnigen Körnern plastisch verformt. Dies senkt zwar die Streckgrenze, aber da diese Körner stärker verfestigen (in größeren Körnern können mehr statistische Versetzungen gespeichert werden) bleibt die Zugfestigkeit der Mischung der beiden Körner gleich [20]. Abbildung 2.13 zeigt deutlich das es möglich ist durch Wärmebehandlung und einstellen einer bimodalen Kornstruktur die Eigenschaften im LCF-Bereich zu verbessern (a), während sich die Eigenschaften im HCF-Bereich verschlechtern (b). Die im Diagramm dargestellten Linien und der Parameter  $\lambda$  beziehen sich auf ein Modell [21], welches für den Vergleich der Messdaten keine Rolle spielt.

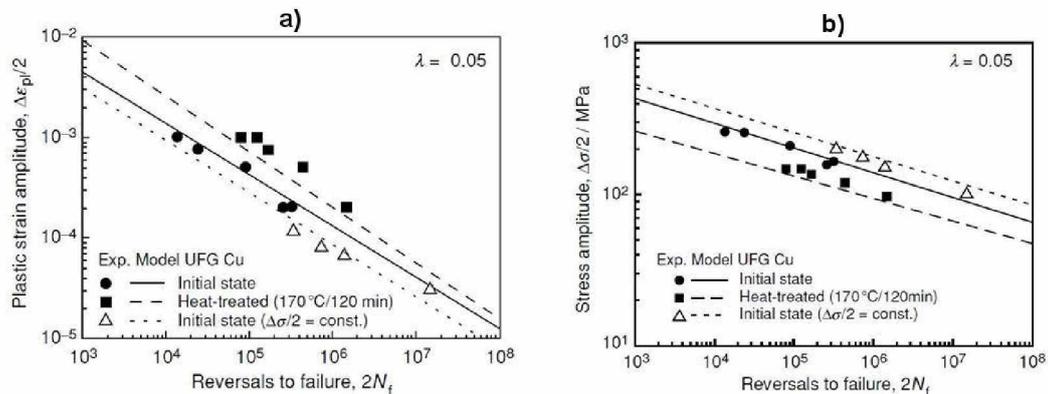


Abbildung 2.13: Ermüdungseigenschaften von UFG-Kupfer im Ausgangszustand im Vergleich mit UFG-Kupfer nach einer Wärmebehandlung, a) Coffin-Manson-Diagramm, b) Basquin-Diagramm [21]

### 2.3.2 Stabilität der Mikrostruktur und Schädigung

Die Stabilität des Gefüges von Werkstoffen spielt eine große Rolle um die Verlässlichkeit von Bauteilen zu garantieren. Die meisten Untersuchungen zum zyklischen Verhalten von ultrafeinkörnigen Materialien zeigen, dass es während der Belastung zu einer zyklischen Entfestigung des Werkstoffes kommt. Nachdem herausgefunden wurde, dass auch eine Kornvergrößerung des Gefüges auftreten kann, wurde eine Vielzahl von Untersuchungen (makroskopische Ermüdungsversuche) an hochverformten Materialien durchgeführt. Verschiedene Werkstoffe, die jeweils mittels unterschiedlichen Herstellmethoden erzeugt wurden, wurden dabei geprüft. Relativ systematisch wurden Versuche an Rein-Kupfer durchgeführt [19, 22–25]. Diese Veröffentlichungen befassen sich nicht nur mit den mechanischen Eigenschaften und der Schädigung von Kupfer während der zyklischen Verformung, sondern zeigen auch einen klaren Zusammenhang zwischen zyklischer Entfestigung und Kornwachstum. Zumindest in dehnungsgesteuerten Versuchen wurde häufig ein Kornwachstum nachgewiesen. Bei spannungsgesteuerten Versuchen wurde nur leichtes beziehungsweise überhaupt kein Kornwachstum festgestellt (siehe Abbildung 2.14). [5]

Es wird versucht diese stark unterschiedlichen Ergebnisse auf 3 Einflussfaktoren zu reduzieren:

1. Stabilität der Mikrostruktur

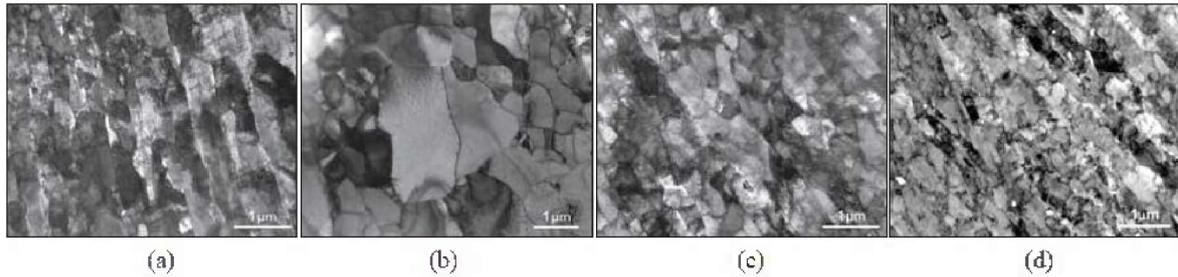


Abbildung 2.14: a) Mikrostruktur von Cu nach ECAP-Prozess, b) Mikrostruktur nach Ermüdung mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude von 0,1% (Kornwachstum), c) Mikrostruktur nach Ermüdung mit konstanter Spannungsamplitude von 340 MPa (maximale Spannung im Versuch mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude, keine Kornwachstum), d) Mikrostruktur nach Ermüdung mit einer Mittelspannung von 200 MPa und Spannungsamplitude von 190 MPa [5]

2. Aufgebrachte plastische Dehnung

3. Begrenzung durch die Lebensdauer (Versagen bevor es zu nennenswerter Kornvergrößerung kommt)

Bei der Herstellung von ultrafeinkörnigen Werkstoffen mittels SPD wird sehr viel Energie in den Werkstoff eingebracht. Er besitzt dadurch eine große Menge an Grenzflächen und eine hohe Defektdichte und befindet sich deswegen in einem metastabilen Zustand weit weg vom thermodynamischen Gleichgewicht. Durch die Belastung während zyklischer Versuche entsteht eine zusätzliche thermodynamische Kraft im Material, die ein Kornwachstum ermöglichen kann. Dadurch kann Kornwachstum schon bei niedrigen homologen Temperaturen ( $\frac{T}{T_m} < 0,2$ ) auftreten. Dies legt den Schluss nahe, dass es bei Verringerung der Belastung zu einer Verringerung des Kornwachstums kommt. Doch auch die Kinetik der Korngrenzen-Bewegung beeinflusst, ob es zu einem Kornwachstum kommt. In Werkstoffen die Verunreinigungen beinhalten wird beobachtet das verringertes oder gar kein Kornwachstum auftritt, da Fremdatome die Korngrenzenbeweglichkeit behindern [26]. Bei hohen plastischen Dehnungen wird jedoch auch geringeres Kornwachstum festgestellt. Durch die höhere Belastung wird eigentlich ein stärkeres Kornwachstum erwartet, dieser Effekt wird jedoch durch eine schnelle Schädigung und Versagen der Probe überschattet. Dieser Effekt kann in Abbildung 2.15 bei ARB-Kupfer beobachtet werden. In diesem Diagramm

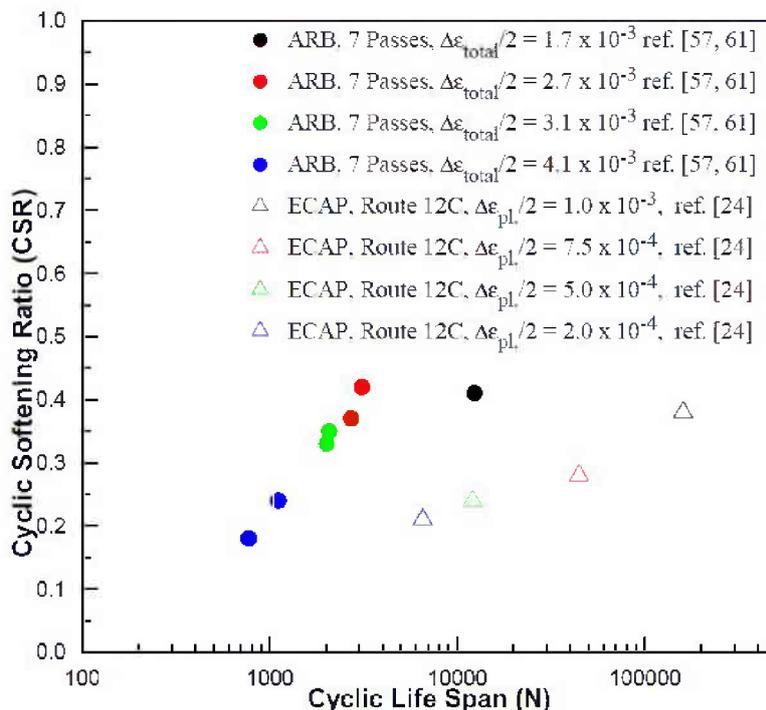


Abbildung 2.15: Korrelation zwischen des Wertes der zyklischen Verfestigung und der Lebensdauer von OFHC-Kupfer hergestellt durch ARB und ECAP bei verschiedenen Dehnungsamplituden [26]

ist ein Parameter zur Beschreibung der zyklischen Entfestigung über der Lebensdauer aufgetragen. Dieser Parameter korreliert mit dem Kornwachstum in der Probe. Bei höheren Dehnungsamplituden kommt es zu einem früheren Versagen des Bauteils, und der Cyclic Softening Ratio nimmt ab. Der Cyclic Softening Ratio ist in einem Artikel von Höppel et. al. definiert [27].

Aber nicht nur Kornwachstum, sondern auch die Bildung von Scherbändern während des Ermüdungsversuches, kann zu einer zyklischen Entfestigung des Werkstoffes führen. Üblicherweise treten in makroskopischen Proben Scherbänder unter einem  $45^\circ$  Winkel zur Hauptbeanspruchungsrichtung auf (maximale Scherspannung). Wird der Werkstoff bei der Herstellung unter einem bestimmten Winkel abgeschert, wie zum Beispiel beim ECAP-Prozess, können Scherbänder auch unter anderen Winkeln auftreten. Meist treten Scherbänder und Kornwachstum an der gleichen Stelle auf. Ob das Kornwachstum und die darauf folgende Lokalisierung der Dehnung für die Ausbildung der Scherbänder

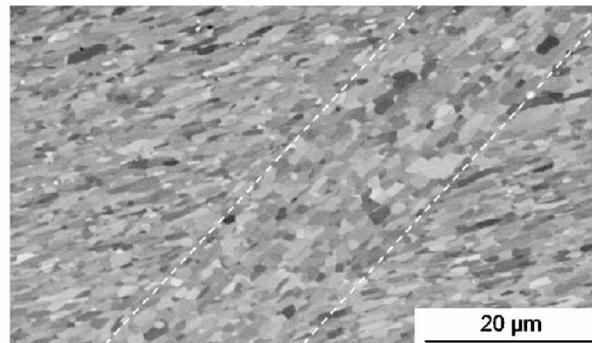


Abbildung 2.16: Scherband in UFG-Aluminium nach zyklischer Belastung bei Raumtemperatur [19]

verantwortlich sind, ist noch ungeklärt. Abbildung 2.16 zeigt ein Scherband im Inneren von UFG-Aluminium. Innerhalb dieses Scherbandes sind die Körner jedoch nur leicht vergrößert und sind rotiert, jedoch wurde ein Abfall von 20% bei Messung der Mikrohärtigkeit festgestellt [19]. Treten solche Scherbänder also nicht nur auf der Oberfläche auf, haben sie starken Einfluss auf die Ermüdungseigenschaften.



## 3 Probenherstellung

Die Probenpräparation, um Biegebalken im Mikrometer-Bereich aus dem makroskopischen Probenmaterial zu erhalten, wurde in mehreren Schritten durchgeführt. Zuerst wurde das Probenmaterial in kleine Stäbe geschnitten. Durch die mechanische Bearbeitung entsteht an der Oberfläche eine Verformungsschicht, die durch elektrolytisches Ätzen entfernt wurde. Zusätzlich ergibt sich durch das Ätzen eine Geometrieänderung des Stabes und man erhält eine feine Nadel. Durch den kleinen Spitzenradius der Nadel kann bei der Endfertigung des Biegebalkens im FIB (Focused Ion Beam) viel Zeit eingespart werden.

### 3.1 Mechanische Bearbeitung

Die einzelnen Schritte bei der mechanischen Bearbeitung des Probenmaterials sind in Abbildung 3.1 a)-d) dargestellt. Zuerst wird aus der mittels HPT hergestellten Scheibe eine Platte mit ca. 1 cm Dicke leicht exzentrisch herausgeschnitten. Diese Platte wurde danach mittels Secutom in mehrere kleine Plättchen mit ca. 1,3 mm Dicke zerschnitten. Da sich in der Nähe des Grates bei der Herstellung kein homogenes Gefüge ausbildet, wurden die dreieckigen Enden des Plättchens abgeschnitten. Außerdem wurden die Plättchen in der Mitte geteilt um eine größere Anzahl an Proben aus der gleichen Menge Probenmaterial zu erhalten. Danach wurden die Plättchen quer zu der vorherigen Schnittrichtung in ca. 1,3 mm x 1,3 mm x 20 mm große Stäbe geschnitten. Um die Handhabung mit den Proben zu erleichtern wurden die Stäbe in Messingblöcken eingespannt.

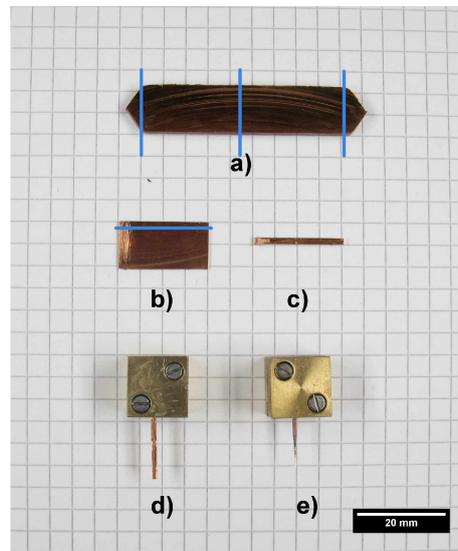


Abbildung 3.1: Einzelne Schritte zur Herstellung der Proben, blaue Linien=durchgeführte Schnitte, a) aus HPT-Scheibe herausgeschnittener Block (10 mm Dicke), b) weiter bearbeitetes Scheibchen (ca. 1,3 mm dick), c) fertiger Stab (Abmessungen ca. 1,3 x 1,3 x 20 mm), d) Stab in Messingblock eingespannt e) Stab nach elektrolytischem Ätzen

### 3.2 Elektrochemisches Ätzen

Nach der mechanischen Herstellung werden die im Messingblock eingespannten Stäbe elektrolytisch geätzt. Durch die Ätzung wird die Verformungsschicht an der Oberfläche beseitigt und eine Spitze mit einem Spitzenradius von einigen Mikrometern hergestellt. Die Messingblöcke werden nacheinander in eine Apparatur eingespannt, die in Abbildung 3.2 und Abbildung 3.3 dargestellt ist. Im Kupferbecher befindet sich der Elektrolyt, in welchen der Stab abwechselnd eingetaucht und herausgezogen wird um eine Spitze zu erhalten. An den Kupferbecher wird eine negative Spannung und an die Spitze eine positive Spannung angelegt, um an der Spitze Metallauflösung hervorzurufen. Als Elektrolyt wird ein handelsüblicher Elektrolyt D2 (zum Ätzen von Kupfer und Kupferlegierungen) der Firma Struers verwendet. Die Spitzen wurden bei angelegten Spannungen zwischen 2,5 V bis 3,5 V geätzt. Die Zeitdauer zur Fertigung einer Spitze betrug ca. 90 min.

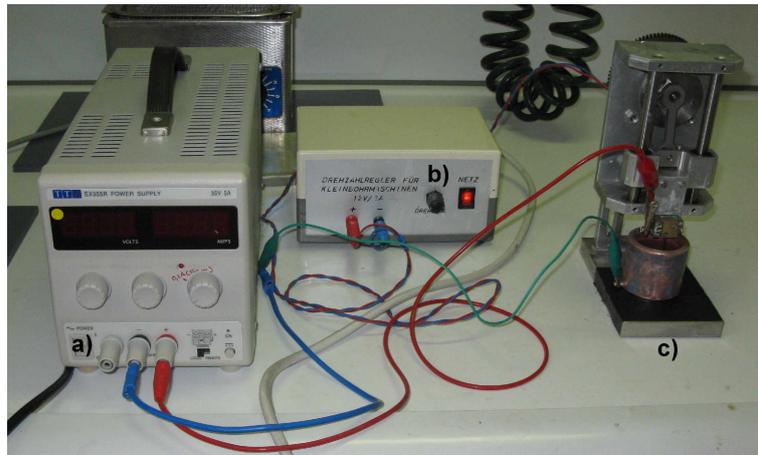


Abbildung 3.2: Vollständiger Aufbau zum elektrolytischen Ätzen, a) Netzteil zum Erzeugen einer Gleichspannung, b) Regelung der Eintauchgeschwindigkeit, c) Gerät zum Eintauchen der Spitze

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

Tabelle 3.1: Zusammensetzung Elektrolyt D2 (Firma Struers)

### 3.3 FIB-Präparation

Zur Herstellung der endgültigen Probengeometrie wurde ein kombiniertes REM- und FIB-Gerät (Crossbeam-Workstation 1540 XB der Firma Zeiss) verwendet. Abbildung 3.4 zeigt das Innere der Probenkammer des Gerätes. Zum Schneiden der Probe wird die Probenoberfläche mit Gallium-Ionen beschossen und somit Material langsam abgetragen. Um einen senkrechten Einfall der Gallium-Ionen zu erhalten muss die Probe um  $54^\circ$  gekippt werden. Positioniert man die Probe im Koinkidenzpunkt des Elektronenstrahls und des  $Ga^+$ -Ionenstrahls kann man während des Schneidens den Abtrag des Materials verfolgen. Dadurch wird die Herstellung der genauen Geometrie stark vereinfacht. Neben den erwünschten Abtrag tritt während des Schneidens zusätzlich eine Schädigung der Oberfläche auf. Um diese Schädigung zu vermeiden, schneidet man mit einem möglichst schleifenden

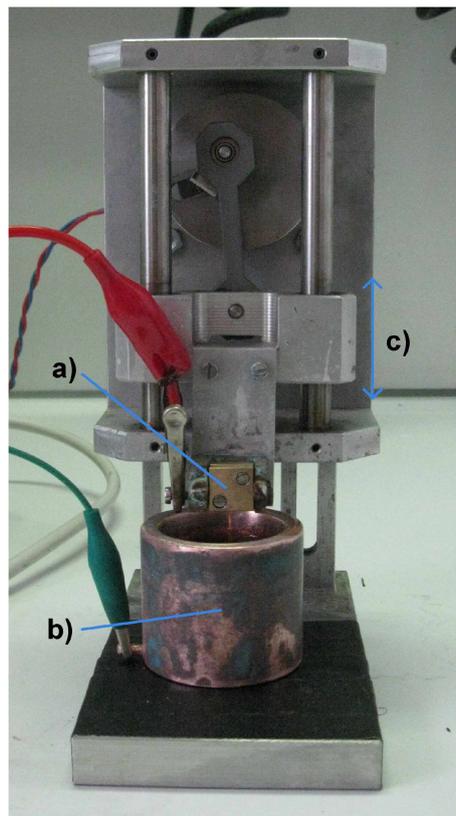


Abbildung 3.3: Genauere Darstellung des Geräts zum Eintauchen der Spitze (vgl. Abbildung 3.2), a) Messingblock mit Stab, b) Kupferbecher gefüllt mit Elektrolyt, c) Bewegungsrichtung der Spitze

Einfallswinkel und versucht einen senkrechten Einfall des Strahles auf ein Minimum zu reduzieren. Um die gewünschte Geometrie herzustellen, wird in der FIB-Software ein bestimmter Bereich ausgewählt der abgetragen werden soll. Der FIB-Strahl rastert nun diesen Bereich mit den gewünschten Einstellungen (Ionenstrom, Zeit) ab. Da sich das Material das abgetragen wurde sich in der Nähe wieder anlagern kann, werden sogenannte Layers in den Schnittoptionen eingestellt. Durch diese Einstellung rastert der Ionenstrahl mehrere Male z.B. 10-mal während der eingestellten Zeit über den gewünschten Bereich. Abbildung 3.5 (Bearbeitungsschritte) und Abbildung 3.6 (Endgeometrie) zeigen exemplarisch den Weg von der geätzten Spitze bis zur fertigen Endgeometrie. Um diese Geometrie herzustellen muss der Messing-Block in dem sich die Spitze befindet mehrmals während der Präparation ausgebaut und um  $90^\circ$  gedreht wieder eingebaut werden. Da zu Beginn sehr viel Material abgetragen werden muss, wurden hohe Ionenströme von 10 nA bei 30 kV Beschleunigungsspannung verwendet. Während des Schneidens zur Endgeometrie wurden immer geringere Ionenströme verwendet, um die Schneidgenauigkeit zu verbessern und die Schädigung der Oberfläche zu verringern. Als letzten Schritt werden alle Seiten mit 500 pA bei 30 kV poliert und die Verjüngung herausgeschnitten. Laut einer Veröffentlichung von Kiener et. al. [28] ist die eingebrachte FIB-Schädigung für die Ermittlung der mechanischen Kennwerte zu vernachlässigen, da die geschädigte Schicht bei diesen Einstellungen nur einige 10 nm dick ist. Außerdem entsteht durch den vorzugsweisen Abtrag von bestimmt orientierten Körnern eine größere Oberflächenrauhigkeit als bei Kupfer-Einkristallen. Neben dem Beachten der FIB-Schädigung (so wenig Ionenbeschuss wie möglich bei der Endfertigung) ist es notwendig, die Probe mehr als  $54^\circ$  zu kippen (Überkipfung), um einen geraden Schnitt zu erhalten. In Abbildung 3.5b ist ein leicht trapezförmiger Querschnitt zu sehen, da für die anfänglichen Schnitte nicht überkippt wurde. Bei der Endgeometrie ist ein solcher trapezförmiger Querschnitt unbedingt zu vermeiden, weil die mechanischen Daten sonst verfälscht werden.

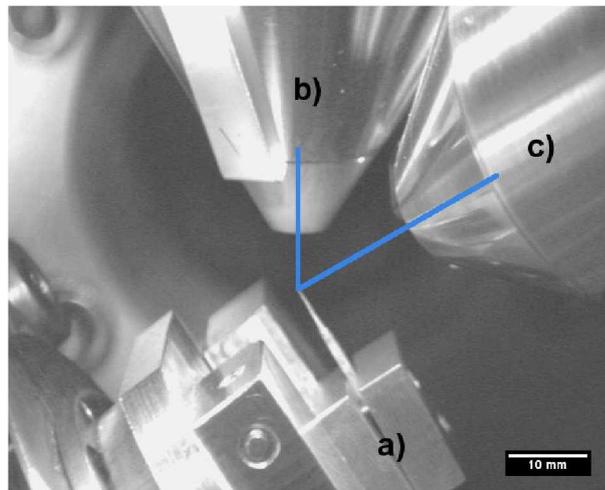


Abbildung 3.4: FIB-Probenkammer, a) Probenhalter mit eingespannter Spitze, b) REM-Säule, c) FIB-Säule, blaue Linien=Strahlengang von REM und FIB mit Koinzidenzpunkt auf der Probenoberfläche

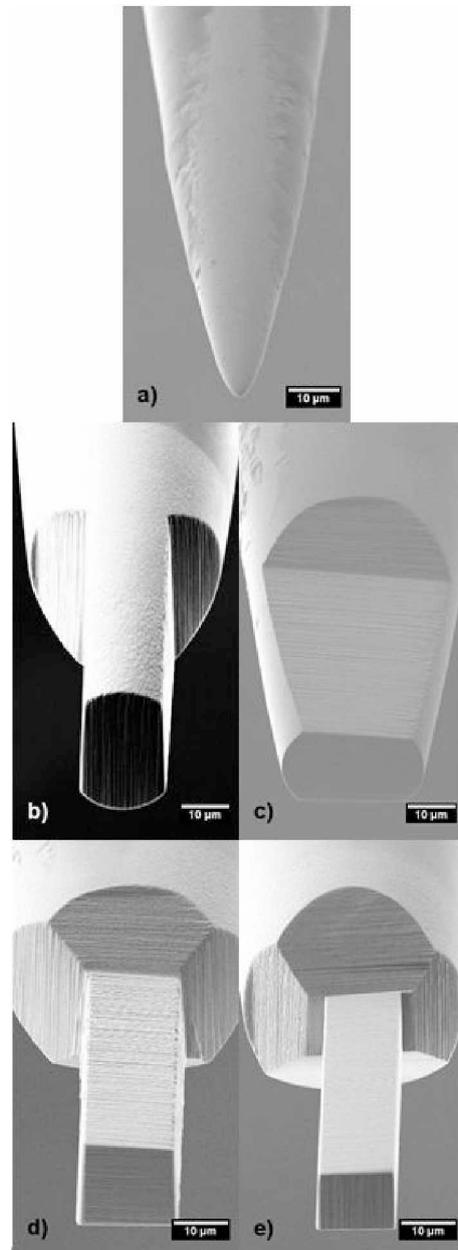


Abbildung 3.5: Bearbeitungsschritte zur Herstellung der Biegebalken mittels FIB, a) Spitze nach dem elektrolytischen Ätzen, b) nach dem 1. FIB-Schnitt, c) Probe um 90° gedreht eingebaut, d) weiterer FIB-Schnitt um quadratischen Querschnitt zu erhalten e) Weiterbearbeiteter Balken mit kleineren Ionenströmen

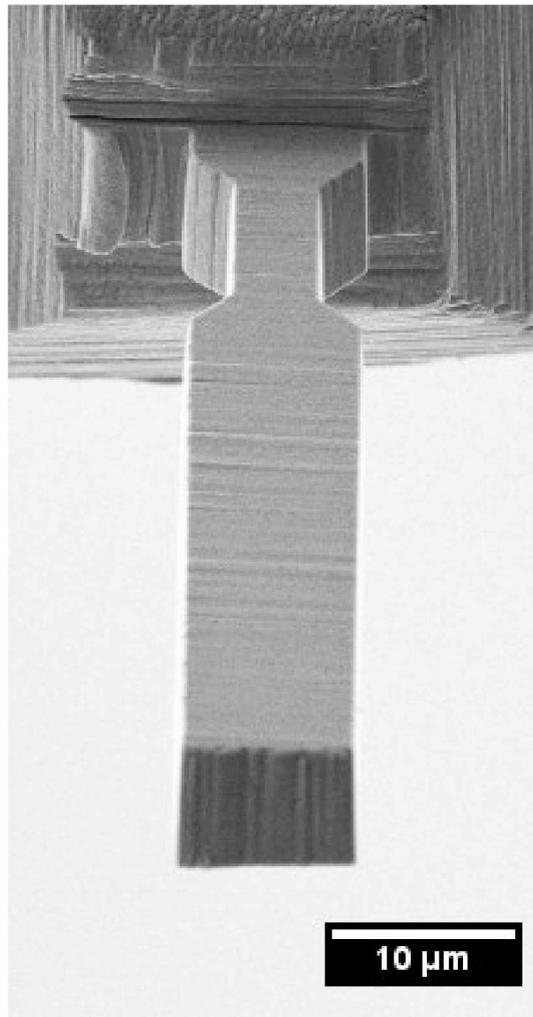


Abbildung 3.6: Endgeometrie für fertige Biegebalken, Abmessungen Verjüngung: 5 x 7,5 x 10 µm

## 4 Versuchsaufbau und Versuchsauswertung

Durch die kleinen Abmessungen der hergestellten Mikrobiegebalken ist es notwendig, die Ermüdungsversuche in-situ, also eingebaut im Rasterelektronenmikroskop (Zeiss LEO 982), durchzuführen. Obwohl dies den Aufwand für die Versuchsdurchführung erhöht, bietet dieser Aufbau einige Vorteile. Die Probe kann genauer ausgerichtet werden und die Schädigung der Probe kann einfacher verfolgt werden. Dies kann im Lichtmikroskop nicht durchgeführt werden, da die Probenabmessungen zu klein sind. Die Belastung wurde mit einem ASMEC-Indenter-System auf die Probe aufgebracht. Eine Versuchsreihe wurde mit einem neueren zweiten Indenter-System der Firma ASMEC durchgeführt, das dem Institut leihweise für ein paar Wochen überlassen wurde.

### 4.1 Versuchsaufbau

Abbildung 4.1 zeigt das Innere der Probenkammer des verwendeten Rasterelektronenmikroskops. Der Messingblock mit Biegebalken wird auf dem REM-Tisch fixiert. Vor Beginn der Versuche müssen der Biegebalken und die Indenter-Spitze unter die REM-Säule gebracht werden. Dies kann bei geschlossener Vakuumkammer durchgeführt werden. Einerseits wird die externe Steuerung für den REM-Tisch verwendet, um die Probe in Position zu bringen. Andererseits kann die Platte, welche das Indenter-System trägt, durch 2 Drehräder außerhalb der Vakuumkammer in der Ebene verschoben werden. Durch die Größe des Indenter-Systems und der Proben kann nur ein minimaler Arbeitsabstand von ca. 5 mm erreicht werden. Wurden Greifer und Indenter-Spitze richtig positioniert und auf gleiche Höhe gebracht erhält man ein Bild am REM-Monitor ähnlich zu Abbildung 4.2. Der Biege-

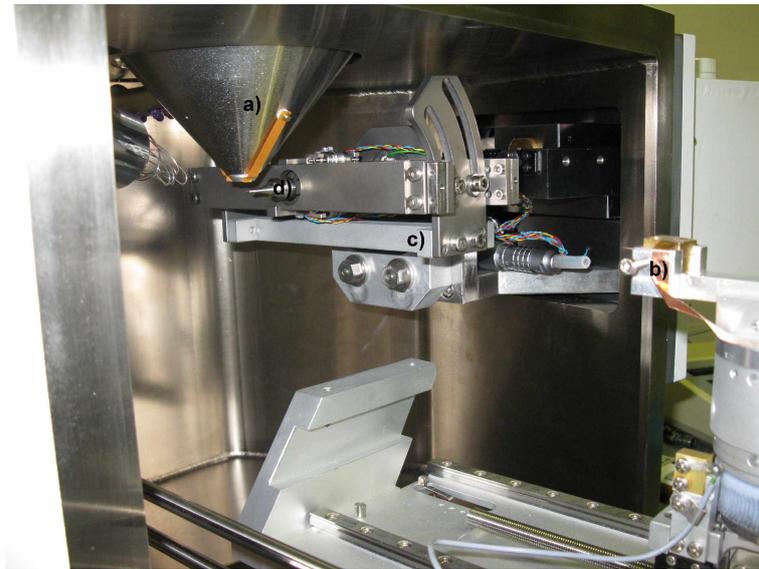


Abbildung 4.1: Probenkammer des verwendeten Rasterelektronenmikroskops, a) REM-Säule, b) Probe auf beweglichen REM-Tisch montiert, c) Indentersystem auf einer von außen beweglichen Platte montiert, d) Indenter-Spitze

balken wird durch bewegen des Indenters in die eingezeichnete Bewegungsrichtung belastet. Da die Biegeproben einer Biegewechselbeanspruchung mit einem Spannungsverhältnis  $R = -1$  ( $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$ , Hin- und Rückbiegung erfolgt gleich weit) ausgesetzt werden, können keine handelsüblichen Indenter-Spitzen wie zum Beispiel Berkovich-Indenter oder Flat-Punch-Indenter verwendet werden. Deswegen wurde eine bereits am Erich-Schmid-Institut vorhandene Indenter-Spitze verwendet. Sie besteht aus einer dünnen Wolfram-Nadel, die mittels FIB in die dargestellte Doppelklingen-Form geschnitten wurde (Abbildung 4.2).

## 4.2 Versuchsdurchführung

Die Belastung wird wie bereits erwähnt durch Verfahren der Indenter-Spitze auf die Probe übertragen. Die Versuche für diese Diplomarbeit wurden durchgehend weggesteuert durchgeführt. Um ein Spannungsverhältnis von  $R = -1$  zu erhalten, muss die Indenterverschiebung in die positive und in die negative Richtung gleich sein. Dies wird in der Software des Indenters bestimmt wobei zusätzlich angegeben werden kann in welcher Form der Verfahrensweg aufgebracht wird. Für die Experimente wurde ein sinusförmiges Weg-Zeit-Signal

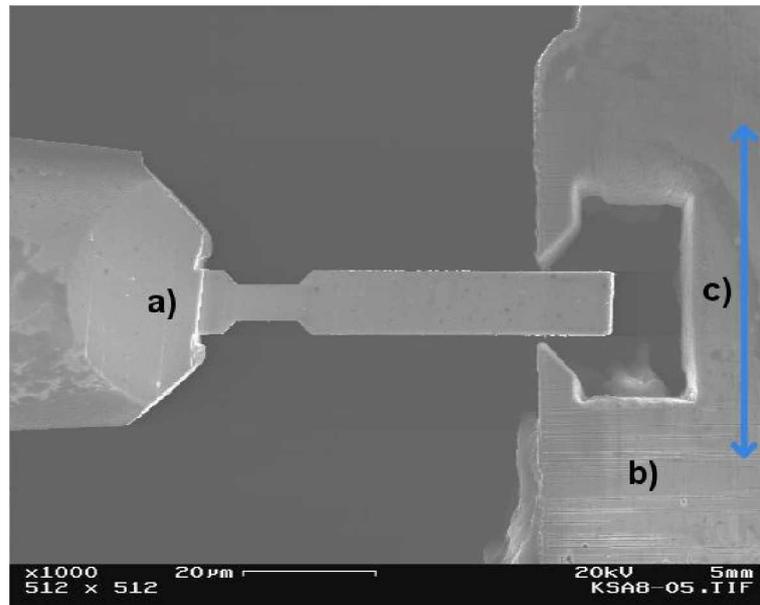


Abbildung 4.2: REM-Bild (inlens-Detektor) kurz vor Start eines Versuchs, a) Biegebalken, b) Greifer mit Doppelschneidform, c) Bewegungsrichtung des Greifers

gewählt (Abbildung 4.3). Die Software steuert dann die Elektronik, die den Piezokristall, der die Bewegung der Indenter-Spitze hervorruft, mit einer sinusförmigen Gleichspannung an. Durch die Trägheit des Indenter-Systems und die begrenzte Datenaufzeichnungsrate der Software können keine beliebig hohen Belastungsgeschwindigkeiten verwendet werden. Eine Zeitdauer von 10 Sekunden pro Zyklus hat sich als guter Kompromiss zwischen Datenaufzeichnung und Versuchsdauer ergeben. Die Datenaufzeichnungsrate kann zwischen 8 und 64 Messpunkte pro Sekunde gewählt werden. Für jeden Messpunkt werden mehrere Werte (Zeit, Piezospannung, Verfahrweg, Kraft) aufgezeichnet. Eine Datenaufzeichnungsrate von 32 wurde für die Experimente eingestellt. Um die Auswertung zu erleichtern wurden die Versuche in Blöcke zu je 100 Zyklen bzw. 50 Zyklen eingeteilt. Das entspricht ca. 32000 bzw. 16000 Datenpunkten pro Daten-Datei. Außerdem kann so zwischen den Versuchsblöcken ein gegebenenfalls vorhandener Drift des Piezokristalls ausgeglichen werden, indem die Probe neu ausgerichtet wird. Die so erhaltenen Messwerte müssen jedoch noch um einige Einflussfaktoren bereinigt werden, um später die Spannungs-Dehnungs-Kurven zu berechnen. Wie man in Abbildung 4.2 sehen kann existiert ein Spalt zwischen Probenoberfläche und dem Greifer. Darum wird ein Teil des Weges ohne Probenkontakt durchlaufen und es wird nur das Grundrauschen der Kraftmessung erfasst. Dies führt in der

Kraft-Weg-Kurve zu einem „verlängertem Nulldurchgang“ (Abbildung 4.4). Dieser muss aus der Kraft-Weg-Kurve entfernt werden und alle Datenpunkte dementsprechend horizontal verschoben werden. Eine weitere notwendige Korrektur entsteht durch die elastische Nachgiebigkeit der Spitze auf der sich der Biegebalken befindet. Der aufgebrachte Verfahrweg dient also nicht nur dazu den Balken zu biegen, sondern die gesamte Spitze gibt nach (Abbildung 4.5). Eine einfache Möglichkeit, um die Nachgiebigkeit zu verringern, ist die Spitze möglichst weit in den Messingblock einzuspannen. Damit der Balken unterhalb der REM-Säule positioniert werden kann, muss die Spitze aber mindestens 15 mm aus dem Messingblock herausragen. Um die Nachgiebigkeit der Spitze zu ermitteln wurden die Proben im linear elastischen Bereich belastet und die maximal auftretende Kraft ( $F_{max}$ ) gemessen. Die Verschiebung des Randes ( $u_{Rand}$ ) vor und nach der Belastung wurde hinter der Verjüngung gemessen (vergleiche Abbildung 4.5). Die Nachgiebigkeit  $C$  wurde danach mit folgender Formel berechnet:

$$C = \frac{u_{Rand}}{F_{max}} \quad (4.1)$$

Die effektive Indenterverschiebung ( $u_{effektiv}$ ), die eine Verformung im Bereich der Verjüngung verursacht, ist durch die Nachgiebigkeit geringer als der nominelle Indenterverschiebung ( $u_{nominell}$ ), welche in der Software eingestellt wird. Die effektive Indenterverschiebung, die zur Berechnung der Spannungs-Dehnungskurve verwendet wird, kann folgendermaßen ermittelt werden:

$$u_{effektiv} = u_{nominell} - C \cdot F_{max} \quad (4.2)$$

### 4.3 Versuchsauswertung mittels linear elastischer Biegetheorie

Um die korrigierten Daten von Proben mit verschiedenen Abmessungen vergleichen zu können, muss die Kraft-Weg-Kurve in eine Spannungs-Dehnungs-Kurve umgerechnet werden. Zum Vergleich der einzelnen Proben bietet es sich an die Randfaserdehnung  $\epsilon_{RF}$  und die Randfaserspannung  $\sigma_{RF}$  im verjüngten Bereich zu verwenden (siehe Abbildung 4.7). Dies geschieht zur Vereinfachung mittels linear elastischer Balkentheorie. Hierbei halte ich mich stark an die von W. Grosinger angegebene Herleitung zur Randfaserdehnung im

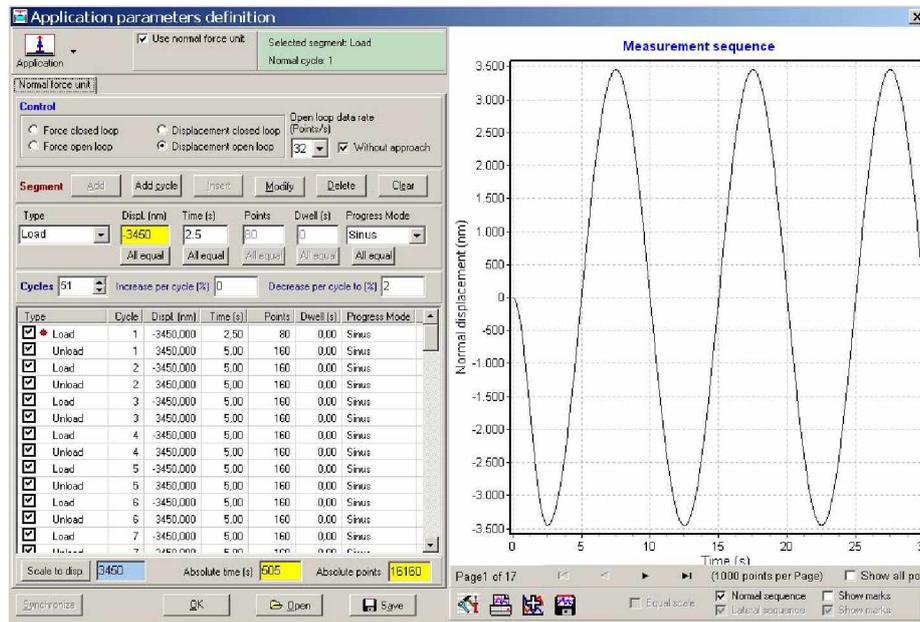


Abbildung 4.3: Darstellung aller wichtigen Einstellungen für einen Versuch in der Software des ASMEC-Indenter-Systems

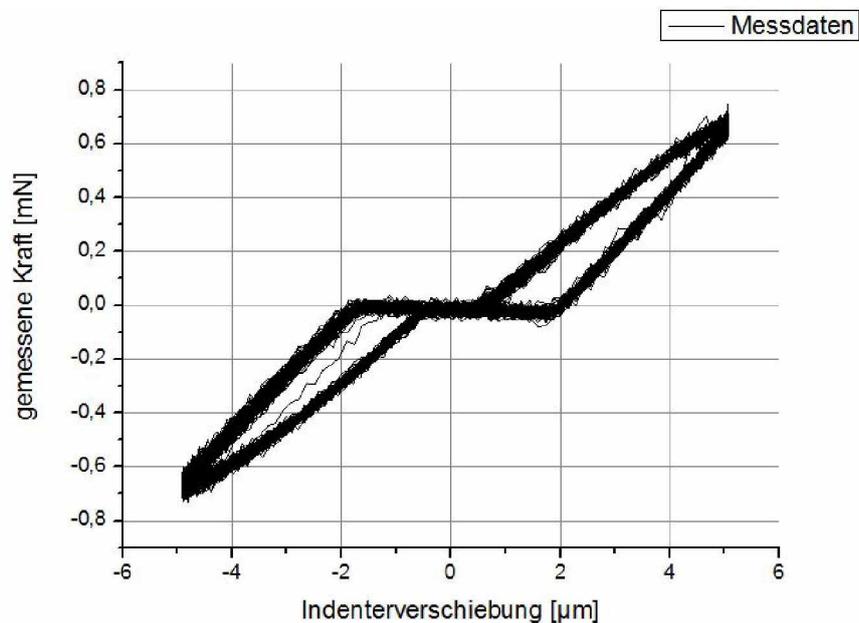


Abbildung 4.4: Unkorrigierte Messdaten (100 Zyklen) mit „verlängertem Nulldurchgang“ bedingt durch den Spalt zwischen Probe und Greifer

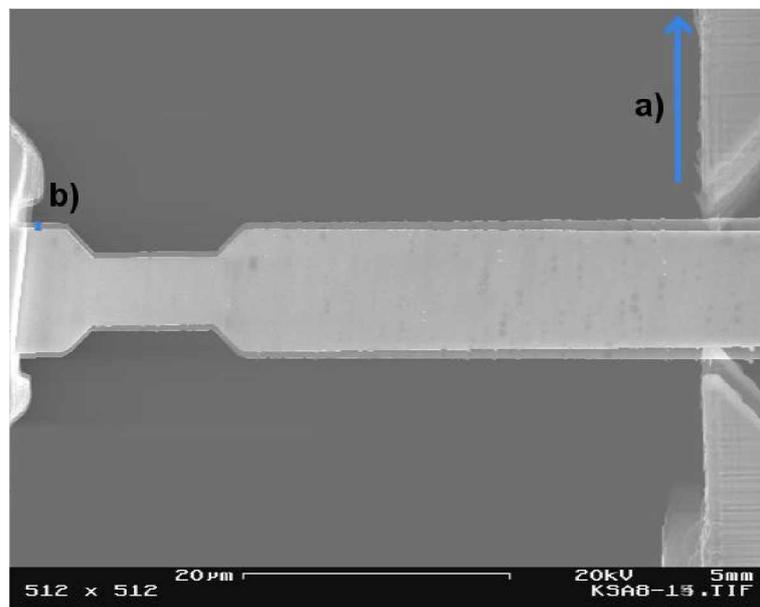


Abbildung 4.5: Veranschaulichung der Nachgiebigkeit der Spitze, verformtes und unverformtes Bild übereinander gelegt, a) Pfeil: Bewegungsrichtung des Indenters, b) blaue Markierung: unterschiedliche Position des Randes hinter der Verjüngung

verjüngten Bereich [7]. Bei der linear elastischen Balkentheorie wird angenommen, dass reine Biegung vorliegt. Zusätzlich wird die Spannungsverteilung im Balken als linear angenommen, obwohl durch die plastische Verformung im Allgemeinen ein komplizierter Spannungsverlauf vorliegt (Abbildung 4.6). Zur Ermittlung der Randfaserdehnung muss die Geometrie des Balkens berücksichtigt werden und ein Zusammenhang zwischen Indenter-verschiebung und Randfaserdehnung gefunden werden. Abbildung 4.7 zeigt den Biegebalken im unverformten und verformten Zustand inklusive aller für die Herleitung notwendigen Größen.

Die Randfaserdehnung entspricht der Längenänderung der Randfaser ( $\Delta l$ ) im verformten Zustand dividiert durch die Ausgangslänge ( $l_0$ ) der Randfaser:

$$\epsilon_{RF} = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0} = \frac{\widehat{A'B'} - \overline{AB}}{\overline{AB}} \quad (4.3)$$

$\Delta l$ ... Längenunterschied zwischen verformten und unverformten Zustand

$l$ ...Länge der Randfaser im verformten Zustand

$l_0$ ...Länge der Randfaser im unverformten Zustand

$\widehat{A'B'}$ ...Länge der Randfaser im verformten Zustand (für konkretes Problem Abbildung 4.7)

$\overline{AB}$ ...Länge der Randfaser im unverformten Zustand (für konkretes Problem, Abbildung 4.7)

Um  $\widehat{A'B'}$  zu bestimmen ist einiges an Vorarbeit notwendig. Die Krümmung  $\kappa$  des Balkens ergibt sich durch:

$$\kappa = \frac{1}{\rho} \quad (4.4)$$

$\kappa$ ...Krümmung des Balkens

$\rho$ ...Krümmungsradius des Balkens

Der Krümmungsradius kann außerdem durch folgende Beziehung ausgedrückt werden (vergleiche Abbildung 4.7):

$$\rho = \frac{\delta l}{\tan d\varphi} \quad (4.5)$$

$\delta l$ ...Länge des verjüngten Bereichs

$d\varphi$ ...Winkel den die beiden Endflächen zueinander einschließen

Die Länge der Randfaser im verformten Zustand ist:

$$\widehat{A'B'} = (\rho + e) \cdot \tan d\varphi \quad (4.6)$$

$e$ ...vertikaler Abstand zwischen neutraler Faser und Randfaser

Mit Gleichung 4.5 erhält man daraus folgende Gleichung:

$$\widehat{A'B'} = (\rho + e) \cdot \tan d\varphi = \left( \frac{\delta l}{\tan d\varphi} + e \right) \cdot \tan d\varphi = \delta l + e \cdot \tan d\varphi = \delta l + e \cdot \frac{\delta l}{\rho} = \left( 1 + \frac{e}{\rho} \right) \cdot \delta l \quad (4.7)$$

Da  $\overline{AB}$  einfach der Randfaserlänge im unverformten Zustand  $\delta l$  entspricht, erhält man für die Randfaserdehnung:

$$\epsilon_{RF} = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0} = \frac{\widehat{A'B'} - \overline{AB}}{\overline{AB}} = \frac{\left( 1 + \frac{e}{\rho} \right) \cdot \delta l - \delta l}{\delta l} = \frac{e}{\rho} \quad (4.8)$$

Der Krümmungsradius muss nun noch mit der Indenterverschiebung in Zusammenhang gebracht werden und wir erhalten die Formel für die Abhängigkeit der Randfaserdehnung von der Indenterverschiebung ( $u$ ). Zusammenhang zwischen  $\tan d\varphi$  und  $u$ :

$$\tan d\varphi = \frac{u}{l_b} \quad (4.9)$$

$u$ ...Indenterverschiebung

$l_b$ ...horizontaler Abstand zwischen Einspannung und Punkt an dem die Dehnung ausgerechnet werden soll

Durch Kombinieren von Gleichung 4.8 mit Gleichung 4.5 und Gleichung 4.9 erhält man die gesuchte Beziehung für die Randfaserdehnung:

$$\epsilon_{RF} = \frac{u \cdot e}{\delta l \cdot l_b} \quad (4.10)$$

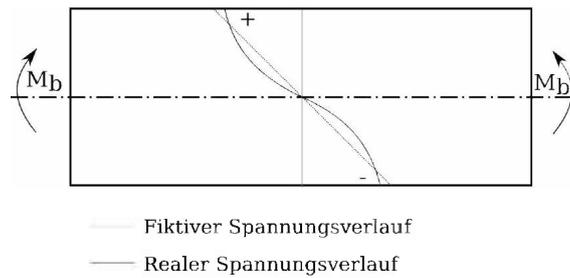


Abbildung 4.6: Vergleich von realen und linear-elastischen Spannungsverlauf [7]

Zur Berechnung der Randfaserdehnung wurden rein geometrische Zusammenhänge verwendet. Unter Annahme einer linearen Spannungsverteilung kann die Randfaser Spannung einfach berechnet werden. Diese Annahme ist für Ermüdungsversuche eine gute Näherung, da nur kleine Verformungen auftreten. Die Randfaser Spannung ist nur von den Querschnittsabmessungen des verjüngten Bereiches und dem aufgetragenen Biegemoment abhängig. Die Formel für die Randfaser Spannung kann in jedem grundlegenden Mechanik-Buch gefunden werden ([29]):

$$\sigma_{RF} = \frac{M_b}{I_y} \cdot e = \frac{F \cdot l_b}{\frac{b \cdot h^3}{12}} \cdot \frac{h}{2} \quad (4.11)$$

$M_b$ ...Biegemoment

$I_y$ ...Flächenträgheitsmoment bezogen auf die y-Achse

$b$ ...Breite des Querschnitts

$h$ ...Höhe des Querschnitts

$F$ ...gemessene Kraft während des Versuches

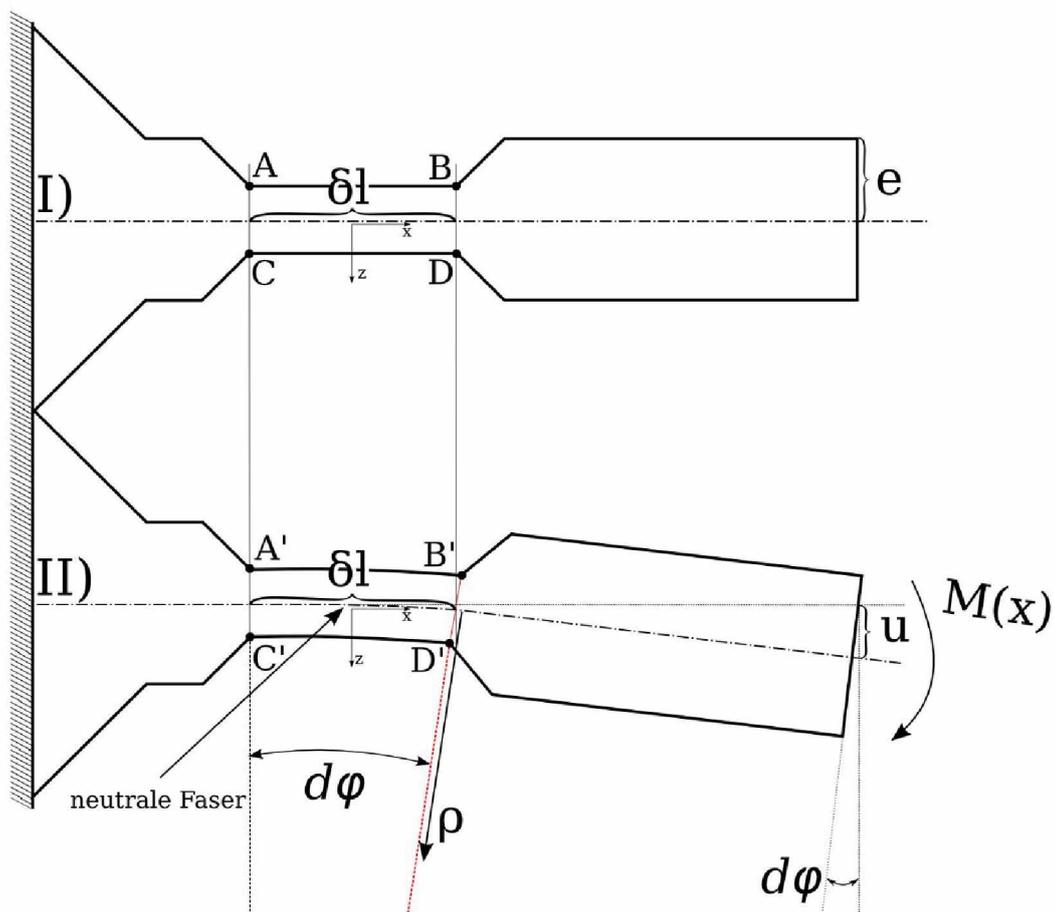


Abbildung 4.7: Skizze einer Biegeprobe im unverformten (I) und im verformten (II) Zustand. Nach der Verformung bleibt die Länge der neutralen Faser gleich. Hier ist auch die Spannung Null. Die Randfasern, die durch die Punkte  $\overline{AB}$  bzw.  $\overline{CD}$  begrenzt sind, erfahren Zug- bzw. Druckspannung. Also ergibt sich, dass  $\widehat{A'B'}$  länger bzw.  $\widehat{C'D'}$  kürzer ist als die ursprüngliche Länge ( $\delta l$ ) bei der Biegung des Balkens. Mit der Verschiebung des Indenters ( $u$ ), dem Randfaserabstand ( $e$ ) und dem Winkel ( $d\varphi$ ) kann die Randfaserdehnung ( $\epsilon_{RF}$ ) berechnet werden. [7]



# 5 Ergebnisse

Das Versuchsprogramm, welches während dieser Diplomarbeit durchgeführt wurde, ist in Tabelle 5.1 übersichtlich zusammengefasst. In der Tabelle sind die jeweiligen Proben mit ihren Abmessungen, Biegelängen und dem Lastprogramm aufgelistet. Wie man sehen kann wurde bei allen Proben versucht das gleiche Aspektverhältnis der Verjüngung (Dicke:Breite:Länge; 1,0:1,5:2,0) beizubehalten. Probe 1 fällt durch ein Missgeschick während der FIB-Präparation aus dem Rahmen. Zuerst wurde bei Probe 1 ein Blockversuch durchgeführt, um abzuschätzen bei welchem Lastniveau (Dehnungsamplitude) es zu einer Schädigung kommt und wie das zukünftige Versuchsprogramm auszuschauen hat. Danach wurden an den Proben 2 bis 4 Versuche bei unterschiedlichen plastischen Dehnungsamplituden durchgeführt.

Probe	Abmessung	Biegelänge	Lastwechsel	maximale Belastung
1	4,2 x 9 x 12 $\mu\text{m}$	30,9 $\mu\text{m}$	Blockversuch	$\epsilon_{pl} = 12,8 \cdot 10^{-3}$
2	5 x 5,2 x 10 $\mu\text{m}$	42,0 $\mu\text{m}$	80	$\epsilon_{pl} = 9,4 \cdot 10^{-3}$
3	5 x 7,5 x 10 $\mu\text{m}$	42,0 $\mu\text{m}$	1300 nach Erhöhung	$\epsilon_{pl} = 1,9 \cdot 10^{-3}$
4	5 x 7,5 x 10 $\mu\text{m}$	42,0 $\mu\text{m}$	9850	$\epsilon_{pl} = 0,70 \cdot 10^{-3}$

Tabelle 5.1: Durchgeführte Versuche

## 5.1 Ausgangsmaterial

Bevor Ermüdungsversuche durchgeführt wurden, wurde bei allen Proben die Kornstruktur mittels QBSD-Detektor (4 Quadrant Backscattered Electron Detector) abgebildet. Bei den Proben wurde jeweils die Kornstruktur im Schädigungs-Bereich und Gradienten-Bereich untersucht. Diese beiden Bereiche sind in Abbildung 5.1 definiert und werden in den folgenden Abschnitten verwendet. Durch diese Untersuchungen vor Beginn der Versuche wird

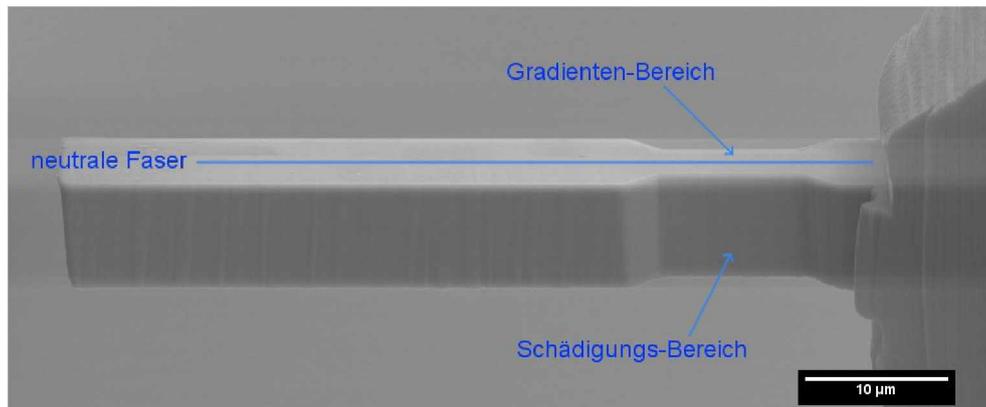


Abbildung 5.1: Definition des Gradienten-Bereichs und Schädigungs-Bereichs

festgestellt, ob nach der HPT-Verformung ein homogenes Gefüge vorliegt. Die daraus erhaltenen Bilder dienen auch zum Vergleich mit der Kornstruktur nach den Versuchen. Wie man in den Abbildungen 5.2 und 5.3 sehen kann, weisen die Proben tatsächlich eine homogene Kornstruktur in beiden Bereichen auf. Die Korngröße liegt im Bereich der für OFHC-Kupfer in der Literatur angegeben wird. Eine Analyse mittels EBSD liefert eine mittlere Korngröße von 250 nm, mit einer Standardabweichung von ca. 100 nm. In den Bildern kann man auch erkennen, dass einige Körner in den Proben eine Art Sub-Struktur besitzen, die sich durch abwechselnde helle und dunkle Bereiche äußert. Diese Strukturen können entweder Versetzungsstrukturen im Inneren der Körner sein oder laut Kiener et al. [28] als Artefakt bei der FIB-Herstellung auftreten.

## 5.2 Mechanische Eigenschaften und Schädigungsbild

Bei Probe 1 wurde ein so genannter Blockversuch durchgeführt. Bei diesem Versuchsmodus wird die Belastung in regelmäßigen Abständen erhöht. Am Anfang wurde die Probe einer Dehnungsamplitude unterworfen, die im elastischen Bereich liegt ( $\epsilon_{ges} = 3,87 \cdot 10^{-3}$ ). Danach wurde alle 100 Lastwechsel die Dehnungsamplitude erhöht. Mit jeder Erhöhung ändert sich die Spannungsantwort auf die Belastung. Da es bei den ersten Lastwechseln nach einer Erhöhung zu einer Anpassung des Materials an die äußere Belastung kommt und sich die Hysteresekurve stabilisiert, wurden für die Auswertung immer Lastwechsel kurz vor einer weiteren Erhöhung (90. und 91. Lastwechsel) verwendet. In Abbildung 5.4

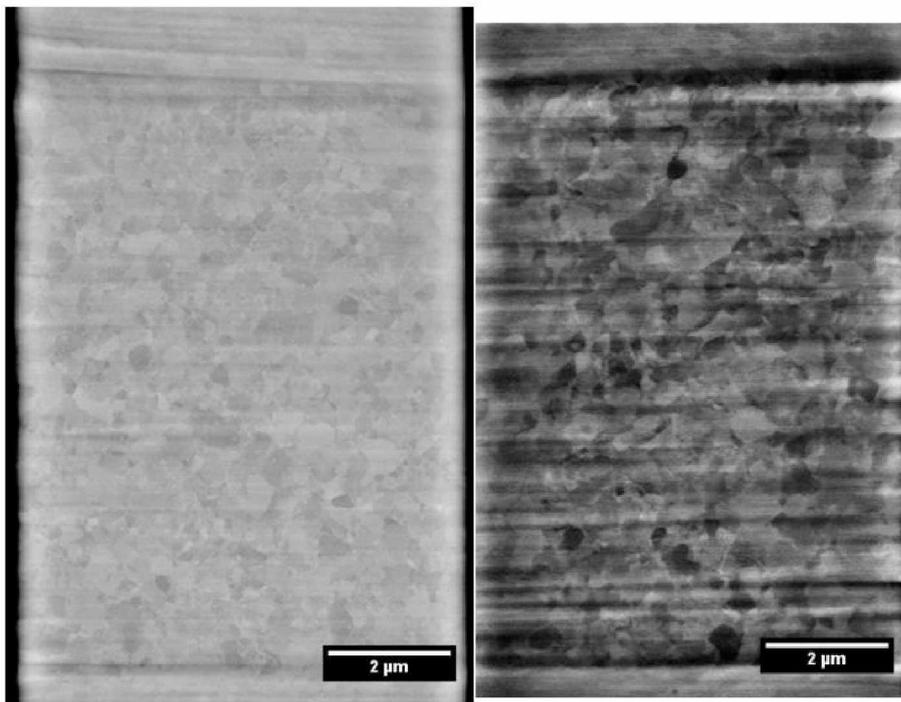


Abbildung 5.2: BSE-Aufnahme der Ausgangskornstruktur: Schädigungs-Bereich der Probe 3 (links) und 4 (rechts)

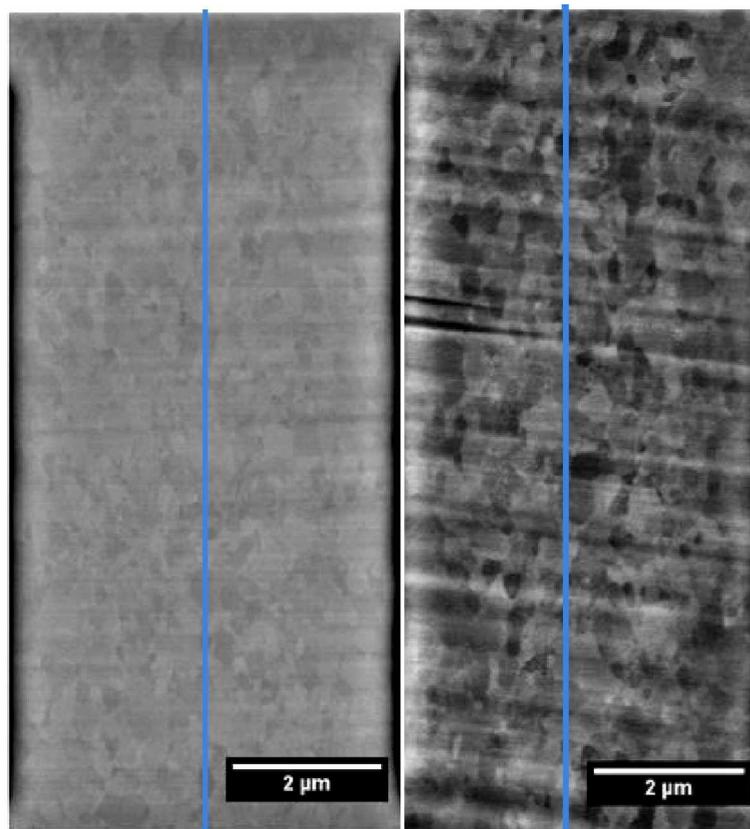


Abbildung 5.3: BSE-Aufnahme der Ausgangskornstruktur: Gradienten-Bereich der Probe 3 (links) und 4 (rechts), blaue Linie=neutrale Faser

sind einige der aufgenommenen Kurven mit der dazugehörigen plastischen Dehnungsamplitude dargestellt. Um die Übersichtlichkeit zu verbessern wurden nur die Kurven nach jeder zweiten Erhöhung gezeichnet. Bei der ersten dargestellten Kurve ist es durch das Grundrauschen des Indenter-Systems unmöglich die plastische Dehnungsamplitude zu ermitteln. Auch bei den 2 darauf folgenden Kurven (bei  $\epsilon_{pl} = 0,7 \cdot 10^{-3}$  und  $\epsilon_{pl} = 0,9 \cdot 10^{-3}$ ) ist die Angabe der plastischen Dehnung sehr ungenau. Die Kurve mit einer plastischen Dehnung von  $11 \cdot 10^{-3}$  zeigt bereits eine leichte Entfestigung und hier tritt bei der Probe im Gradienten-Bereich zum ersten Mal eine sichtbare Schädigung auf (vergl. Abbildung 5.6a. Nach Feststellen der Entfestigung wurde die Belastung der Probe ein letztes Mal erhöht ( $\epsilon_{pl} = 12,8 \cdot 10^{-3}$ ) um die weitere Schädigungsentwicklung zu untersuchen. Abbildung 5.5 zeigt die Entfestigung der Probe, wobei beim Zählen der Lastwechsel nach der letzten Erhöhung begonnen wurde. Die dazugehörige Schädigungsentwicklung auf der Probe kann in den Bildern 5.6 b) bis d) verfolgt werden. In Abbildung 5.6e erkennt man eine weitere Schädigung an der Oberfläche ca.  $1 \mu\text{m}$  abseits der Hauptschädigung mit Risswachstum. Hier kam es durch die Belastung zu einer Änderung an der Oberfläche. Ähnliche Änderungen an der Oberfläche traten auch bei anderen Proben auf. Während des Versuchs kommt es zu einer Anhäufung von Material, dass aus der Oberfläche herausragt (siehe Abbildung 5.7). Diese Materialanhäufung an der Oberfläche ist jedoch weit geringer als bei Kupfer-Einkristallen [7]. Abbildung 5.8 zeigt zusätzlich eine Draufsicht auf die Bruchfläche nachdem die Probe abgebrochen ist. Neben den ausgezogenen Lippen in der Mitte der Bruchfläche, wo sich der Werkstoff noch plastisch verformt hat, können an den Rändern Körner mit Facetten beobachtet werden.

Der Versuch an Probe 2 wurde mit einer hohen plastischen Dehnungsamplitude durchgeführt ( $\epsilon_{pl} = 9,4 \cdot 10^{-3}$ ). Dadurch tritt schon relativ früh eine Schädigung der Probe auf. Eine Entfestigung der Probe konnte schon nach 40 Lastwechseln festgestellt werden (vergl. Abbildung 5.9). Die Entfestigung trat hierbei unsymmetrisch auf. Abbildung 5.11 zeigt eine vergrößerte Aufnahme des geschädigten Bereichs mittels QBSD-Detektor. Damit ist es möglich die Kornstruktur des Werkstoffes sichtbar zu machen. In der Mitte der Probe sieht man die ursprüngliche ungeschädigte Kornstruktur. An den Rändern tritt die Schädigung verstärkt auf und es sind Körner, deren Kontrast abnimmt, erkennbar. Dies entsteht durch Unebenheiten an der Probenoberfläche. Die Körner werden aus der Oberfläche herausgedrückt und zwischen den einzelnen Körnern sind schwarze Bereiche sichtbar an denen die Kornstruktur aufgeht und sich Vertiefungen bzw. Risse an der

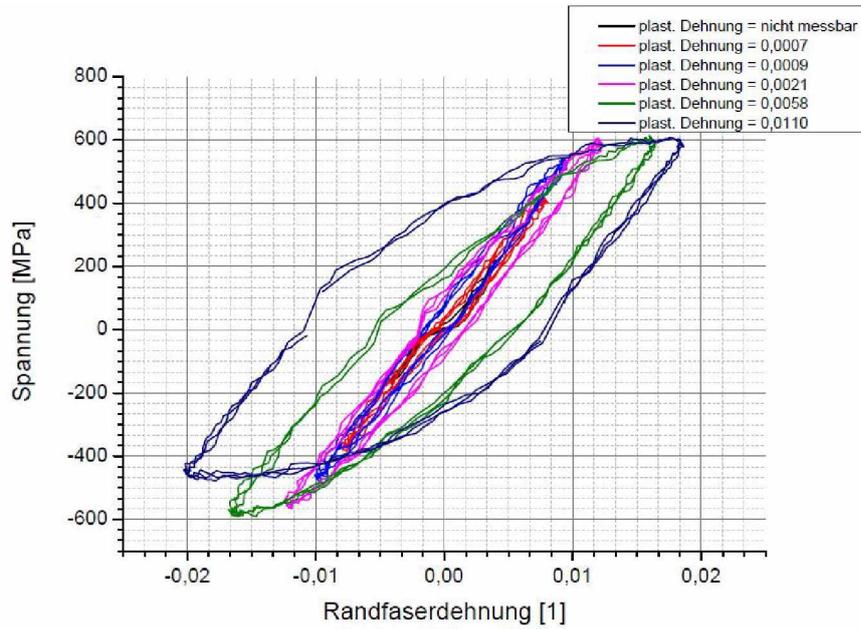


Abbildung 5.4: Hysteresekurven aus dem Blockversuch (Probe 1)

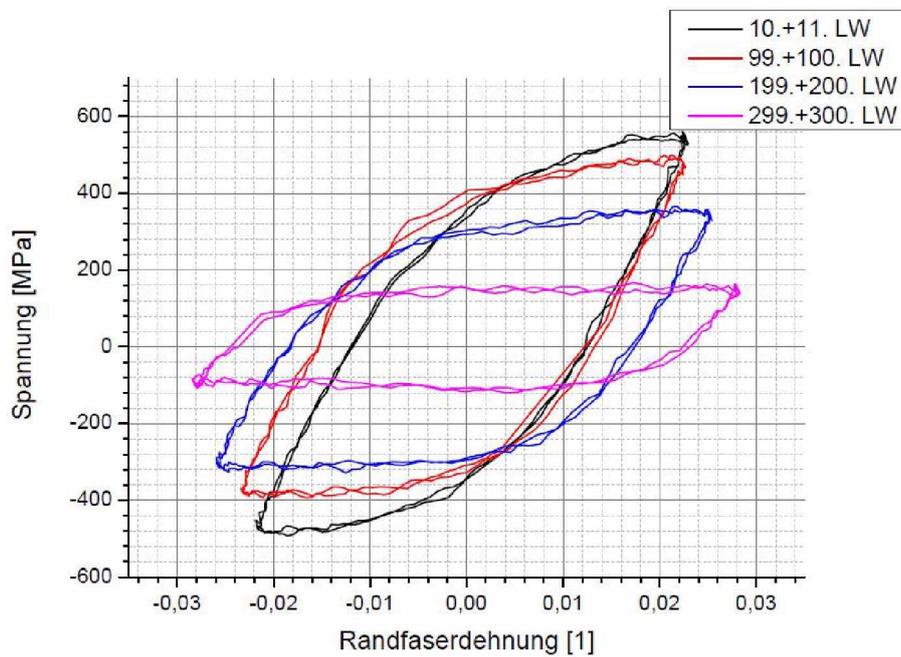


Abbildung 5.5: Entfestigung der Probe 1 durch massive Schädigung in der letzten Stufe des Blockversuchs (keine Erhöhung der Dehnungsamplitude fand statt)

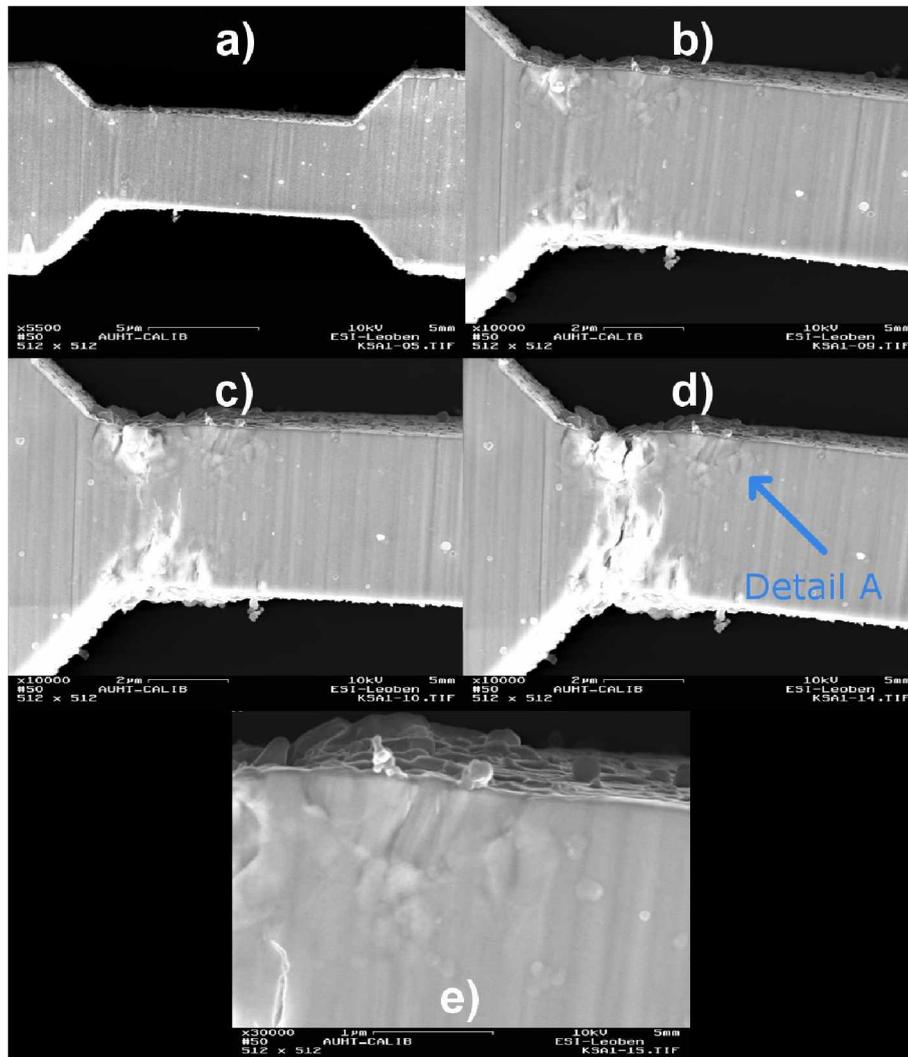


Abbildung 5.6: Schädigungsentwicklung während des Blockversuchs (Probe 1), a) nach Aufbringen von  $\epsilon_{pl} = 11 \cdot 10^{-3}$  (vgl. Abbildung 5.4) d.h. vor Start der letzten Belastungsstufe (Verschiebungsstufe), b) 100 Lastwechsel nach Erhöhung (vgl. Abbildung 5.5), letzte Belastungsstufe= $12,8 \cdot 10^{-3}$ , c) 200 Lastwechsel nach Erhöhung, d) 300 Lastwechsel nach Erhöhung, e) Oberflächenveränderung in der Nähe der Hauptschädigung (Detail A)

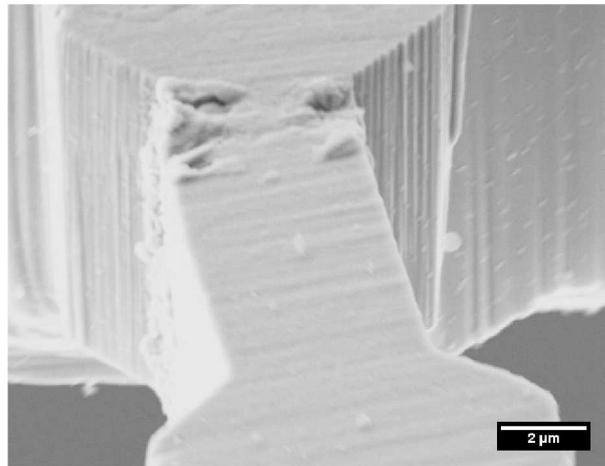


Abbildung 5.7: Sicht auf Gradienten-Bereich (Probe 1), Bildung von Extrusions an der Oberfläche

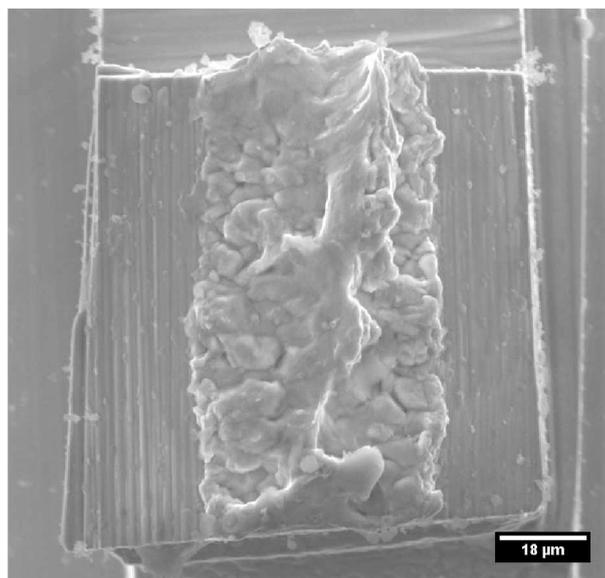


Abbildung 5.8: Ansicht der Bruchfläche nach Abbrechen des Balkens (Probe 1)

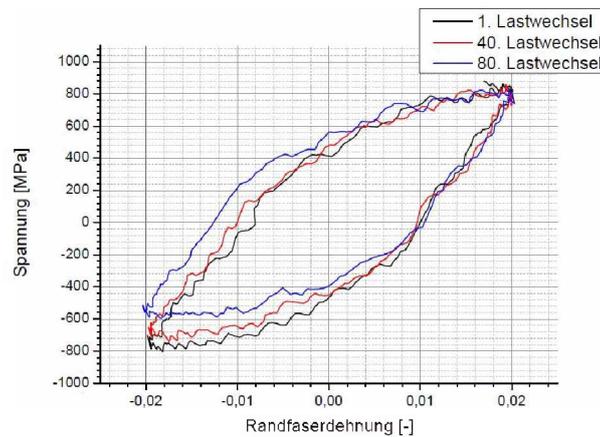


Abbildung 5.9: Hysteresekurven von Probe 2 nach verschiedenen Lastwechseln

Oberfläche bilden. Das Herausdrücken der einzelnen Körner im Schädigungs-Bereich ist in Abbildung 5.12 unter einem Winkel von  $45^\circ$  sichtbar.

Für die Versuche mit Probe 3 wurde ein neueres Leihgerät der Firma ASMEC verwendet. Mit diesem Gerät konnte die Kraftauflösung gegenüber dem älteren Gerät um den Faktor 10 verbessert werden. Zusätzlich konnte die Spitze weiter in den Messingblock eingespannt werden, da durch die Geometrie des Indenter-Systems ein höherer Arbeitsabstand (15 mm) verwendet werden musste. Dadurch wurde die Nachgiebigkeit der Spitze auf nicht mehr messbare Werte verringert. Jedoch mussten Einbußen bei der Bildqualität während der Verformung hingenommen werden, da der Arbeitsabstand vergrößert wurde. Für 5800 Lastwechsel wurde eine Belastung von  $\epsilon_{pl} = 1,1 \cdot 10^{-3}$  auf die Probe aufgebracht. Während dieser Belastung kam es zu keiner Entfestigung der Probe (siehe Abbildung 5.13) und die Belastung wurde für den Rest des Versuches auf  $\epsilon_{pl} = 1,9 \cdot 10^{-3}$  erhöht. Nach der Erhöhung wurde nach 1200 Lastwechsel eine leichte Entfestigung (siehe Abbildung 5.14) festgestellt und die Probe ausgebaut und im REM genauer analysiert. Obwohl die Entfestigung von 565 MPa auf 530 MPa (ca. 6 %) relativ moderat ausfiel, war die Oberfläche der Probe bereits stark geschädigt. Abbildung 5.15 und Abbildung 5.16 zeigen diese Schädigung. Beim ersten Bild kann man erkennen, dass sich bei den herausgedrückten Körnern, in der Mitte der Probe, Strukturen an der Oberfläche bilden. Dies äußert sich in hellen und dunklen Streifen innerhalb dieser Körner. Die Bilder lassen vermuten, dass es zu Kornwachstum kommt. Durch die Unschärfe des QBSD-Bildes in den Bereichen, in denen

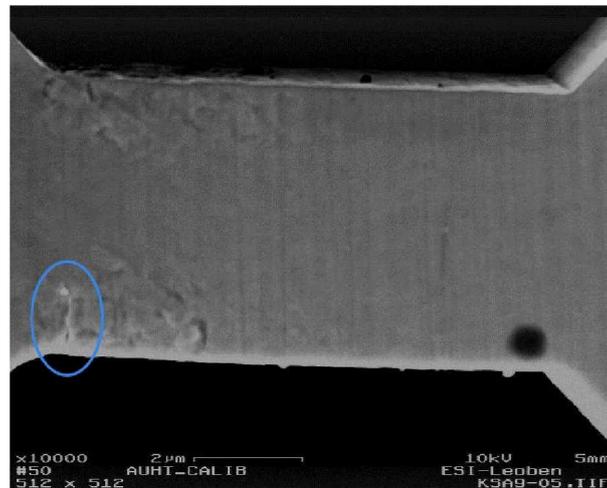


Abbildung 5.10: Probe 2 nach 80 Lastwechsel, blaue Markierung: Riss ausgehend von der Oberfläche

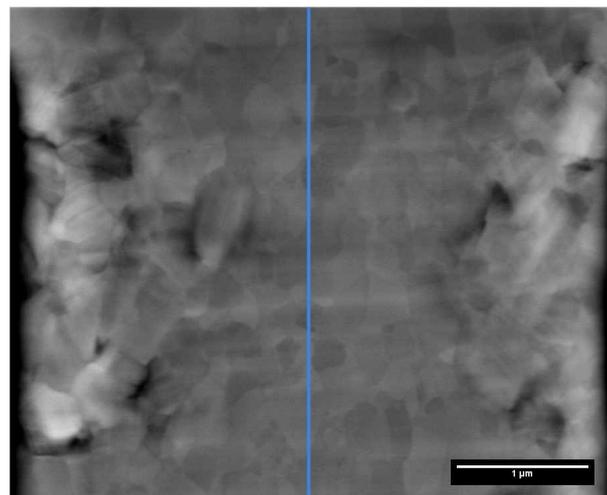


Abbildung 5.11: QBSD-Aufnahme der Schädigung mit Sicht auf Dehnungsgradienten (Probe 2,  $\epsilon_{pl} = 9,4 \cdot 10^{-3}$ ) nach 80 Lastwechsel, blaue Linie=neutrale Faser

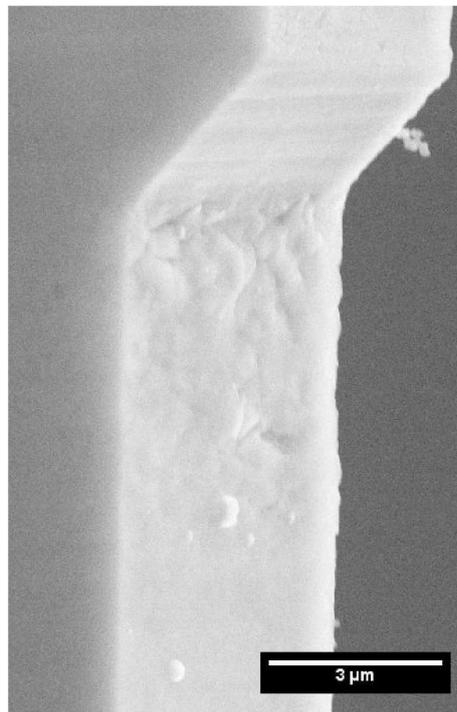


Abbildung 5.12: Aufnahme schräg unter  $45^\circ$  mit Blick auf die Schädigung auf der Randfaser (Probe 2,  $\epsilon_{pl} = 9,4 \cdot 10^{-3}$ ) nach 80 Lastwechsel

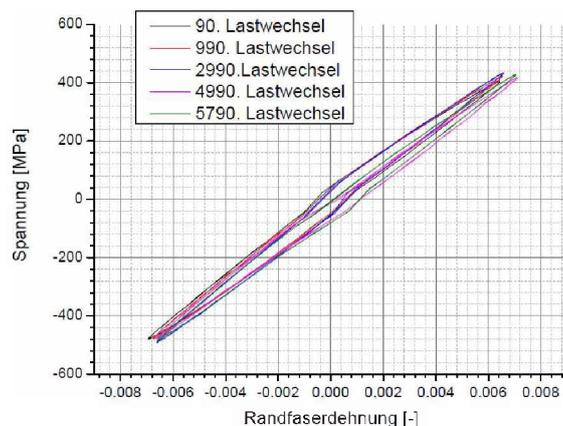


Abbildung 5.13: Hysteresekurven von Probe 3 vor der Erhöhung,  $\epsilon_{pl} = 1,1 \cdot 10^{-3}$

Körner heraustreten lässt sich dies nicht mit Sicherheit feststellen. Die Unschärfe wird hierbei durch ein Überstrahlen von den Kanten der Körner verursacht.

Da mit den Proben 1, 2 und 3 Informationen über die Schädigungsentwicklung bei hohen plastischen Dehnungsamplitude gewonnen werden konnten, wurde bei Probe 4 eine niedrige plastische Dehnungsamplitude von  $\epsilon_{pl} = 0,7 \cdot 10^{-3}$  verwendet. Durch die Verringerung der plastischen Dehnungsamplitude kann die Schädigungsentwicklung hier im Detail beobachtet werden. Abbildung 5.17 zeigt eine typische Hysteresekurve während des Versuchs. Nach 9850 Lastwechsel konnte noch keine messbare Entfestigung der Probe festgestellt werden. Die ersten Oberflächenänderungen traten bereits nach 1600 Lastwechsel auf. Der Beginn der Schädigung ist in Abbildung 5.18 dargestellt. Zu einer Weiterentwicklung der Schädigung kam es erst wieder nach 4000 Lastwechseln. Danach kam es zu einer kontinuierlichen Änderung der Mikrostruktur (vergl. Abbildung 5.19 und Abbildung 5.20).

### 5.3 Mikrostrukturelle Änderungen und Kornwachstum

Im vorigen Abschnitt wurde bereits erwähnt, dass es schwierig ist Kornwachstum mittels QBSD zweifelsfrei festzustellen. Aus diesem Grund wurde Probe 3 nach dem Versuch weiter bearbeitet. Als erstes wurde mit dem FIB der Schädigungs-Bereich knapp unterhalb

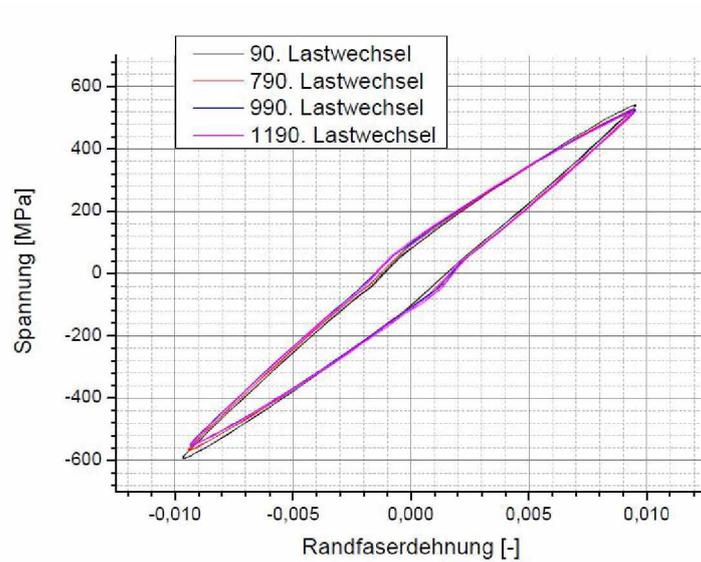


Abbildung 5.14: Hysteresekurven von Probe 3 nach der Erhöhung,  $\epsilon_{pl} = 1,9 \cdot 10^{-3}$

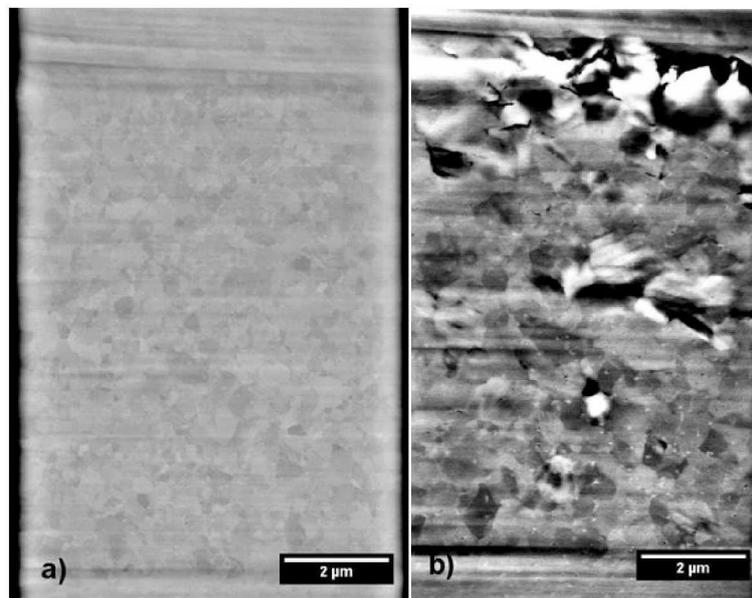


Abbildung 5.15: QBSD-Aufnahme vom Schädigungs-Bereich (Probe 3,  $\epsilon_{pl} = 1,9 \cdot 10^{-3}$ ), a) vor dem Versuch, b) nach Versuch (1200 Lastwechsel)

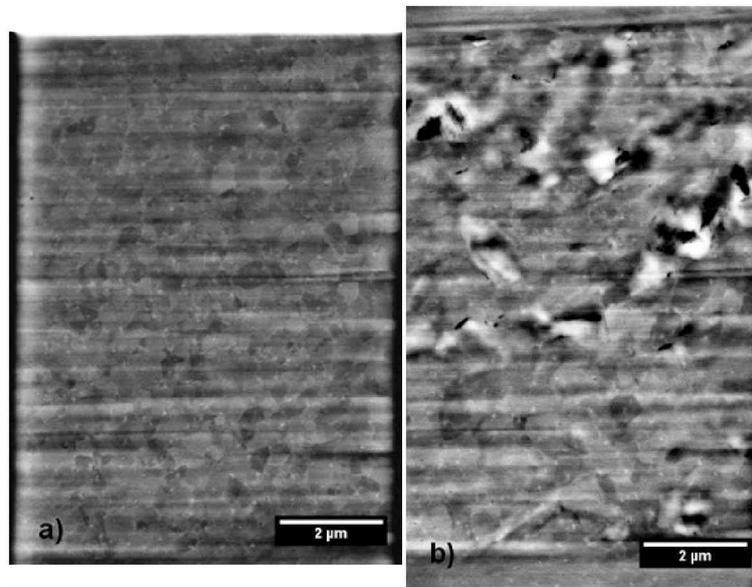


Abbildung 5.16: QBSD-Aufnahme vom Schädigungs-Bereich (Probe 3,  $\epsilon_{pl} = 1,9 \cdot 10^{-3}$ ,  $180^\circ$  gedreht), a) vor dem Versuch, b) nach dem Versuch (1200 Lastwechsel)

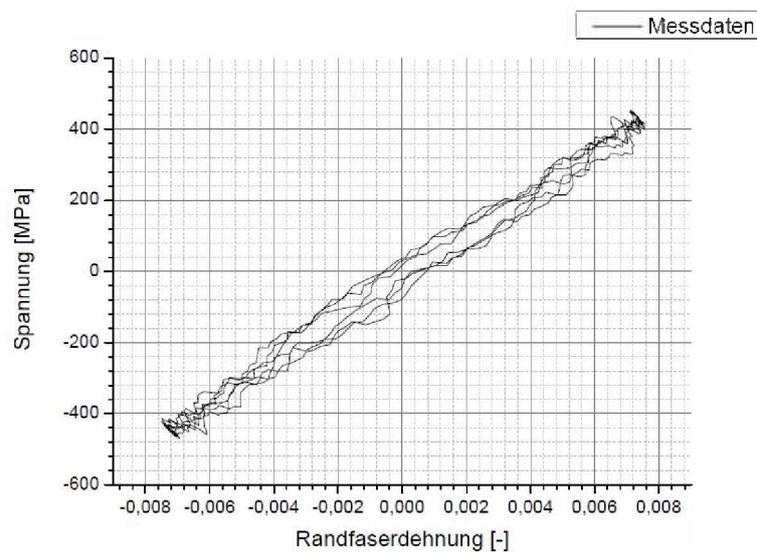


Abbildung 5.17: Typische Hysteresekurve während der Belastung von Probe 4,  $\epsilon_{pl} = 0,7 \cdot 10^{-3}$

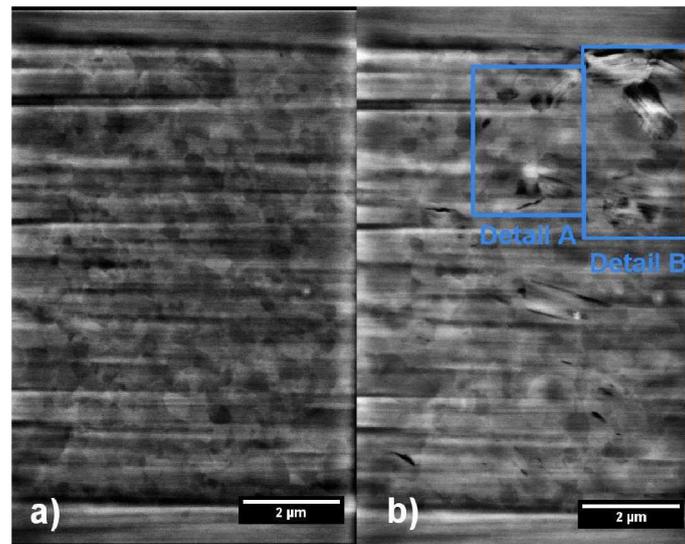


Abbildung 5.18: Vergleich vor dem Versuch und nach 1600 Lastwechsel (Probe 4,  $\epsilon_{pl} = 0,7 \cdot 10^{-3}$ )

der Oberfläche abgetragen. Nachdem dieser Bereich mit QBSD und EBSD (Electron Back-scattered Diffraction) analysiert wurde, wurde auch der Gradienten-Bereich abgetragen. Abbildung 5.23 zeigt die mit dem FIB nachgeschnittenen Bereiche. Im Teilbild a) sieht man den Schädigungsbereich. An der linken Seite des Bildes kann noch die ursprünglichen Oberfläche der Probe gesehen werden, da der FIB-Schnitt nicht genau senkrecht durchgeführt wurde. Das heißt die sichtbare vergrößerte Kornstruktur liegt nur knapp unterhalb der ursprünglichen Oberfläche der Probe. Der Übergang zwischen dem feinkörnigen Bereich und dem Bereich der Verjüngung, in dem Kornwachstum auftrat, kann klar ausgemacht werden. Der Übergangsbereich ist in Abbildung 5.24 nochmals vergrößert dargestellt. Abbildung 5.23b zeigt die Kornvergrößerung im Gradienten-Bereich. Klar erkennbar ist, dass es nur an der Randfaser, wo die größten Dehnungen auftreten, zu einer nennenswerten Vergrößerung der Kornstruktur kommt. Der Bereich der in Abbildung 5.23a dargestellt ist, wurde zusätzlich mittels EBSD untersucht, um die Orientierung der gewachsenen Körner zu bestimmen (Abbildung 5.25). Aus den Daten von Abbildung 5.25 wurden Polfiguren mittels EBSD-Software berechnet um zu bestimmen ob die gewachsenen Körner eine bevorzugte Orientierung aufweisen. Die so erstellten Polfiguren (Abbildung 6.5 und Abbildung ??) werden im Diskussionsteil besprochen. Um genauere Information zur Schädigung im Material zu erhalten, wurde der Schädigungs-Bereich von Abbildung 5.23a noch mehrere Male abgetragen und mit QBSD analysiert. Die 3 Bilder in Abbildung 5.26 zeigen

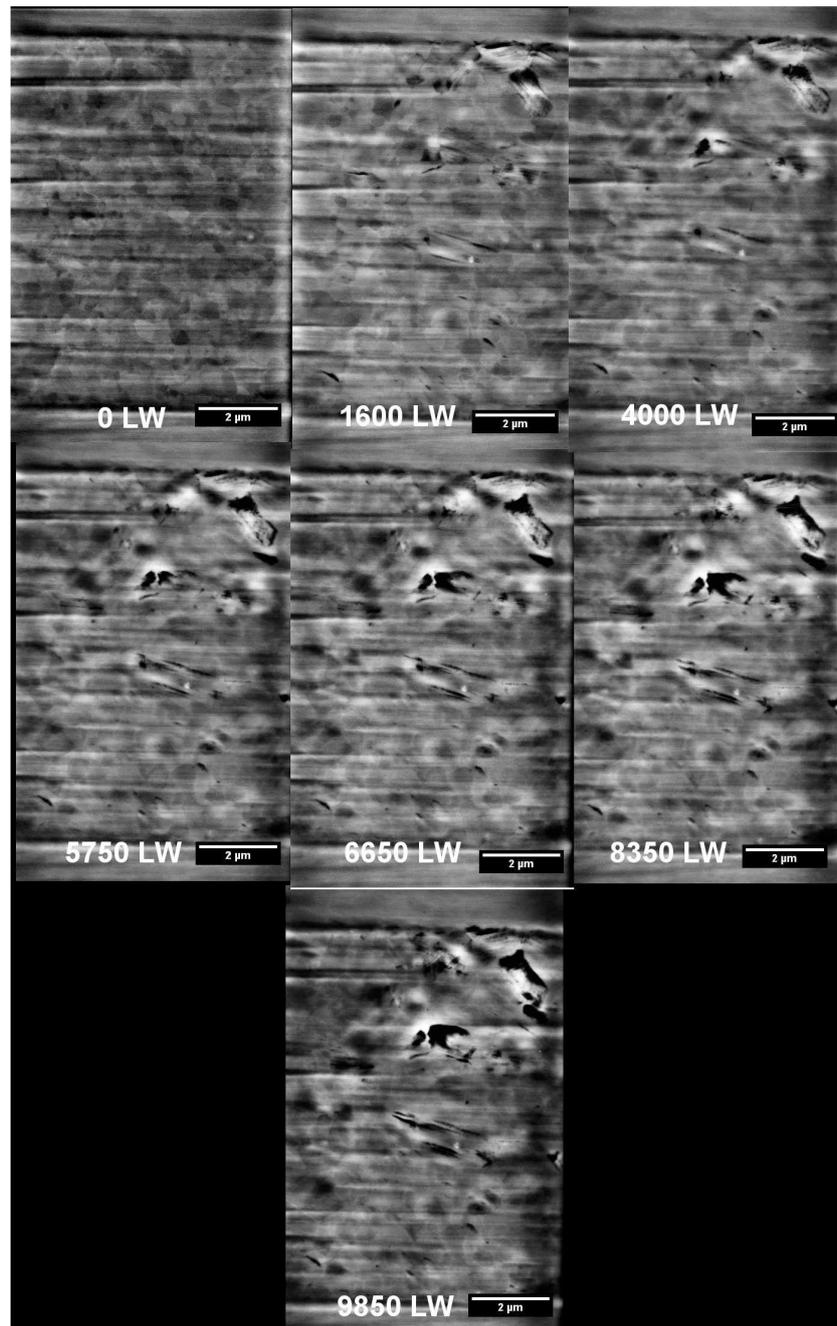


Abbildung 5.19: Schädigungsentwicklung mit dazugehöriger Anzahl von Lastwechseln (LW) (Probe 4,  $c_{pl} = 0,7 \cdot 10^{-3}$ )

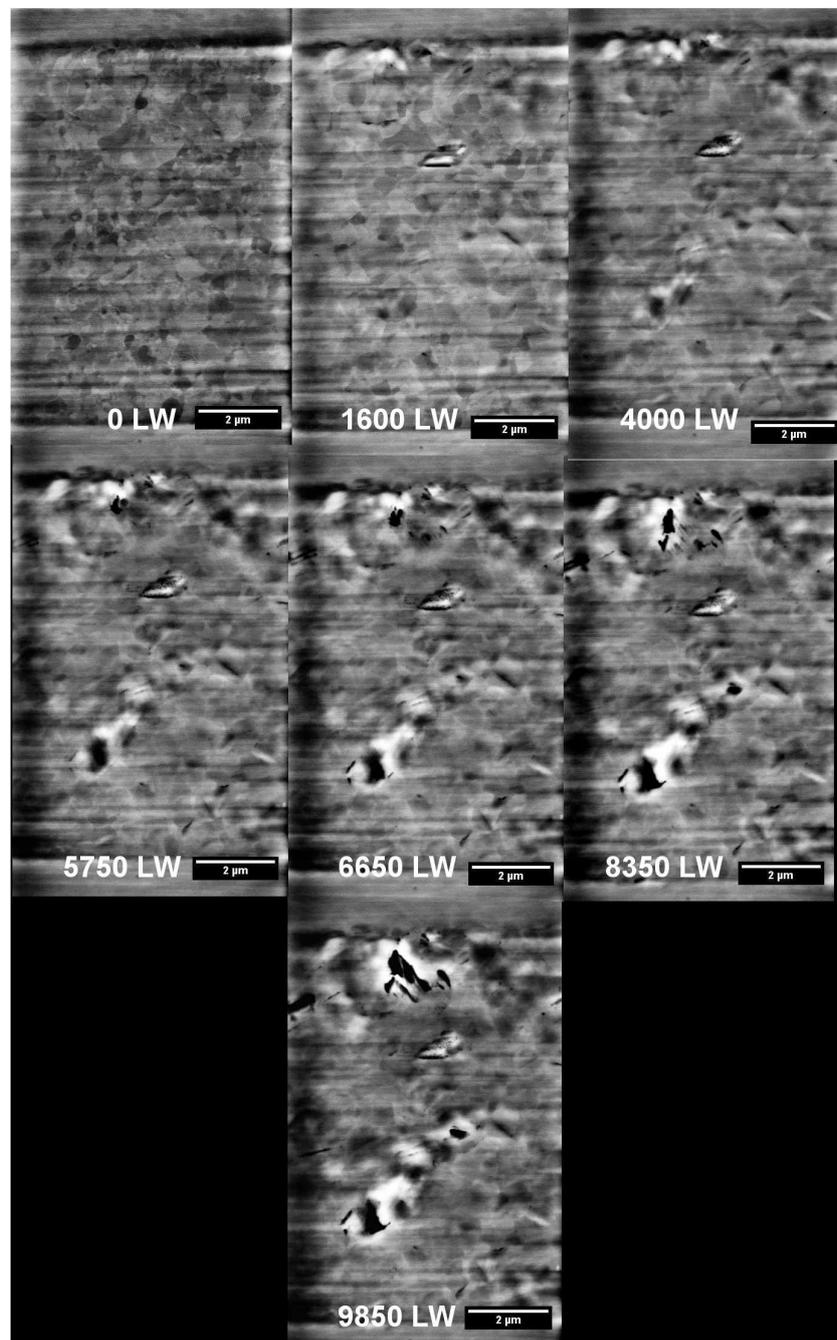


Abbildung 5.20: Schädigungsentwicklung mit dazugehöriger Anzahl von Lastwechseln (LW) (Probe 4, Probe 180° gedreht,  $\epsilon_{pl} = 0,7 \cdot 10^{-3}$ )

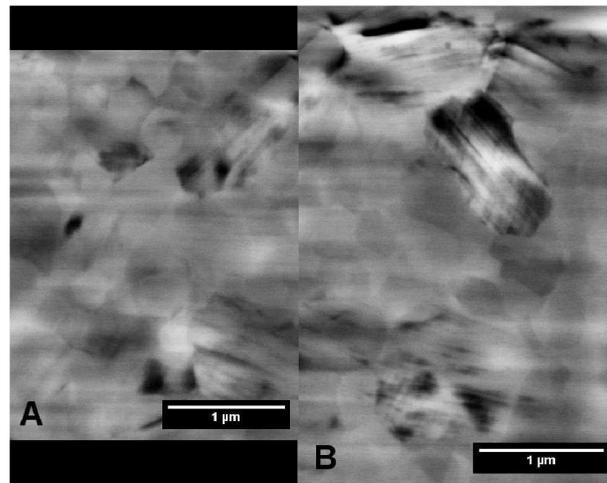


Abbildung 5.21: Detailaufnahmen von Probe 4 nach 1600 Lastwechsel ( $\epsilon_{pl} = 0,7 \cdot 10^{-3}$ ), vergleiche Abbildung 5.18

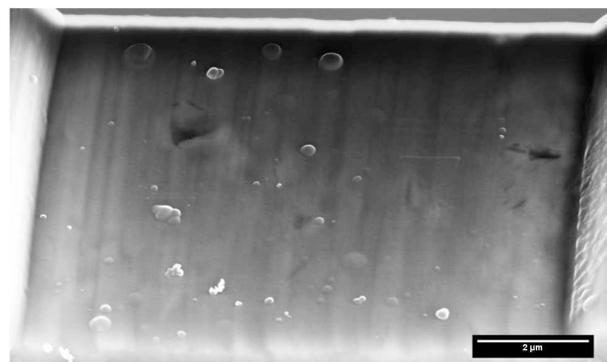


Abbildung 5.22: Oberflächenrauigkeit von Probe 4 nach 8350 Lastwechsel ( $\epsilon_{pl} = 0,7 \cdot 10^{-3}$ )

den Schädigungsbereich ca. 900 nm, 1600 nm und 2300 nm unterhalb der ursprünglichen Oberfläche. Der blaue Bereich in diesem Bild markiert die Position an dem die Verjüngung war. Wie erwartet nimmt die Schädigung mit zunehmender Tiefe ab, da man sich immer stärker der neutralen Faser annähert, wo die plastische Dehnungsamplitude gegen 0 geht. In Teilbild a) können noch vereinzelte größere Körner im Bereich der ehemaligen Verjüngung gefunden werden. Bereits in Teilbild b) kann kaum ein Unterschied der Mikrostruktur im Verjüngungsbereich bzw. außerhalb davon festgestellt werden. In Teilbild c) ist kein Unterschied mehr im Gefüge ersichtlich.

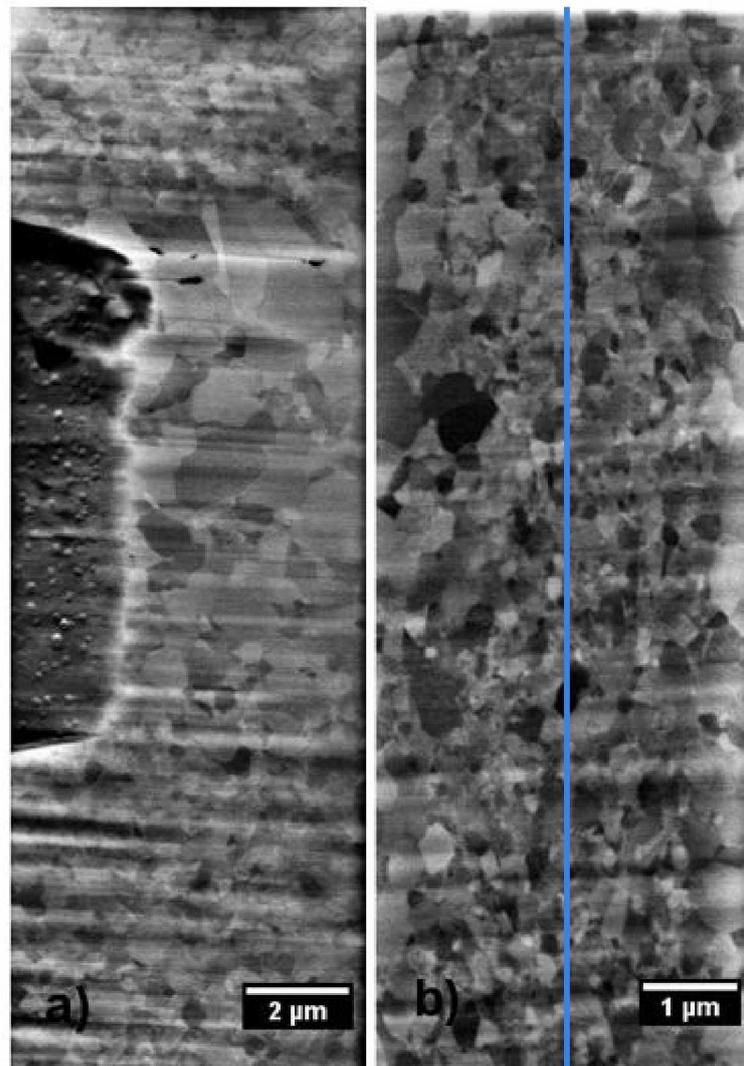


Abbildung 5.23: QBSD-Aufnahmen von mit FIB nachgeschnittenen Bereichen (Probe 3), a) Oberfläche mit größter Randfaserdehnung, b) Sicht auf Dehnungsgradienten (unterschiedlicher Maßstab, nur der verjüngte Bereich der Probe ist dargestellt), blaue Linie=neutrale Faser

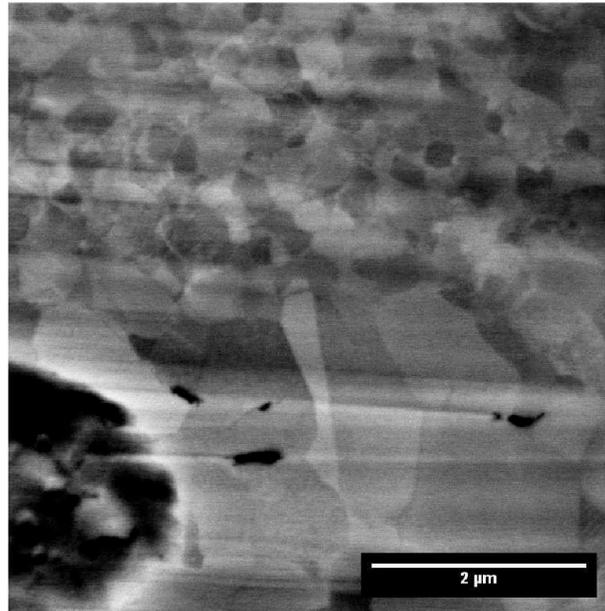


Abbildung 5.24: Übergangsbereich zwischen Ausgangsstruktur und vergrößerter Kornstruktur (Probe 3), vergleiche Abbildung 5.23a

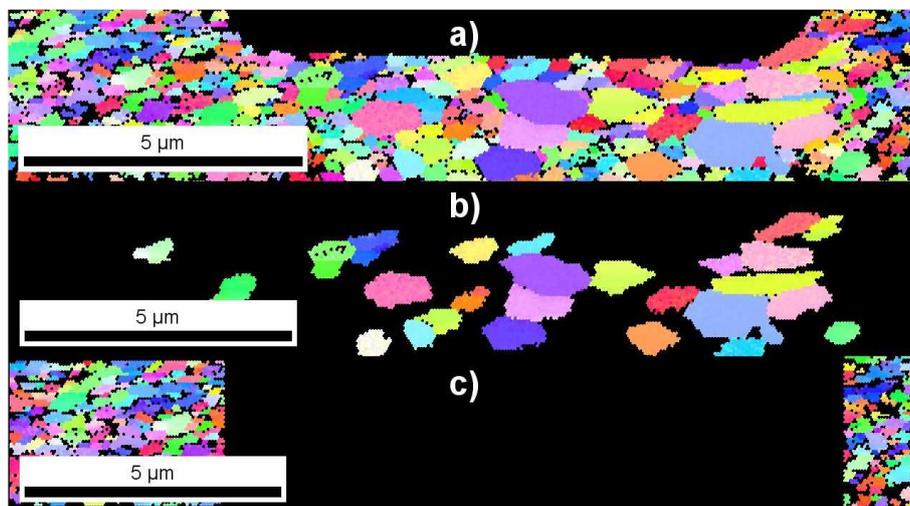


Abbildung 5.25: EBSD-Aufnahmen der gewachsenen Körner, a) gesamte Aufnahme (Körner mit weniger als 6 Datenpunkten wurden ausgeblendet), b) nur gewachsene Körner (mit mehr als 80 Datenpunkten wurden verwendet), c) Körner aus dem nicht verjüngten Bereich, die einen Vergleich mit den gewachsenen Körnern ermöglichen

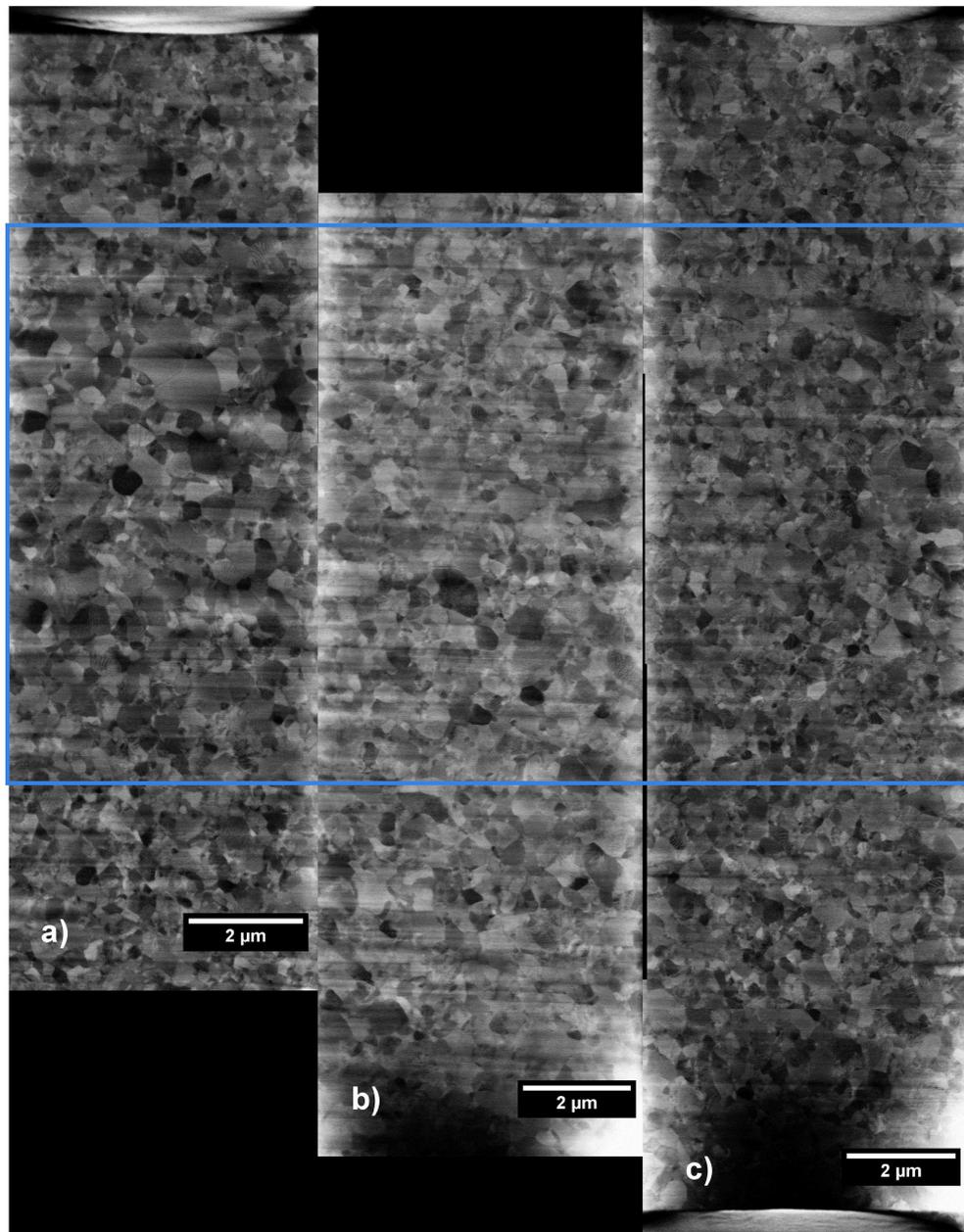


Abbildung 5.26: QBSD-Aufnahmen des Schädigungs-Bereich von Probe 3 in unterschiedlichen Tiefen, a) 900 nm, b) 1600 nm, c) 2300 nm, blauer Bereich: ehemalige Position der Verjüngung



## 6 Diskussion

Die Entstehung von Extrusions und Intrusions an der Oberfläche wurde während der Versuche beobachtet (Abbildung 5.7 und Abbildung 5.12). Diese Extrusions treten laut Literatur, bei makroskopischen Zugproben oder Ermüdungsproben, unter einem Winkel von  $45^\circ$  zur Hauptnormalspannung auf. Je nach SPD-Herstellmethode kann es zu einer Abweichung von diesem idealen Winkel kommen. Bei spannungskontrollierten HCF-Versuchen an OF(engl. oxygen free)-Kupfer, hergestellt durch ECAP, fanden Goto et. al. [30] Scherbänder in Scherrichtung beim letzten ECAP-Durchgang sowie fleckige Oberflächenstrukturen mit komplizierter Morphologie (Abbildung 6.1), während Mughrabi et. al [1] bei dehnungskontrollierten Versuchen Scherbänder unter einem Winkel von  $45^\circ$  feststellen (Abbildung 6.2). Die Schädigung in diesen beiden Abbildungen kann nicht direkt mit der Schädigung auf den untersuchten Proben in Zusammenhang gebracht werden, da sich bei den makroskopischen Proben die Schädigung über weit größere Bereiche erstreckt. Nur in Abbildung 6.1 können, abseits der Hauptschädigung, einige fleckige Bereich gefunden werden, die zu unserem Schädigungsbild passen. Bei den Versuchen wurden nur in einem einzigen Bereich auf Probe 3 ein Schädigungsbild festgestellt, dass auf Scherbänder unter  $45^\circ$  schließen lässt (Bild 5.16). Sonst ist die Schädigung eher an geometrischen Übergängen und an einzelnen unzusammenhängenden Stellen aufgetreten. An den geschädigten Stellen kommt es zu einem Herausdrücken der Körner aus dem Kornverbund und neben den Körnern bilden sich Vertiefungen. Diese Vertiefungen entwickeln sich mit zunehmender Schädigung zu Anrissen an der Oberfläche. Ein möglicher Mechanismus wurde von Goto et. al. [30] vorgeschlagen und ist in Abbildung 6.3 dargestellt. Durch Inkompabilität der Verformung kommt es an den Körnern zu einer starken Spannungsüberhöhung und Anrissbildung. Die Körner können danach aus der Oberfläche, durch innere Spannung und Korngrenzgleiten, herausgedrückt werden. Dieser Mechanismus scheint unabhängig von eventuell auftretender Kornvergrößerung zu sein, da die Versuche im Artikel spannungsgesteuert durchgeführt wurden. Bei den

Mikroversuchen trat solche Anrissbildung in bestimmten Bereichen bereits sehr früh auf. Bei Probe 4 kam es bereits vor 1600 Lastwechsel zu diesem Prozess (Abbildung 5.19 und Abbildung 5.20). Auch dies deckt sich mit den Ergebnissen aus der Literatur [30], da auch dort bereits nach 7000 Lastwechsel bei einer Spannungsamplitude von 240 MPa (190 000 Lastwechsel bis zum Bruch) einzelne Schädigungsbereiche gefunden wurden (Abbildung 6.4). Unsere Versuche wurden dehnungskontrolliert durchgeführt und es trat Kornwachstum auf. In diesen Körnern bildeten sich an der Oberfläche feine Gleitstufen. Diese feinen Gleitstufen konnten bei allen Proben gefunden werden, zum Beispiel auf Probe 2 (Abbildung 5.11), Probe 3 (Abbildung 5.15) und Probe 4 (Abbildung 5.21). Bei sehr hoher Schädigung (siehe Probe 1; Abbildung 5.6e) werden diese feinen Gleitstufen von Extrusions und Intrusions abgelöst. In diesem Bild kann man auch schön erkennen, dass das Korn aus der Oberfläche nach hinten herausgedrückt wird. Unter einem Winkel von  $45^\circ$  ist dies besser sichtbar. Abbildung 5.7 zeigt dies exemplarisch an Probe 1 (maximale plastische Dehnung  $\epsilon_{pl} = 11 \cdot 10^{-3}$  für 300 Zyklen) und Abbildung 5.12 an Probe 2 (plastische Dehnung  $\epsilon_{pl} = 9,4 \cdot 10^{-3}$  für 80 Zyklen). Bei Probe 4 (plastische Dehnung  $\epsilon_{pl} = 0,7 \cdot 10^{-3}$  für 10000 Zyklen) war nach 10 000 Lastwechsel die Schädigung noch nicht stark genug ausgeprägt um solch starke Unebenheiten zu beobachten. Nur leichte Veränderungen wurden beobachtet (Abbildung 5.22).

Durch Auftreten dieser Schädigungsbilder kam es durchgehend zu einer zyklischen Entfestigung der Proben. Abbildung 5.14 zeigt die Entfestigung von Probe 3 nach Erhöhung der Belastung von  $\epsilon_{pl} = 1,1 \cdot 10^{-3}$  auf  $\epsilon_{pl} = 1,9 \cdot 10^{-3}$ . Die Probe entfestigt zwar nur um ca. 6 %, die Oberfläche der Probe zeigt jedoch schon deutliche Spuren der Schädigung (Abbildung 5.15b). Dies ist zum Teil ein Problem des Versuchsaufbaus, da bei Biegeversuchen immer eine Seite unter Druckspannung steht und es dort zum Reißschliessen kommt und das Material am anderen Rissufer die Belastung noch trägt. Selbst mit dem Leihgerät, welches eine weit bessere Kraftauflösung als das Standard-Gerät besitzt, konnte keine Entfestigung rein durch Kornwachstum festgestellt werden. Um den Schädigungsbeginn aus den mechanischen Daten zu bestimmen, wäre es besser Zug-Druck-Ermüdungsversuche durchzuführen. Diese sind jedoch in diesen kleinen Dimensionen schwer zu realisieren, da andere Einspannungen als im makroskopischen Bereich verwendet werden müssen. Zusätzlich können geringe Ausrichtungsfehler die mechanischen Ergebnisse und das entstehende Schädigungsbild beeinflussen. Eine sehr starke Entfestigung zeigt Probe

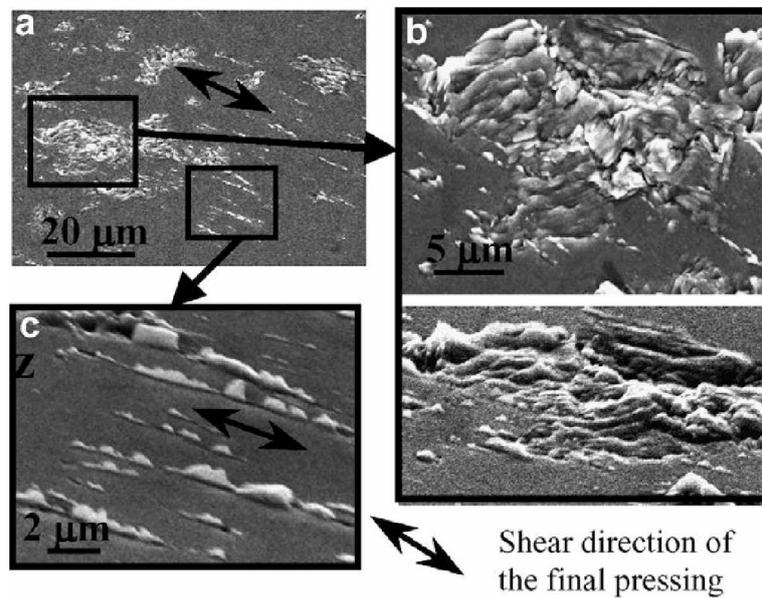


Abbildung 6.1: REM-Aufnahmen der Oberflächenschädigung von OF-Kupfer (8 ECAP-Durchgänge) nach 195 000 Lastwechsel bei einer Spannungsamplitude von 240 MPa, a) makroskopische Übersicht, b) fleckige Oberflächenschädigung, c) längliche Schädigung in ECAP-Scherrichtung [30]

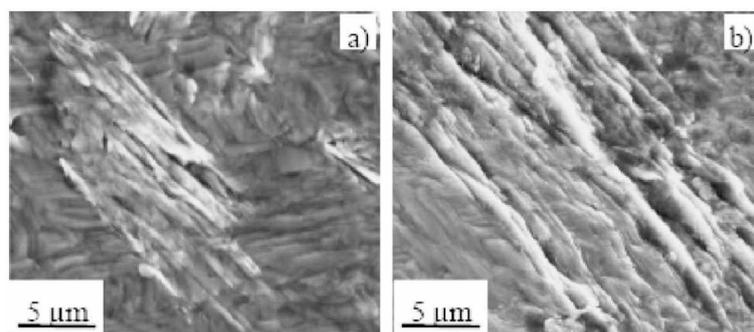


Abbildung 6.2: REM-Aufnahme der Oberflächenschädigung, Hauptbelastungsrichtung horizontal a) fleckige Schädigung b) längliche Schädigung

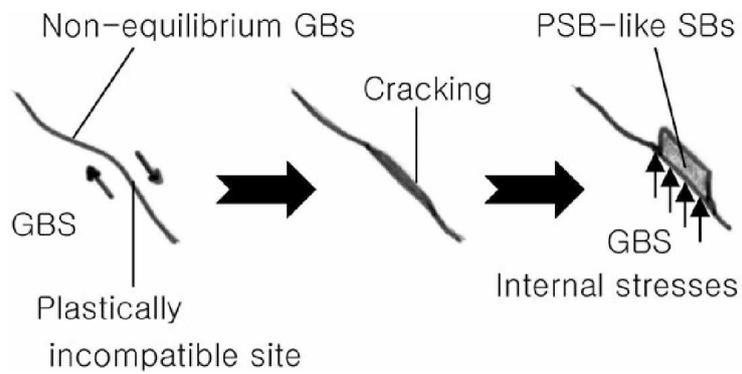


Abbildung 6.3: Schematische Darstellung zur Bildung von Extrusions in ultrafeinkörnigen Werkstoffen [30]

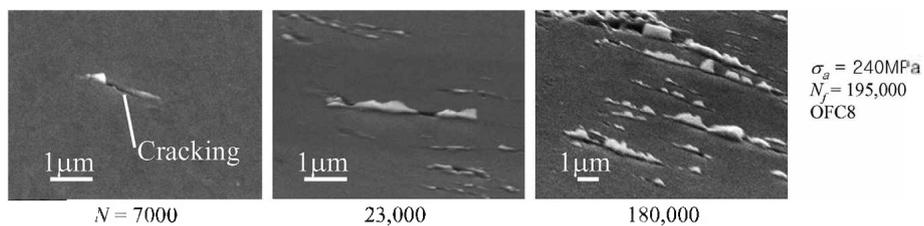


Abbildung 6.4: Bildung von Extrusions in OF-Kupfer (8 ECAP-Durchgänge) während der Ermüdung [30]

1 nach der letzten Erhöhung der plastischen Dehnungsamplitude auf  $\epsilon_{pl} = 11 \cdot 10^{-3}$  (vergleiche Abbildung 5.5). Bereits vor dieser Erhöhung bildete sich ein kleiner Anriss an der Oberfläche (Abbildung 5.6a). Während den darauffolgenden Lastwechseln wächst dieser Riss sehr stark bis er sich durch die gesamte Probe erstreckt (Abbildung 5.6b-d). Dies und die generell starke Schädigung der Probe verursacht die starke Entfestigung der Probe. Zum Schluss des Experiments wurde die Probe abgebrochen und die Bruchfläche untersucht. In Abbildung 5.8 ist diese Bruchfläche sichtbar. In der Mitte der Probe ist noch ein plastisch verformter Bereich vorhanden, an dem die Probe zum Schluss noch zusammengehalten wurde. Am Äußeren Rand der Probe sind die Körner mit ihren Facetten sichtbar. Hier wurde das Material durch Risswachstum aufgetrennt. Dass hier Kornfacetten sichtbar sind, deutet auf interkristallines Kornwachstum hin. Bei Probe 2 kam es zu einer asymmetrischen Entfestigung (Abbildung 5.9). Eine Entfestigung dieser Art kann nicht durch eine Abnahme der Fließspannung an nur einer Seite der Probe erklärt werden, da die Verringerung sowohl bei Zug- als auch bei Druckbelastung wirken müsste. Zwar ändert sich im Inneren der Probe der Spannungsverlauf, jedoch verhält sich die Probe als Gesamtes symmetrisch. Eine Erklärung für die Asymmetrie ist das Auftreten eines Risses im Werkstoff. Bei einem Riss können unter Zug-Belastung keine Kräfte übertragen werden. Treten jedoch Druckspannungen auf, können durch Rißschließeffekt weiterhin Kräfte übertragen werden. Abbildung 5.10 scheint dieses Erklärungsmodell zu unterstützen, da an der unteren Randfaser ein Riss auftritt.

In makroskopischen Proben, die einer Zug-Druck Ermüdung ausgesetzt wurden, konnte Kornwachstum häufig an der Oberfläche beobachtet werden. Im Inneren der Probe wurde jedoch nur ein viel geringeres Kornwachstum gefunden. Wie stark der Einfluss der freien Oberfläche der Probe auf das Kornwachstum war konnte in unserer Versuchreihe nicht untersucht werden. Bei Biegung ist die Randfaser naturgemäß der am stärksten belastete Bereich und dort kommt es zu verstärktem Kornwachstum. Abbildung 5.23 zeigt, dass hauptsächlich die Körner an der Oberfläche und nur einzelne Körner direkt unterhalb der Oberfläche gewachsen sind. Darunter ist durch den Dehnungsgradienten die Dehnungsamplitude zu gering um signifikantes Kornwachstum hervorzurufen. Zur Überprüfung wurde die geschädigte Oberfläche mehrmals abgetragen und mittels QBSD-Detektor untersucht. Abbildung 5.26 zeigt das Ergebnis dieses Vorganges. Man erkennt, dass bei einer Tiefe von 900 nm unterhalb der ursprünglichen Randfaser noch ein Unterschied zwischen der Mikrostruktur in der Verjüngung und außerhalb der Verjüngung festgestellt werden

kann. Bei einer Tiefe von 1600 nm verschwindet dieser Unterschied und bei 2300 nm, was in etwa der Position der neutralen Faser entspricht, ist kein Unterschied erkennbar. Um zu bestimmen ob es unterhalb der Oberfläche zu Kornwachstum kommt, wären größere Proben notwendig. Um das Ausmaß des Kornwachstums besser zu verstehen wurden die EBSD-Daten der in Abbildung 5.23a gezeigten Oberfläche analysiert. Die Normale auf die aufgenommene Fläche ist parallel zur Torsionsachse der Kupfer-Scheibe während der Herstellung. Abbildung 5.25 zeigt sehr schön dass nur einige Körner signifikant gewachsen sind. Von diesen vergrößerten Körnern und den ursprünglichen Körnern, links und rechts, neben der Verjüngung wurden Polfiguren erstellt. Vor dem Erzeugen der Polfiguren wurde das Koordinatensystem des EBSD-Gerätes gedreht, um einen Vergleich mit der von A. Hafok aufgenommenen Polfigur von Nickel im Sättigungsbereich [13] zu ermöglichen. Vergleicht man Abbildung 6.5 mit Abbildung 6.7 kann man sehr schön erkennen, dass sich in Kupfer und Nickel die gleiche Textur während der HPT-Verformung einstellt. Die beiden Bilder sind leicht gegeneinander verdreht, da die Kupfer Ermüdungsproben exzentrisch aus der HPT-Scheibe herausgeschnitten wurden. Interessanter ist jedoch der Vergleich zwischen der Polfigur der unveränderten Mikrostruktur (Abbildung 6.5 mit der Polfigur der vergrößerten Körner (Abbildung 6.6). In der Polfigur der vergrößerten Mikrostruktur befinden sich die meisten Körner in den Bereichen, die auch in der unveränderten Mikrostruktur Körner vorhanden sind. Dadurch scheint es unwahrscheinlich zu sein, dass sich während der Verformung eine Vorzugstextur entwickelt. Durch die geringe Anzahl an vergrößerten Körnern kann jedoch keine statistisch signifikante Aussage getroffen werden. Es hat den Anschein, dass bei vielen vergrößerten Körnern die Punkte für einzelne Körner nahe beieinander liegen. Dies kann auf eine niedrige Misorientierung in diesen Körnern hinweisen. Dies deckt sich auch damit, dass in den vergrößerten Körnern mit dem QBSD-Detektor keine Kontrastunterschiede feststellbar sind.

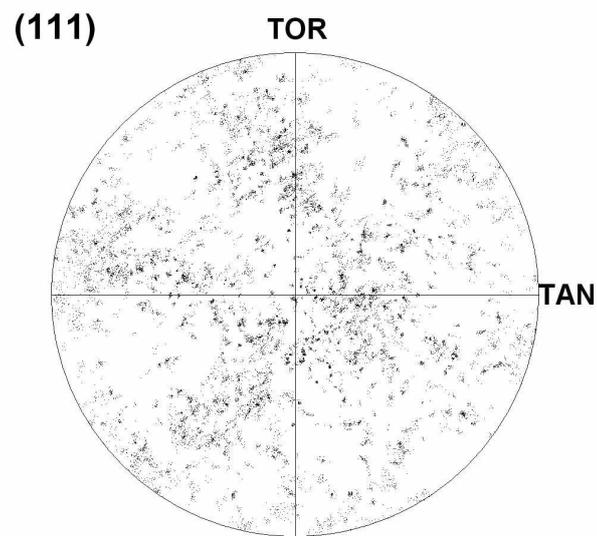


Abbildung 6.5: 111-Polfigur aufgenommen nach Verformung von Probe 3 (unveränderte Mikrostruktur, vgl. Abbildung 5.25c)

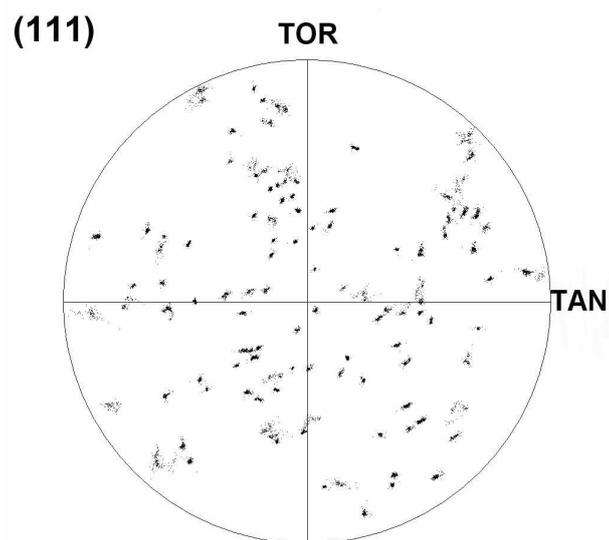


Abbildung 6.6: 111-Polfigur aufgenommen nach Verformung von Probe 3 (vergrößerte Mikrostruktur, vgl. Abbildung 5.25b)

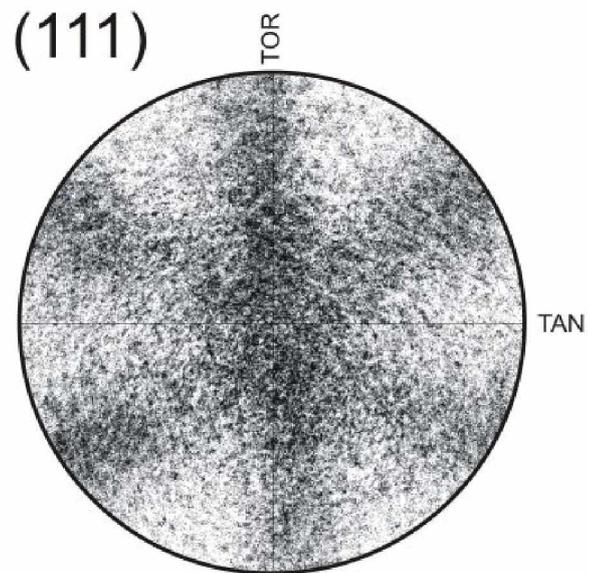


Abbildung 6.7: 111-Polfigur von Nickel im Sättigungsbereich (Vergleichsdehnung,  $\epsilon = 32$ )

## 7 Zusammenfassung

Durch die verbesserte Festigkeit von ultrafeinkörnigen Werkstoffen im monotonen Zugversuch im Vergleich zu Werkstoffen mit konventioneller Korngröße, besteht das Bestreben diese Werkstoffe in technischen Anwendungen zu verwenden. Zum Beispiel im Bereich der Medizintechnik und bei der superplastischen Umformung bieten diese Werkstoffe viele Vorteile. Da Bauteile oft unter zyklischer Beanspruchung stehen, spielen nicht nur die statischen mechanischen Eigenschaften eine Rolle, sondern vor allem auch die Ermüdungseigenschaften. Als eine der aussichtsreichsten Methoden um ultrafeinkörnige Werkstoffe in „bulk“-Form herzustellen gilt die Hochverformung. Durch diese Herstellungsmethoden wird eine hohe Anzahl an Defekten (Versetzungen, Korngrenzen) eingebracht und eine Mikrostruktur fernab vom thermodynamischen Gleichgewicht entsteht. Während dem Einsatz in technischen Anwendungen sind diese Werkstoffe anfälliger gegenüber Änderungen der Mikrostruktur. Zum Beispiel wurde unter zyklischer Belastung selbst bei Raumtemperatur von mehreren Arbeitsgruppen Kornwachstum beobachtet. Da das Gefüge die Gebrauchseigenschaften und die Zuverlässigkeit des Bauteils maßgeblich bestimmen, ist es notwendig Informationen über das Ermüdungsverhalten dieser Werkstoffe zu besitzen.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden die Ermüdungseigenschaften und die Schädigungsentwicklung vom Modellwerkstoff OFHC-Kupfer untersucht. Aus einer OFHC-Kupfer-Scheibe, mittels HPT (engl. high pressure torsion) hergestellt, wurden unter Einsatz eines FIB (engl. focused ion beam) Mikrobiegebalken mit einer Dicke von 5  $\mu\text{m}$  gefertigt. Die Belastung der Mikrobiegebalken erfolgte in-situ im Rasterelektronenmikroskop mit einem Indenter-System der Firma ASMEC. Da die gesamte Probenoberfläche in den Bildausschnitt des Rasterelektronenmikroskops passt, können nicht nur einzelne Bereiche sondern die gesamte Probe genau untersucht werden. Dadurch ist es möglich den Schädigungsbeginn genauer festzustellen. Die Experimente wurden weggesteuert durchgeführt und ein sinusförmiges Weg-Zeit-Signal vorgegeben. Mehrere

Experimente bei verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden im Kurzzeitermüdungsbereich (LCF, engl. low cycle fatigue) wurden durchgeführt. Je nach Probe wurden zwischen 80 und 10000 Lastwechsel aufgebracht. Mit Hilfe der Experimente wurden die mechanischen Ermüdungseigenschaften untersucht und in regelmäßigen Abständen die Schädigungsentwicklung der Proben aufgezeichnet. Ein weiteres Augenmerk wurde auf die Stabilität der Mikrostruktur während der Belastung gelegt, welche in der Literatur mehrfach an makroskopischen Proben untersucht wurde.

Während der Experimente konnte festgestellt werden, dass es auch bei kleineren plastischen Dehnungsamplituden an geometrischen Übergängen und in ausgewählten Körnern schnell zu Kornwachstum kommt. In den gewachsenen Körnern konnten feine Gleitstufen gefunden werden. Die Körner werden während der Belastung aus der Oberfläche herausgedrückt und an den Korngrenzen bilden sich Vertiefungen, die einem Anriss gleichkommen. Bei höheren plastischen Dehnungsamplituden wurden Indizien gefunden, die auf interkristallines Risswachstum hinweisen. Zusätzlich wurde die Mikrostruktur vor und nach den Versuchen mittels EBSD (engl. electron backscatterd diffraction) untersucht, um Informationen über die Orientierung und gegebenenfalls Textur der gewachsenen Körner zu erhalten. Durch die geringe Anzahl von Körnern konnten in diesem Bereich nur qualitative Aussagen getroffen werden.

Weitere Experimente sind notwendig, um die Erkenntnisse über das Verhalten von ultrafeinkörnigen Werkstoffen während Ermüdungsbelastung zu vertiefen. Ob sich die mechanischen Eigenschaften beziehungsweise das Schädigungsbild der Proben bei Verkleinerung der Probengeometrie, ähnlich wie bei einkristallinen Proben, ändern muss noch geklärt werden. Derzeit wird versucht durch Wärmebehandlungen die Ermüdungseigenschaften von ultra-feinkörnigen Werkstoffen einzustellen. Wie dies die Stabilität der Mikrostruktur beeinflusst wurde noch nicht systematisch untersucht.



## 8 Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
$\gamma$	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
$\tau^s$	auf die Gleitebene wirkende Schubspannung
$\epsilon_{el}$	elastische Dehnungsamplitude
$\epsilon_{pl}$	plastische Dehnungsamplitude
$\epsilon_{ges}$	gesamte Dehnungsamplitude
$\epsilon_{RF}$	Randfaserdehnung
$\sigma_{RF}$	Randfaserspannung
ARB	Accumulative Roll Bonding
CSSC	Cyclic Stress Strain Curve
EBSD	Electron Backscattered Diffraction
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
FIB	Focused Ion Beam
HCF	High Cycle Fatigue
HPT	High Pressure Torsion
LCF	Low Cycle Fatigue
LW	Lastwechsel
N	Lastspielzahl
OF	Oxygen Free
OFHC	Oxygen Free High Conductivity
PSB	Persistent Slip Band
QBSD	4 Quadrant Backscattered Electron Detector
R	Spannungsverhältnis
REM	Rasterelektronenmikroskop
SPD	Severe Plastic Deformation
UFG	Ultra Fine Grained

Tabelle 8.1: Verwendete Abkürzungen

# Abbildungsverzeichnis

2.1	Schema HPT . . . . .	6
2.2	HPT-Gerät am Erich-Schmid-Institut . . . . .	7
2.3	Koordinatensystem HPT-Scheibe . . . . .	8
2.4	Spannungs-Dehnungs-Kurve Nickel . . . . .	9
2.5	Spannungs-Dehnungs-Kurve Titan . . . . .	9
2.6	Thermische Instabilität der Mikrostruktur . . . . .	10
2.7	Schema Wöhler-Kurve . . . . .	11
2.8	Schema Dehnungs-Wöhler-Kurve . . . . .	13
2.9	CSS-Kurve von kfz-Einkristallen . . . . .	14
2.10	Typische Versetzungsstrukturen von kfz-Einkristallen . . . . .	14
2.11	Abhängigkeit Ermüdungseigenschaften von Korngröße . . . . .	16
2.12	Unterschiedliche Dehnungswöhler-Kurven CG-UFG . . . . .	17
2.13	Auswirkung von Wärmebehandlung auf Ermüdungseigenschaften (UFG-Werkstoffe) . . . . .	18
2.14	Unterschied dehnungsgesteuerte und spannungsgesteuerte Versuche . . . . .	19
2.15	Korrelation zyklische Entfestigung-Lebensdauer der Probe . . . . .	20
2.16	Scherband UFG-Aluminium . . . . .	21
3.1	Probenherstellung Übersicht . . . . .	24
3.2	Aufbau elektrolytisches Ätzen gesamt . . . . .	25
3.3	Gerät zum Eintauchen der Spitze . . . . .	26
3.4	FIB-Kammer . . . . .	28
3.5	Herstellung des Balkens mittels FIB . . . . .	29
3.6	Endgeometrie Biegebalken . . . . .	30
4.1	REM-Kammer mit Indenter-System . . . . .	32
4.2	Probe mit Greifer vor Versuch . . . . .	33

4.3	Beispiel Software-Einstellungen . . . . .	35
4.4	Unkorrigierte Messdaten mit verlängertem Nulldurchgang . . . . .	35
4.5	Nachgiebigkeit der Spitze . . . . .	36
4.6	Spannungsverteilung in Biegebalken real-linear elastisch . . . . .	39
4.7	Skizze für Berechnung der Randfaserdehnung und Randfaserspannung . . .	40
5.1	Definition Gradienten-Bereich und Schädigungs-Bereich . . . . .	43
5.2	Ausgangsstruktur Schädigungs-Bereich . . . . .	44
5.3	Ausgangsstruktur Gradienten-Bereich . . . . .	45
5.4	Hysteresekurve Blockversuch (Probe 1) . . . . .	47
5.5	Entfestigung durch massive Schädigung (Probe 1) . . . . .	47
5.6	Schädigungsentwicklung während Blockversuch (Probe 1) . . . . .	48
5.7	Extrusions Gradienten-Bereich (Probe 1) . . . . .	49
5.8	Bruchfläche nach Versuch (Probe 1) . . . . .	49
5.9	Hysteresekurven (Probe 2) . . . . .	50
5.10	Riss an Oberfläche (Probe 2) nach 80 LW . . . . .	51
5.11	QBSD-Aufnahme (Probe 2) nach 80 LW . . . . .	51
5.12	Blick unter 45° auf Schädigung (Probe 2) nach 80 LW . . . . .	52
5.13	Hysteresekurven (Probe 3) vor Erhöhung . . . . .	53
5.14	Hysteresekurven (Probe 3) nach Erhöhung . . . . .	54
5.15	QBSD-Aufnahme (Probe 3) Schädigungs-Bereich . . . . .	54
5.16	QBSD-Aufnahme (Probe 3) Schädigungs-Bereich, 180° gedreht . . . . .	55
5.17	Hysteresekurve (Probe 4) . . . . .	55
5.18	QBSD-Aufnahme (Probe 4) . . . . .	56
5.19	Schädigungsentwicklung komplett (Probe 4) . . . . .	57
5.20	Schädigungsentwicklung komplett (Probe 4), 180° gedreht . . . . .	58
5.21	Gleitstufen in einzelnen Körnern (Probe 4) . . . . .	59
5.22	Blick unter 45° auf Schädigung (Probe 4) . . . . .	59
5.23	QBSD-Aufnahmen Kornvergrößerung (Probe 3) . . . . .	61
5.24	QBSD-Aufnahme Übergangsbereich zu Verjüngung (Probe 3) . . . . .	62
5.25	EBSD-Aufnahmen, vergrößerte Mikrostruktur . . . . .	62
5.26	Tiefeprofil (Probe 3) . . . . .	63
6.1	REM-Aufnahme, Oberflächenschädigung . . . . .	67
6.2	REM-Aufnahme, Oberflächenschädigung 2 . . . . .	67

6.3	Modell zur Bildung von Extrusions in UFG-Werkstoffen . . . . .	68
6.4	Frühe Schädigung, Bildung von Extrusions . . . . .	68
6.5	111-Polfigur, Kupfer, unveränderte Mikrostruktur . . . . .	71
6.6	111-Polfigur, Kupfer, vergrößerte Mikrostruktur . . . . .	71
6.7	111-Polfigur, Nickel, im Sättigungsbereich . . . . .	72

# Tabellenverzeichnis

3.1	Zusammensetzung Elektrolyt D2 (Firma Struers) . . . . .	25
5.1	Durchgeführte Versuche . . . . .	42
8.1	Verwendete Abkürzungen . . . . .	76

# Literaturverzeichnis

- [1] H. Mughrabi. Fatigue, an everlasting materials problem - still en vogue. In *Procedia Engineering*, volume 2, pages 3–26, 2010.
- [2] V. Latysh, Gy Krallics, I. Alexandrov, and A. Fodor. Application of bulk nanostructured materials in medicine. *Current Applied Physics*, 6(2):262–266, 2006.
- [3] L. R. Saitova, H. W. Höppel, M. Göken, I. P. Semenova, G. I. Raab, and R. Z. Valiev. Fatigue behavior of ultrafine-grained Ti-6Al-4V 'ELI' alloy for medical applications. *Materials Science and Engineering A*, 503(1-2):145–147, 2009.
- [4] A. V. Sergueeva, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev, and A. K. Mukherjee. Superplastic behaviour of ultrafine-grained Ti-6Al-4V alloys. *Materials Science and Engineering A*, 323(1-2):318–325, 2002.
- [5] L. Kunz, P. Lukáš, L. Panteljev, and O. Man. Stability of ultrafine-grained structure of copper under fatigue loading. In *Procedia Engineering*, volume 10, pages 201–206, 2011.
- [6] D. Kiener, C. Motz, W. Grosinger, D. Weygand, and R. Pippan. Cyclic response of copper single crystal micro-beams. *Scripta Materialia*, 63(5):500–503, 2010.
- [7] Wolfgang Josef Grosinger. Zyklische Plastizität an Mikrobiegeproben. Master's thesis, Montanuniversität Leoben, 2011.
- [8] E. Demir and D. Raabe. Mechanical and microstructural single-crystal bauschinger effects: Observation of reversible plasticity in copper during bending. *Acta Materialia*, 58(18):6055–6063, 2010.

- [9] A. Vorhauer and R. Pippan. On the homogeneity of deformation by high pressure torsion. *Scripta Materialia*, 51(9):921–925, 2004.
- [10] L. Olejnik and A. Rosochowski. Methods of fabricating metals for nano-technology. *Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences*, 53(4):413–423, 2005.
- [11] G. Khatibi, J. Horkey, B. Weiss, and M. J. Zehetbauer. High cycle fatigue behaviour of copper deformed by high pressure torsion. *International Journal of Fatigue*, 32(2):269–278, 2010.
- [12] R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, and A. Bachmaier. *Saturation of fragmentation during severe plastic deformation*, volume 40 of *Annual Review of Materials Research*. Annual Review of Materials Research, 2010.
- [13] M. Hafok. *Aufklärung der Verformungsvorgänge bei der Hochverformung*. PhD thesis, Montanuniversität Leoben, 2007.
- [14] N. Krasilnikov, W. Lojkowski, Z. Pakiela, and R. Valiev. Tensile strength and ductility of ultra-fine-grained nickel processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, 397(1-2):330–337, 2005.
- [15] V. V. Stolyarov, Y. Theodore Zhu, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe, and R. Z. Valiev. Influence of ecap routes on the microstructure and properties of pure ti. *Materials Science and Engineering A*, 299(1-2):59–67, 2001.
- [16] P. K. Jayakumar, K. Balasubramanian, and G. Rabindranath Tagore. Recrystallisation and bonding behaviour of ultra fine grained copper and cu-cr-zr alloy using ecap. *Materials Science and Engineering A*, 538:7–13, 2012.
- [17] S. Suresh. *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, 1998.
- [18] M. Vormwald D. Radaj. *Ermüdungsfestigkeit: Grundlagen für Ingenieure*. Berlin ; Heidelberg ; New York : Springer, 2007.
- [19] H. Mughrabi and H. W. Höppel. Cyclic deformation and fatigue properties of very fine-grained metals and alloys. *International Journal of Fatigue*, 32(9):1413–1427,

2010.

- [20] J. G. Sevillano and J. Aldazabal. Ductilization of nanocrystalline materials for structural applications. *Scripta Materialia*, 51(8 SPEC. ISS.):795–800, 2004.
- [21] H.W.Höppel H.-Z. Ding, H. Mughrabi. A low-cycle fatigue life prediction model of ultrafine-grained metals. *Fatigue Fract Engng Mater Struct*, 25:975–984, 2002.
- [22] A. Vinogradov, Y. Kaneko, K. Kitagawa, S. Hashimoto, V. Stolyarov, and R. Valiev. Cyclic response of ultrafine-grained copper at constant plastic strain amplitude. *Scripta Materialia*, 36(11):1345–1351, 1997.
- [23] S. R. Agnew and J. R. Weertman. Cyclic softening of ultrafine grain copper. *Materials Science and Engineering A*, 244(2):145–153, 1998.
- [24] H. J. Maier, P. Gabor, N. Gupta, I. Karaman, and M. Haouaoui. Cyclic stress-strain response of ultrafine grained copper. *International Journal of Fatigue*, 28(3):243–250, 2006.
- [25] D. Canadinc, T. Niendorf, and H. J. Maier. A comprehensive evaluation of parameters governing the cyclic stability of ultrafine-grained fcc alloys. *Materials Science and Engineering A*, 528(21):6345–6355, 2011.
- [26] Charles C. F. Kwan and Zhirui Wang. The cyclic deformation behavior of severe plastic deformation (spd) metals and the influential factors. *Metals*, 2(1):41–55, 2012.
- [27] H. W. Höppel, Z. M. Zhou, H. Mughrabi, and R. Z. Valiev. Microstructural study of the parameters governing coarsening and cyclic softening in fatigued ultrafine-grained copper. *Philosophical Magazine A*, 82:1781–1794, 2002.
- [28] 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, 2007.
- [29] H.Dankert J. Dankert. *Technische Mechanik; Statik, Festigkeitslehre, Kinematik/Kinetik*. B.G. Teubner Verlag/GWV Fachverlage GmbH, Wiesbaden, 2006.

- [30] M. Goto, S. Z. Han, T. Yakushiji, S. S. Kim, and C. Y. Lim. Fatigue strength and formation behavior of surface damage in ultrafine grained copper with different non-equilibrium microstructures. *International Journal of Fatigue*, 30(8):1333–1344, 2008.