

FAU Forschungen, Reihe B, Medizin, Naturwissenschaft, Technik 7

Johannes Ast

Untersuchung der lokalen Bruchzähigkeit und des elastisch-plastischen Bruchverhaltens von NiAl und Wolfram mittels Mikrobiegebalkenversuchen

Johannes Ast

Untersuchung der lokalen Bruchzähigkeit und des
elastisch-plastischen Bruchverhaltens von NiAl und Wolfram
mittels Mikrobiegebalkenversuchen

FAU Forschungen, Reihe B
Medizin, Naturwissenschaft, Technik
Band 7

Herausgeber der Reihe:
Wissenschaftlicher Beirat der FAU University Press

Johannes Ast

**Untersuchung der lokalen Bruchzähigkeit
und des elastisch-plastischen
Bruchverhaltens von NiAl und Wolfram
mittels Mikrobiegebalkenversuchen**

**Erlangen
FAU University Press
2016**

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek:
Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der
Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind
im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Das Werk, einschließlich seiner Teile, ist urheberrechtlich geschützt.
Die Rechte an allen Inhalten liegen bei ihren jeweiligen Autoren.
Sie sind nutzbar unter der Creative Commons Lizenz BY-NC-ND.

Der vollständige Inhalt des Buchs ist als PDF über den OPUS Server
der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg abrufbar:
<https://opus4.kobv.de/opus4-fau/home>

Verlag und Auslieferung:

FAU University Press, Universitätsstraße 4, 91054 Erlangen

Druck: docupoint GmbH

ISBN: 978-3-944057-51-4 (Druckausgabe)
eISBN: 978-3-944057-52-1 (Online-Ausgabe)
ISSN: 2198-8102

Untersuchung der lokalen Bruchzähigkeit und des elastisch-plastischen Bruchverhaltens von NiAl und Wolfram mittels Mikrobiegebalkenversuchen

Investigation of the local fracture toughness and the elastic-plastic fracture behavior of NiAl and tungsten by means of micro-cantilever tests

Der Technischen Fakultät der
Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg
zur Erlangung des Grades

DOKTOR-INGENIEUR

vorgelegt von

Johannes Ast

aus Stuttgart

Als Dissertation genehmigt von der Technischen Fakultät der
Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg

Tag der mündlichen Prüfung: 03. Februar 2016

Vorsitzender des Promotionsorgans:

Prof. Dr. Peter Greil

Gutachter:

Prof. Dr. Mathias Göken

Prof. Dr. Horst Vehoff

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	5
2	Grundlagen und Literaturüberblick.....	7
2.1	Bruchmechanik	7
2.1.1	Linear-elastische Bruchmechanik	7
2.1.2	Plastische Zone und plastische Dehngradienten an der Risspitze	10
2.1.3	Konzepte der elastisch-plastischen Bruchmechanik.....	15
2.2	Mikroskalige Experimente zum lokalen Bruchverhalten	21
2.2.1	Experimentelle Einflüsse	22
2.2.2	Mikrostrukturelle Einflüsse	24
3	Materialien und Probenpräparation	29
3.1	Intermetallische Phase B ₂ -NiAl.....	29
3.2	Wolfram.....	32
3.3	Probenmaterial und -präparation.....	35
4	Experimentelle Versuchsdurchführung.....	39
4.1	Probenherstellung mittels FIB.....	39
4.2	Einfluss der Probenpräparation mittels FIB.....	43
4.3	In-situ Versuche im Rasterelektronenmikroskop.....	44
4.3.1	Aufbau und Kraftmesssystem.....	45
4.3.2	Digitale Bildkorrelation	46
4.4	Tiefenregistrierende Härteprüfung	48
4.5	Ex-situ Versuche im Nanoindentierungssystem	52
4.6	Finite-Elemente-Modell zum Mikrobiegebalkenversuch.....	57
4.7	Orientierungsmikroskopie.....	61
4.7.1	Physikalische Grundlagen und Auflösung.....	61
4.7.2	Bestimmung von Versetzungsdichten	64

5	Mikrobiegebalkenversuche in NiAl	67
5.1	NiAl-Einkristalle	67
5.1.1	Auswertung nach der LEFM	67
5.1.2	Auswertung mittels CTOD	72
5.1.3	Auswertung mittels J-Integral.....	73
5.1.4	Vergleich der Ergebnisse.....	81
5.1.5	Plastische Zone um die Risspitze	83
5.2	NiAl(Fe)-Einkristalle.....	86
5.2.1	Weiche Orientierung $\langle 110 \rangle \{110\}$	86
5.2.2	Harte Orientierung $\langle 110 \rangle \{100\}$	88
5.3	Vergleich der Ergebnisse von NiAl und NiAl(Fe).....	90
6	Mikrobiegebalkenversuche in Wolfram.....	93
6.1	Ungekerbte Mikrobiegebalken.....	93
6.2	Wolfram-Einkristalle	96
6.2.1	Auswertung nach der LEFM	97
6.2.2	Auswertung mittels CTOD	100
6.2.3	Auswertung mittels J-Integral.....	101
6.2.4	Vergleich der Ergebnisse.....	108
6.2.5	Plastische Zone um die Risspitze	110
6.3	Wolfram-Polykristall	117
7	Zusammenfassung.....	123
8	Anhang	127
8.1	Fehlerrechnung.....	129
8.2	Anisotropie.....	132
	Literaturverzeichnis.....	135
	Verzeichnis der Abkürzungen und Symbole.....	147
	Danksagung	151

Kurzzusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit war es, ein verbessertes Verständnis für die Größenabhängigkeit der Bruchzähigkeit zu gewinnen. Hierfür wurden mittels fokussierter Ionenstrahlen gekerbte Mikrobiegebalken in verschiedenen Größen vom Submikrometerbereich bis hin zu einigen 10 μm in $\text{B}_2\text{-NiAl}$ und Wolfram präpariert. Diese beiden Materialien besitzen charakteristische Spröd-Duktil-Übergänge, die oberhalb der Raumtemperatur liegen. Dies erlaubte es, Bruchvorgänge, welche von begrenzter plastischer Verformung um die Risspitze begleitet werden, auf der Mikroskala zu untersuchen. Neue Methoden zur Beschreibung und Bestimmung des lokalen elastisch-plastischen Bruchverhaltens bzw. der Bruchzähigkeit wurden hierfür erarbeitet. Im Speziellen wurde das J-Integral-Konzept zur Ermittlung von Rissfortschritt über Steifigkeitsmessungen auf die Mikroskala übertragen. Dies ermöglichte eine präzise Analyse des für die Bruchzähigkeit charakteristischen Übergangs von Rissabstumpfung zu stabilem Rissfortschritt.

Die Versuche an einkristallinem NiAl für die beiden untersuchten Rissysteme der *harten* und *weichen* Orientierung ergaben Bruchzähigkeiten, welche in guter Übereinstimmung mit Literaturdaten aus makroskopischen Versuchen sind. Ein Größeneffekt wurde somit auf der untersuchten Skala nicht gefunden. Eine Zugabe von geringen Mengen an Eisen zu den Einkristallen wirkte sich nicht merklich auf die Bruchzähigkeit, jedoch auf den Rissfortschritt und folglich auf die Risswiderstandskurven aus.

Bei Wolfram zeigten Versuche an Einkristallen eine klare Abhängigkeit der Bruchzähigkeit von der Probengröße, wobei die kleinsten Proben rein spröde versagten. Die an Hand von REM-Bildern beobachtete plastische Verformung in den größeren Biegebalken wurde durch EBSD-Messungen quantifiziert. Ebenso wie auf der Makroskala zeigte das untersuchte Rissystem $\langle 100 \rangle \{100\}$ eine Belastungsratenabhängigkeit. So wurde bei größeren Belastungsraten wegen der eingeschränkteren thermischen Versetzungsbeweglichkeit ein spröderes Versagen festgestellt. Untersuchungen an plastisch vorverformten Proben zum Einfluss der Versetzungsdichten auf das Bruchverhalten ergaben die gleichen Bruchzähigkeiten. Allerdings versagten die Proben vorzeitig bei niedrigeren J-Integralen. Diese Tatsache wurde mit der geringen Mobilität der von der Risspitze emittierten

Versetzungen in Folge von starker Kaltverfestigung sowie erhöhter Fließspannung in den Proben erklärt. Experimente an ultrafeinkörnigem Wolfram zeigten, dass die Proben spröder als erwartet versagten. Dies wurde darauf zurückgeführt, dass auf der Mikroskala ein an der Rissfront günstig für Spaltbruch liegendes Korn den Bruchvorgang bereits entscheidend beeinflusst.

Abstract

The objective of this work was to get an improved understanding of the size dependence of the fracture toughness. For this purpose notched micro-cantilevers were fabricated ranging in dimensions from the submicron regime up to some tens of microns by means of a focused ion beam. B₂-NiAl and tungsten were chosen as model materials as their brittle to ductile transition temperatures are well above room temperature. In that way, fracture processes accompanied by limited plastic deformation around the crack tip could be studied at the micro scale. For this size regime, new methods to describe the local elastic-plastic fracture behavior and to measure the fracture toughness were elaborated. Particular focus was set on the J-integral concept which was adapted to the micro scale to derive crack growth from stiffness measurements. This allowed a precise analysis of the transition from crack tip blunting to stable crack growth which is necessary to accurately measure the fracture toughness.

Experiments in single crystalline NiAl showed for the two investigated crack systems, namely the *hard* and the *soft* orientation, that the fracture toughness at the micro scale is the same as the one known from macroscopic testing. Thus, size effects were not found for the tested length scale. The addition of little amounts of iron did not affect the fracture toughness considerably. Yet, it influenced the crack growth in those samples and consequently the resistance curve behavior.

Concerning experiments in single crystalline tungsten, the fracture toughness showed a clear dependency on sample size. The smallest cantilevers fractured purely by cleavage. Larger samples exhibited stable crack growth along with plastic deformation which was recognizable in SEM-micrographs and quantified by means of EBSD measurements. Just as in macroscopic testing, the investigated crack system $\langle 100 \rangle \{100\}$ demonstrated a dependency on loading rate with higher loading rates leading to a more brittle behavior. This is linked to the thermally activated dislocation mobility which is more constrained in those samples. Investigations on plastically predeformed samples were performed in order to study the influence of the dislocation density on the fracture behavior. It was found that the fracture toughness was again not affected but that the predeformed samples failed at an earlier stage at lower J-integrals. This is due to the lower mobility of the dislocations emitted from the crack tip in

consequence of the high amount of strain hardening and the higher flow stress in those samples. Experiments in ultrafine-grained tungsten revealed a fracture behavior which was more brittle than expected. A single grain at the crack front with its crystallographic orientation being prone to cleavage failure can decisively influence the fracture behavior at the micro scale.

1 Einleitung

Die Bruchzähigkeit als bekannter Werkstoffparameter und Materialkonstante beschreibt den Widerstand eines Materials gegen das Versagen durch Bruch bzw. Rissfortschritt. Im Falle metallischer Werkstoffe hängt sie auf der Makroskala vor allem von der Mikrostruktur, also beispielsweise der Korngröße, den Korngrenzen, Poren und auch der Versetzungsdichte ab. Das von dieser Mikrostruktur ausgehende elastisch-plastische Verformungsvermögen beeinflusst konsequenterweise die Bruchvorgänge. Mit den gängigen Konzepten, die für unterschiedliche Belastungsarten rissbehafteter Werkstoffe entwickelt wurden, ist im Wesentlichen eine zuverlässige detaillierte bruchmechanische Charakterisierung von allen Werkstoffklassen möglich.

Es gibt jedoch Anwendungsbereiche, für welche diese Konzepte nicht mehr greifen. Dies ist zum einen dann der Fall, wenn die Dimensionen der zu untersuchenden Bauteile zu klein sind, um an ihnen gemäß den verfügbaren Standards zuverlässige Versuche durchzuführen. Mit der einhergehenden Bauteilminiaturisierung, welche beispielsweise auf dem Gebiet der technischen Sensorik stattfindet, entstehen Bauteilgrößen im Mikrometerbereich. Zur Bestimmung der Bruchzähigkeit und des Bruchverhaltens derartiger Bauteile sind in den meisten Fällen Techniken notwendig, die Versuche auf der gleichen Größenskala ermöglichen. Dies liegt daran, dass eine Extrapolation von Daten aus makroskopischen Versuchen bis zur Mikroskala auf Grund von Größeneffekten verfälschte Werte liefern würde. Größeneffekte treten auf, wenn die von der Mikrostruktur abhängige innere Materiallängenskala im Bereich der Probendimensionen liegt und nicht vernachlässigbar ist [1].

Nicht nur miniaturisierte Bauteile, sondern auch komplex aufgebaute Werkstoffe wie Vielschichtsysteme, die beispielsweise in Flugzeug- und Gasturbinen Verwendung finden, sind hinsichtlich ihrer einzelnen Schichten getrennt zu untersuchen. Hierbei bedarf es neuartiger lokaler Prüfmethoden, die eine zielgenaue Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften und darunter auch der Bruchzähigkeit erlauben [2]. Aber nicht nur die Schichten selbst, in welchen chemische Gradienten auftreten können, sondern auch separate mikrostrukturelle Elemente wie

Korngrenzen, Ausscheidungen oder auch Grenzflächen können nur durch mikromechanische Prüfverfahren getestet werden. Die Ergebnisse aus derartigen Experimenten dienen in der Folge dann unter anderem als wichtige Eingangsparameter für weiterführende Berechnungen.

Wie auch auf der Makroskala versagen Materialien auf der Mikroskala nicht immer ideal-spröde, was im Allgemeinen zu einer erschwerten Berechnung der Bruchzähigkeit führt. Plastische Verformung an der Risspitze und somit die Ausbildung einer plastischen Zone wirken dem Rissfortschritt entgegen. In Folge dessen greifen Methoden der linear-elastischen Bruchmechanik nicht mehr und Konzepte der Fließbruchmechanik sind zur Charakterisierung des Bruchvorgangs anzuwenden.

Ziel dieser Arbeit war es, existierende Methoden der Fließbruchmechanik, welche für makroskopische Proben gelten, zur Beschreibung des elastisch-plastischen Bruchvorgangs auf die Mikroskala anzupassen. Hierfür wurden gekerbte Mikrobiegebalken hergestellt und sowohl ex-situ als auch in-situ im Rasterelektronenmikroskop getestet. Als Modellmaterialien dienten auf Grund ihres begrenzt plastischen Materialverhaltens die intermetallische Phase B₂-NiAl sowie Wolfram. Über Berechnungen der Versetzungsdichten erfolgte im Anschluss eine Analyse des beobachteten Bruchverhaltens an Hand der plastischen Verformung an der Risspitze.

2 Grundlagen und Literaturüberblick

2.1 Bruchmechanik

Mit Hilfe der Bruchmechanik soll ein sicherer Umgang mit Werkstoffen unter Einbeziehung von Spannungskonzentrationen an Materialdefekten wie beispielsweise Rissen und Poren gewährleistet werden. Dabei ist das Bruchverhalten eines rissbehafteten Werkstoffes unter kritischen Belastungen stark abhängig von seinem elastisch-plastischen Materialverhalten. Auf Basis unterschiedlicher Konzepte ist eine detaillierte bruchmechanische Beschreibung möglich.

2.1.1 Linear-elastische Bruchmechanik

Die linear-elastische Bruchmechanik (engl. *linear-elastic fracture mechanics*, LEFM) beschäftigt sich mit dem Bruchverhalten von näherungsweise spröde versagenden Materialien, deren Verhalten mit dem Hooke'schen Gesetz beschrieben werden kann. Mit Hilfe des Modells nach Griffith [3] ist es möglich, die Ausbreitung eines Risses, der sich in einer unendlich ausgedehnten Platte mit homogener Dicke befindet, zu beschreiben. Gemäß der von ihm aufgestellten Energiebilanz tritt dann Rissfortschritt ein, wenn die elastische Verzerrungsenergie W_{el} , die bedingt durch Risswachstum frei wird, größer ist als die Energie W_0 , die zur Schaffung neuer Bruchflächen notwendig ist. Die kritische Energiefreisetzungsrate G_c für einen Riss der Länge $2a$ bei ebenem Spannungszustand (ESZ) ergibt sich zu:

$$G_c = \frac{\pi \sigma_c^2 a}{E} \quad 2.1$$

mit σ_c als der kritischen von außen aufgeprägten Zugspannung und E dem Elastizitätsmodul des Materials. Indem rein elastisches Materialverhalten vorausgesetzt wird, entspricht G_c einem Materialkennwert, welcher ein Maß für die Stärke der Atombindung des untersuchten Materials ist.

Irwin [4] erweiterte die Ideen und führte das Konzept des Spannungsintensitätsfaktors ein. So ist eine gegenüber der Rissgröße unendlich ausgedehnte Platte mit rein elastischem Materialverhalten Spröbruch ausgesetzt, wenn eine kritische Spannung überschritten wird. Die von Westergaard [5] vorgeschlagene Spannungsfunktion, die das Spannungsfeld vor einer Risspitze beschreibt, findet hierbei Einsatz. Der Spannungsintensitätsfaktor K ist abhängig von der Lage des Risses zur Beanspruchungsrichtung und der möglichen Relativbewegung der Rissoberflächen. Wird der Riss durch Normalspannungen beansprucht, so spricht man vom *Modus I*. Demgegenüber stehen *Modus II* (Längsscherung) und *Modus III* (Querschering). Diese Modi sind in Abbildung 2.1 präsentiert.

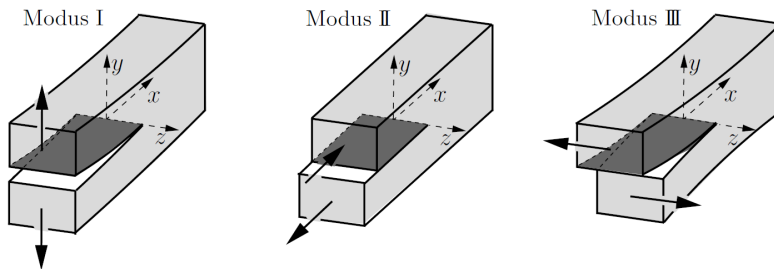


Abbildung 2.1: Verschiedene Modi zur Rissöffnung [6].

Der meist untersuchte und auch bedeutendste hiervon ist jedoch *Modus I*. Für endlich ausgedehnte Platten bzw. Bauteilgeometrien ergibt sich für diesen der Spannungsintensitätsfaktor K_I zu:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \quad 2.2$$

mit f als Geometriefaktor, der eine Korrekturfunktion darstellt, die von der Riss- und der Bauteilgeometrie abhängig ist. Bei letzterer ist insbesondere das Aspektverhältnis a/W entscheidend, wobei W die Bauteilbreite darstellt. Erreicht die auferlegte Normalbeanspruchung die Bruchspannung σ_c , so wird aus K_I direkt K_{Ic} , die Bruchzähigkeit, da die Probe an diesem Punkt versagt. In der Literatur werden für viele Testgeometrien – beispielsweise CT-Proben, Vierpunkt- und Dreipunktbiegeproben – die Lösungsansätze für entsprechende Spannungsintensitätsfaktoren gelistet [7,8]. Für Biegeproben sieht die Norm ASTM E 399 [9] bei ebenem Deh-

nungszustand (EDZ) und für Materialien, die lediglich eine den Proben-
dimensionen gegenüber kleine plastische Zone haben, nachfolgenden
Lösungsansatz vor:

$$K_{LEFM} = \frac{F L}{B W^{3/2}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \quad 2.3$$

wobei F die auf die Probe aufgebrauchte Kraft, L der Hebelarm entspre-
chend der verwendeten Biegegeometrie und B die Probendicke ist. Diese
Größen sind für den Biegebalken in Abbildung 2.2 illustriert.

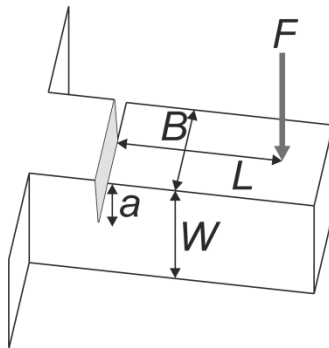


Abbildung 2.2: Schema zur Geometrie des einseitigen Biegebalkens.

In der Norm [9] wird ebenfalls die Vorgehensweise zur Ermittlung der
kritischen Last F_c bestimmt, mit deren Hilfe die Berechnung der Bruchzä-
higkeit erfolgt. Für die jeweils spezielle Biegegeometrie ist die Geometrie-
funktion über Finite-Elemente-Simulationen bestimmbar. So ermittelten
Matoy et al. [10] die Geometriefunktion für den einseitig eingespannten
Biegebalken zu:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = 1,46 + 24,36 \left(\frac{a}{W}\right) - 47,21 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 75,18 \left(\frac{a}{W}\right)^3 \quad 2.4$$

Während der Spannungsintensitätsfaktor eine lokale Größe darstellt, be-
schreibt die Energiefreisetzungsrates das globale Materialverhalten [11].
Beide sind jedoch für linear-elastische isotrope Materialien im Falle des
ESZ direkt miteinander durch folgende Beziehung verknüpft:

$$G = \frac{K_I^2}{E} \quad 2.5$$

Im Falle eines EDZ ist E durch den Term $E/(1 - \nu^2)$, mit ν als die Querkontraktionszahl, zu ersetzen. Jedoch gilt dieser Zusammenhang nicht für elastisch anisotrope Materialien. Die Faktoren $E/(1 - \nu^2)$ im Falle des EDZ und E im Falle des ESZ sind bei Anisotropie durch E_{EDZ}^* bzw. E_{ESZ}^* zu ersetzen. Diese beiden Faktoren berücksichtigen sowohl die elastischen Konstanten des Materials als auch die Lage des untersuchten Rissystems in der Probe. Die Berechnungen unterliegen hierbei der von Sih und Liebowitz [12] entwickelten Theorie zum linear-elastischen Spannungsfeld um eine Risspitze. Die Bruchzähigkeit kann somit über G_c sowie die elastischen Nachgiebigkeiten S_{ij} für einen anisotropen Körper mit kubischer Kristallstruktur berechnet werden:

$$K_{Ic} = (G_c)^{1/2} \cdot S_{ij} = (G_c)^{1/2} \left[\frac{S_{11} S_{22}}{2} \left\{ \left(\frac{S_{22}}{S_{11}} \right)^{1/2} + \frac{2 S_{12} + S_{66}}{2 S_{11}} \right\} \right]^{-1/4} \quad 2.6$$

Formel 2.6 gilt jedoch lediglich für einen entlang seiner kristallographischen Basisvektoren $\langle 100 \rangle$ ausgerichteten Körper. Um somit nicht nur die elastische Anisotropie, sondern ebenfalls die Lage des Risses in Bezug auf die Probenkoordinaten zu ermitteln, ist eine zusätzliche Rotation der Basisvektoren in die jeweils vorliegenden Kristallorientierungen der Proben durchzuführen. Diese Vorgehensweise, wie für das elastisch stark anisotrope Material NiAl die Faktoren E_{EDZ}^* bzw. E_{ESZ}^* bestimmt werden, ist im Anhang in Kapitel 8.2 detaillierter aufgeführt.

2.1.2 Plastische Zone und plastische Dehngradienten an der Risspitze

Bei der linear-elastischen Spannungsanalyse scharfer Risse entstehen theoretisch unendlich hohe Spannungen an der Risspitze. In realen Materialien hingegen sind Spannungen an der Risspitze hauptsächlich deswegen nur begrenzt hoch, da das Material eine plastische Zone entwickelt. Ist diese bezüglich der Proben- und Rissdimensionen relativ klein, so gelten nach wie vor die Gesetze der LEFM. Irwin [4] führte Abschätzungen zur Größe dieser plastischen Zone an Hand der elastischen Spannungsanalyse

durch, indem er die Streckgrenze σ_y des Materials als Grenzfall für plastische Verformung berücksichtigte. Bei Vernachlässigung von Kaltverfestigung ist die Spannungsverteilung vor der Risspitze bis zu einem Abstand $r = r_y$ über eine horizontale Linie charakterisiert, wie in Abbildung 2.3 gezeigt ist.

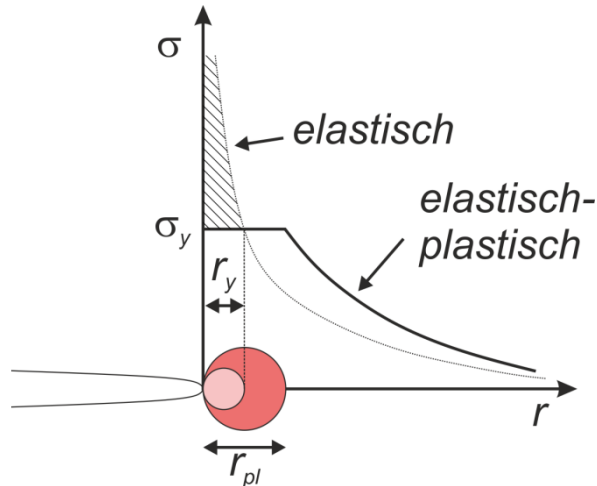


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung nach [11] zur Abschätzung der plastischen Zone. Die schraffierte Fläche zeigt die umzuverteilenden Spannungen an.

Die Spannungssingularität unmittelbar an der Risspitze ist somit quasi abgeschnitten. Bei plastischer Verformung müssen sich die Spannungen neu verteilen, da die in einem rein elastischen Material auftretenden Spannungen von einem elastisch-idealplastischen Material nicht getragen werden können. Konsequenterweise muss sich die plastische Zone – wie analytisch in [11] gezeigt ist – auf das Doppelte vergrößern. Somit gilt bei ESZ für die Größe der plastischen Zone: $r_{pl} = 2 r_y$. Im EDZ wird die plastische Verformung durch den dreiachsigen Spannungszustand stärker unterdrückt und es gilt:

$$r_{pl,EDZ} = \frac{r_{pl,ESZ}}{3} = \frac{1}{3\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad 2.7$$

Drugan et al. [13] berechneten in ihrer Studie die maximal an der Risspitze erreichbaren Normalspannungen für Risse im Modus I im Falle

eines elastisch-idealplastischen Materialverhaltens zu etwa $2,6 \sigma_y$. Den für den EDZ durchgeführten Berechnungen lagen dabei die Formulierungen der konventionellen Plastizitätstheorie zu Grunde. Findet Kaltverfestigung Berücksichtigung, so führt dies zu einer Erhöhung der Fließspannung an der Rissspitze. Jedoch wurde mittels numerischer Studien aufgezeigt, dass die maximale Zugspannung den vier- bis fünffachen Wert von σ_y selbst bei sehr ausgeprägtem Verfestigungsverhalten nicht überschreitet [14]. Demzufolge dürfte die Aufspaltung atomarer Bindungen, die Spannungsniveaus in der Größenordnung von $\sim 10 \sigma_y$ ($\approx E/10$) für die meisten Metalle erwarten lässt, nicht auftreten, sobald sich eine wohl definierte plastische Zone um die Rissspitze ausbildet.

Verschiedene Theorien zur Dehngradientenplastizität haben sich in den letzten Jahrzehnten derartigen Problemstellungen gewidmet. Im Folgenden sollen lediglich die Ausführungen von Fleck und Hutchinson [15–17] in Kürze genauer beleuchtet werden. Dehngradienten erscheinen beispielsweise bei mikroskopischen Härteeindrücken [18,19], Torsionsexperimenten an sehr dünnen Metalldrähten [15] oder Biegeexperimenten an Metallfolien [20]. Aber auch an scharfen Rissspitzen treten Dehngradienten, wie in Abbildung 2.4 (a) dargestellt ist, auf.

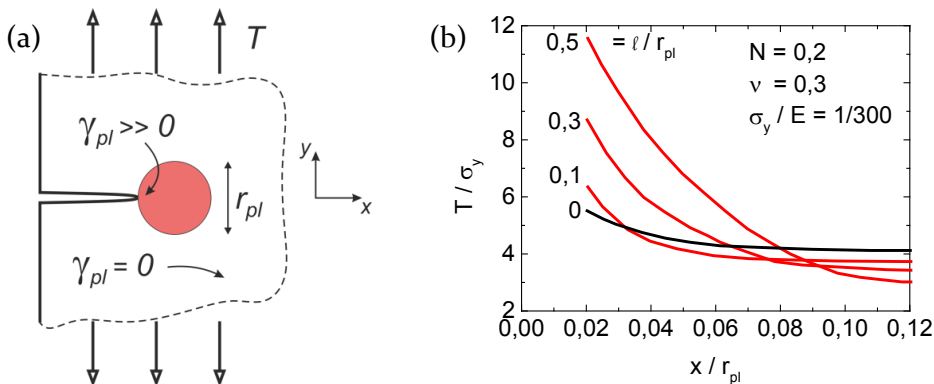


Abbildung 2.4: (a) Schematische Darstellung der plastischen Zone bei Vorhandensein von Gradienten in der plastischen Dehnung nach [15] und (b) auf die Fließspannung normierte Zugspannungen als Funktion des Abstands zur Rissspitze für verschiedene Verhältnisse von materialspezifischer Längenskala zur Größe der plastischen Zone nach [14].

Während sich die Probe nahezu im gesamten Volumen rein elastisch verformt ($\gamma_{pl} = 0$), ergeben sich in der plastischen Zone und hier speziell in

der unmittelbaren Umgebung der Riss Spitze ($\gamma_{pl} \gg 0$) ausgeprägte Gradienten in der plastischen Dehnung. Letztere führen zu der Erzeugung sowie Speicherung von geometrisch notwendigen Versetzungen (engl. *geometrically necessary dislocations*, GNDs). Diese wiederum erhöhen die an der Riss Spitze vorliegenden Normalspannungen signifikant, wie in Abbildung 2.4 (b) aufgezeigt ist. Die Daten sind einer Studie von Wei und Hutchinson [14], die das Risswachstum im stationären Zustand bei EDZ und unter Modus I analysierten, entnommen. Ihr Modell beinhaltet die phänomenologische Materiallängenskala l , die keine Konstante ist, sondern von der Mikrostruktur des Materials abhängt. Ein im Material gemessener Dehngradient ist mit dieser Materiallängenskala zu vergleichen, um festzustellen, ob er einen Effekt auf die Fließspannung hat. Je kleiner l ist, desto geringer wirkt sich der Dehngradienteneffekt auf die Fließspannung und folglich auf den zusätzlichen Verfestigungsbeitrag aus. Ein Dehngradienteneffekt ist dann nicht vernachlässigbar, wenn die erzeugten GNDs in der plastischen Zone einen merklichen Beitrag zu den Zugspannungen T liefern. Dies zeigen die Kurvenverläufe in Abbildung 2.4 (b). Für diese wurde ein Verfestigungsexponent N von 0,2, eine Querkontraktionszahl ν von 0,3 sowie ein Verhältnis von Fließspannung zu Elastizitätsmodul σ_y/E von $1/300$ angenommen. Die schwarz eingezeichnete Kurve symbolisiert hierbei den auf die Fließspannung normierten Verlauf der vorherrschenden Zugspannungen als Funktion des Abstandes von der Riss Spitze. Sie gilt für den Fall der klassischen J_2 -Fließtheorie, in der Dehngradienten keine Berücksichtigung finden und das Material als Kontinuum betrachtet wird. Das Verhältnis von phänomenologischer Materiallängenskala zur Größe der plastischen Zone l/r_{pl} ist folglich gleich Null. Findet l jedoch Berücksichtigung und ist l im Verhältnis zu r_{pl} nicht vernachlässigbar, so ist ein deutlicher Anstieg der vor der Riss Spitze vorherrschenden Zugspannungen zu erwarten, wie die roten Kurvenverläufe zeigen. Diese erhöhten Zugspannungen können das Bruch- und Verformungsverhalten entscheidend beeinflussen.

Auswirkungen auf den Spannungszustand

Bei der Analyse makroskopischer Bruchproben wird sichergestellt, dass die plastische Zone klein gegenüber den Probendimensionen ist. So greifen konventionelle Verformungs- und Bruchtheorien, da unter anderem Gradienteneffekte vernachlässigbar sind. Die plastische Zone darf gemäß der Norm E 399 [9] eine bestimmte Größe nicht überschreiten, um K -kontrollierte Versuche durchzuführen und Bruchzähigkeiten für den EDZ

zu erhalten. Die Angabe ist sehr konservativ gewählt, was an makroskopischen Experimenten überprüft wurde [11]:

$$a, B, (W - a) \geq 2,5 \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right)^2 \quad 2.8$$

Der Spannungszustand beeinflusst je nach Größe der plastischen Zone das Bruchverhalten, wie in Abbildung 2.5 zu erkennen ist. Ist Formel 2.8 erfüllt, so liegt der für dicke Proben typische Normalspannungsbruch vor (EDZ). Bei sehr schmalen Proben hingegen bestimmen die freien Oberflächen, an denen ein ESZ gefunden wird, maßgeblich das durch einen Scherbruch charakterisierte Versagensbild. Im Übergangsbereich variiert das Bruchverhalten der Probendicke entsprechend, da sich beide Zustände überlagern. Der Übergang ist gemäß des Modells nach Broek und Vliet [21] vernachlässigbar für spröde Materialien aber umso ausgeprägter je höher die Bruchdehnung und je niedriger die Fließspannung des Materials ist. Für sehr schmale Proben ist das Bruchverhalten nicht ganz verstanden. Vielen Modellen ist jedoch gemein, dass ein erneutes Abfallen der Bruchzähigkeit wahrscheinlich ist, was auch mit verschiedenen Experimenten bestätigt wurde.

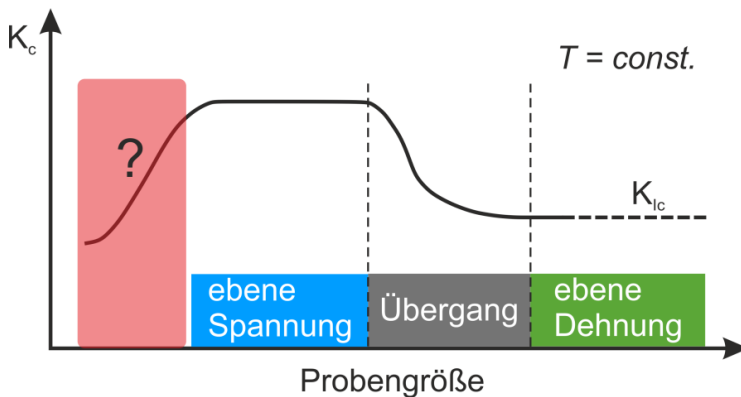


Abbildung 2.5: Schema zum Bruchverhalten und zur Bruchzähigkeit von Materialien in Abhängigkeit von den Probendimensionen nach [11].

Im Falle eines EDZ und eines Normalspannungs- bzw. Spaltbruchs erfolgt typischerweise ein nahezu linearer Kraft-Verschiebungsverlauf im Bruchexperiment. Im Rahmen des Kleinbereichsfließens sind begrenzte plasti-

Anteil δ_{el} und einen plastischen Anteil δ_{pl} aufgeteilt, wie in [23] detaillierter erläutert ist. Es lässt sich im isotropen Fall für den EDZ wie folgt gemäß der sogenannten *Basismethode* formulieren:

$$\delta = \delta_{el} + \delta_{pl} = d_n \frac{K_{Iq}^2 (1 - \nu^2)}{\sigma_Y E} + \frac{r_{pl} (W - a_0) v_{pl}}{r_{pl} (W - a_0) + a_0} \quad 2.9$$

wobei d_n ein dimensionsloser Faktor ist, der gemäß [24] vom Verfestigungsexponenten N und dem Verhältnis aus σ_Y/E , also dem Verhältnis aus Streckgrenze und E-Modul, abhängig ist und a_0 die anfängliche Risslänge charakterisiert. K_{Iq} wird, wie zuvor beschrieben, nach der LEFM gemäß Formel 2.3 ausgewertet. Jedoch hängt der Spannungsintensitätsfaktor von einer charakteristischen Last F_q ab, die gemäß der ASTM Norm E 1290 [22] und entsprechend Abbildung 2.6 (b) definiert ist. Der plastische Rotationsfaktor r_{pl} beträgt nach [11] ca. 0,44 für die SE(B) (engl. *single edge bend*) Probengeometrie und dieser Wert wird auch für die Biegebalken verwendet. Der Spannungswert σ_Y wird als effektive Fließspannung bezeichnet und stellt gemäß der Norm [22] die Hälfte der Summe aus Streckgrenze und Zugfestigkeit dar. Über die aus den Experimenten gewonnen Kraft-CMOD-Daten ist eine Berechnung des plastischen Anteils von CMOD, v_{pl} , mittels einer Hilfsgeraden möglich wie in Abbildung 2.6 (b) dargestellt. In dieser Arbeit kommt einzig die Basismethode [22] zum Einsatz. Für Materialien, die plastische Verformung an der Riss Spitze aufweisen, ist es lediglich ein Näherungsverfahren bei der Berechnung der Bruchzähigkeit, die wie folgt ermittelt wird:

$$K_{Ic,\delta} = \sqrt{\frac{\sigma_Y E \delta_c}{d_n (1 - \nu^2)}} \quad 2.10$$

Für recht spröde versagende Materialien wird δ_c durch das Einsetzen instabiler Rissfortschritts im Experiment charakterisiert, ohne dass zuvor stabiler Rissfortschritt registriert wird. Bei sehr duktilen Materialien wird δ_c über den Beginn eines sich ausbildenden Kraftplateaus bestimmt. Dieses stellt sich auf Grund eines Gleichgewichts zwischen Rissfortschritt (Kraftabfall) und fortschreitender Verfestigung (Kraftanstieg) ein [22]. Zur präzisen Bestimmung von δ_c ist das kompliziertere und in dieser Arbeit nicht verwendete Risswiderstandsverfahren auf die Auswertung anzuwenden.

2.1.3.2 Das J-Integral Konzept

Das zweite und in der Praxis noch häufiger als das CTOD-Verfahren eingesetzte Konzept zur Beschreibung des elastisch-plastischen Bruchverhaltens besteht aus der Berechnung von J-Kontourintegralen. Das Besondere an dem auf Rice [25] zurückgehenden Verfahren ist, dass das J-Integral sowohl als Energiefreisetzungsrate für nicht linear-elastische Materialien als auch als Spannungsintensitätsfaktor betrachtet werden kann.

Im Falle eines linear-elastischen Materialverhaltens folgt: $J = G$. Dabei wird J als pfadunabhängiges Wegintegral Γ definiert, das idealerweise in einem rein elastisch verformten Bereich um die Risspitze liegen sollte, und das wie folgt berechnet wird:

$$J = \int_{\Gamma} \left(W dy - T_i \frac{\partial u_i}{\partial x} ds \right) \quad 2.11$$

Das Konzept sowie die entsprechenden Größen sind in Abbildung 2.7 (a) dargestellt. Die Wegunabhängigkeit erleichtert für eine Vielzahl an Testgeometrien die Berechnungen für entsprechende Wegintegrale, da direkt auf die Probenberandungen als Messgrößen zurückgegriffen werden kann. Materialien mit einer hohen Zähigkeit versagen nicht spontan bei einem festen J bzw. δ , sondern zeigen vielmehr einen ansteigenden Risswiderstand mit ansteigendem Rissfortschritt, wie in Abbildung 2.7 (b) zu erkennen ist. Für Metalle erfolgt typischerweise zu Beginn des Experiments eine Abstumpfung des anfänglich scharfen Anrisses auf Grund von plastischer Verformung. Bei Erhöhung der Belastung entstehen erste Hohlräume vor der Risspitze. Diese wachsen im weiteren Verlauf zusammen, bis sie schließlich so zu einem ersten Rissfortschritt beitragen. Diese charakteristische Stelle gilt es an Hand der Messdaten zu ermitteln, da hier ein kritischer Wert J_c bestimmbar ist, aus dem im Anschluss die Bruchzähigkeit abgeleitet wird.

Vorteilhaft an der Methode gegenüber dem CTOD-Verfahren ist die Tatsache, dass die Fließspannung nicht bekannt sein muss. Diese kann sich auf Grund von Größeneffekten und Dehngradienten an der Risspitze deutlich vom makroskopischen Wert unterscheiden.

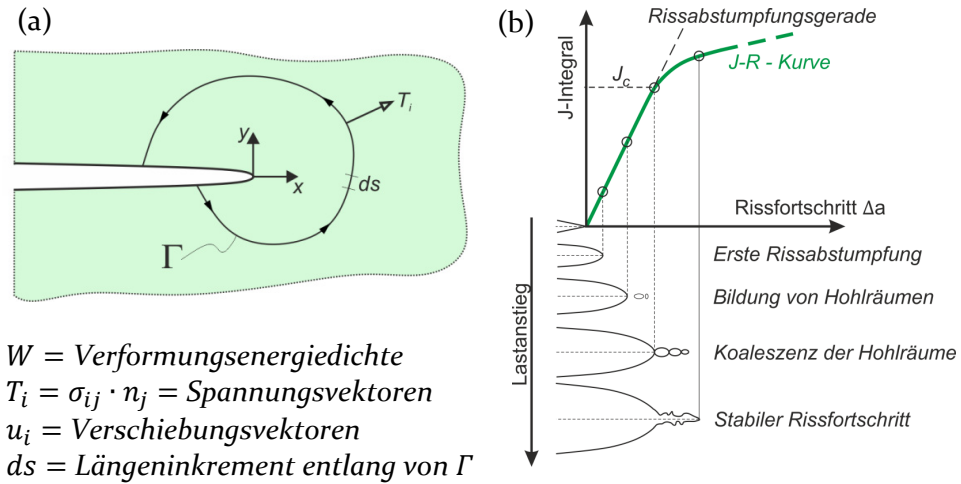


Abbildung 2.7: (a) Schema zum pfadunabhängigen Kontourintegral um eine Risspitze mit den entsprechenden Größen und (b) Zusammenhang zwischen Messdaten und physikalischen Vorgängen beim elastisch-plastischen Bruchvorgang.

Bestimmung des J-Integrals gemäß der Basismethode

Für die SE(B)-Geometrie wird im Falle der Basismethode im ASTM Standard E 1820 [26] nachfolgende Formulierung zur Approximation der Bruchzähigkeit mittels J-Integrale gegeben. Dabei wird J wiederum in einen elastischen und in einen plastischen Anteil getrennt:

$$J = J_{el} + J_{pl} = \frac{K_{Iq}^2 (1 - \nu^2)}{E} + \frac{\eta A_{pl}}{B(W - a_0)} \quad 2.12$$

mit η als Konstante, die für die Biegegeometrie gleich 2 gesetzt wird und A_{pl} der Fläche unter der Kraft-Verschiebungs-Kurve ohne den elastischen Beitrag [26]. Um für die Basismethode ein möglichst genaues J_c zu bestimmen, ist eine Vielzahl von Experimenten zur Charakterisierung des R-Kurvenverhaltens, das auch Risswiderstandsverhalten genannt wird, notwendig. Dies ist allerdings sehr unwirtschaftlich. Die Basismethode soll auf Grund ihrer unkomplizierten Auswertung deshalb als Näherungsverfahren eingesetzt werden.

Die Anwendung der Basismethode ist in Abbildung 2.8 genauer für (a) einen durch Sprödbbruch und (b) einen duktil durch stabilen Rissfortschritt versagenden Werkstoff schematisch präsentiert.

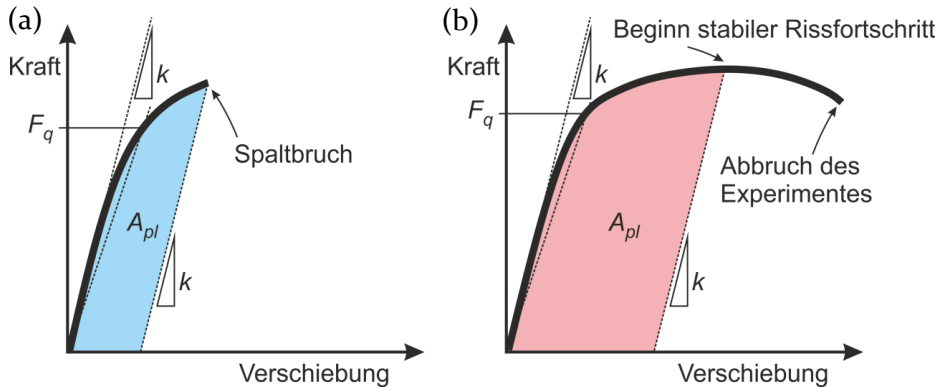


Abbildung 2.8: Schemata zur Bestimmung von A_{pl} für (a) ein durch Sprödbbruch und (b) ein durch stabilen Rissfortschritt versagendes elastisch-plastisches Material.

Ist die Auswertung erfolgreich, so wird der Parameter A_{pl} der kritische entscheidende Faktor zur Ermittlung des plastischen Anteils des J-Integrals. Die Bruchzähigkeit $K_{Ic,J}$ ist für den isotropen Fall sowie EDZ dann direkt über J bestimmbar:

$$K_{Ic,J} = \sqrt{\frac{J E}{(1 - \nu^2)}} \quad 2.13$$

Bestimmung des J-Integrals mittels Risswiderstandsverfahren

In dieser Arbeit wird zusätzlich zur Basismethode das Risswiderstandsverfahren verwendet. Ziel ist es bei der Quantifizierung der Bruchzähigkeit an Hand dieser Methode die Stelle zu lokalisieren, an der stabiler Rissfortschritt einsetzt. Das an diesem Punkt berechnete J-Integral wird dann als J_c bezeichnet, wenn die experimentellen Bestimmungen nach [26] eingehalten sind. Die Bruchzähigkeit $K_{Ic,J}$ ist für den isotropen Fall sowie EDZ wiederum nach Formel 2.13 zu ermitteln. Es gibt die Möglichkeit, den Widerstand gegen Rissausbreitung in einer einzigen Probe an Hand vieler partieller Entlastungen zu bestimmen. Diese Vorgehensweise ist schematisch in Abbildung 2.9 illustriert.

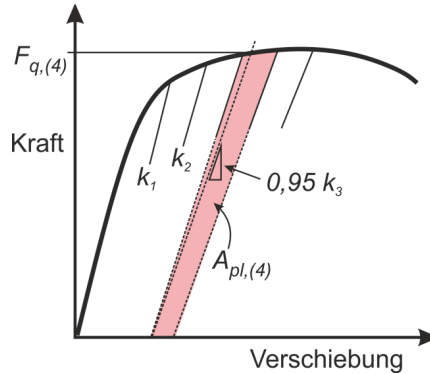


Abbildung 2.9: Beispielhafte Darstellung zur Bestimmung entscheidender Größen bei der Ermittlung des Risswiderstands mittels partieller Entlastungen in einer einzigen Probe.

Für jedes Segment sind die Kräfte $F_{q,(i)}$ sowie die jeweiligen Flächen $A_{pl,(i)}$ zu berechnen. Für das beschriebene Vorgehen ist Formel 2.12 wie folgt abzuändern:

$$J_{(i)} = J_{el,(i)} + J_{pl,(i)} \quad 2.14$$

$$J_{el,(i)} = \frac{(K_{Iq,(i)})^2 (1 - \nu^2)}{E} \quad 2.15$$

$$J_{pl,(i)} = \left[J_{pl,(i-1)} + \frac{\eta(A_{pl,(i)} - A_{pl,(i-1)})}{B(W - a_{(i-1)})} \right] \left[1 - \frac{a_{(i)} - a_{(i-1)}}{(W - a_{(i-1)})} \right] \quad 2.16$$

$K_{Iq,(i)}$ stellt dabei den im Testabschnitt i mittels LEFM entsprechend nach [26] bestimmten Spannungsintensitätsfaktor dar. Die mit dem Subskript $(i - 1)$ gekennzeichneten Größen beziehen sich auf den unmittelbar davorliegenden Testabschnitt. Der zweite Faktor im zweiten Summanden erlaubt eine Berücksichtigung des inkrementell gewachsenen Risses. Dessen Bestimmung ist vor allem auf der Mikroskala deutlich erschwert. Zum einen gibt es die Möglichkeit, die aktuelle Risslänge $a_{(i)}$ über die mitaufgenommenen REM-Bilder auszuwerten, wie beispielsweise von Wurster et al. [27] präsentiert. Es gibt aber auch ein zweites Verfahren, welches in dieser Arbeit auf die Mikrobiegebalken angepasst wurde. Aus den jeweili-

gen Entlastungssegmenten sind die Nachgiebigkeiten $1/k$ zu ermitteln, wobei ein Anstieg in den Nachgiebigkeiten auf einen Rissfortschritt rückgeschlossen werden kann [11]. Dies wird im späteren Verlauf näher erläutert.

Auch das J-Integral-Konzept besitzt gewisse Anforderungen an die Probenabmessungen, um den Versuch als gültig zu erachten. Je nach verwendeter Prüfnorm weichen diese Bestimmungen leicht ab. Im Standard ASTM E 1820 [26] werden sie wie folgt angegeben:

$$B, (W - a_0) \geq \frac{10 J_{limit}}{\sigma_y} \quad 2.17$$

$$(W - a_0)/4 \geq \Delta a_{max} \quad 2.18$$

Im Falle moderater plastischer Verformung zeigte Shih [24], dass zwischen J und δ der Zusammenhang gilt: $J = \sigma_y \delta / d_n$. Dementsprechend sind beide Parameter gleichwertig bei der Charakterisierung des elastisch-plastischen Bruchverhaltens. Sie sollen in dieser Arbeit bei der Bestimmung der Bruchzähigkeit mittels Mikrobiegebalken Verwendung finden.

2.2 Mikroskalige Experimente zum lokalen Bruchverhalten

In den letzten Jahrzehnten haben sich einige mikro- und nanomechanische Testverfahren zur Bestimmung der lokalen mechanischen Werkstoffeigenschaften entwickelt. Viele davon, wie die tiefenregistrierende Härteprüfung [28], Mikrozug- [29,30] und Mikrostauchversuche [31], sind dabei heutzutage etabliert und für das Verständnis mikrostruktureller Vorgänge unverzichtbar. Die Möglichkeit, Proben mittels fokussierter Ionenstrahlen herzustellen, hat dabei geholfen, in den Mikro- und sogar Submikrometerbereich vorzudringen und gleichsam eine Vielfalt an Materialien zu charakterisieren. Neben einer ansteigenden Zahl an Veröffentlichungen zu Mikrobiegeexperimenten, in welchen vorrangig Größeneffekte, das kristallplastische Verhalten auf der Mikroskala sowie dünne Schichten analysiert wurden [32–36], rücken mehr und mehr Mikrobruchexperimente in den Vordergrund. Nur durch sie ist eine lokale Auswertung der Bruchmechanismen möglich. Dabei wurden zur lokalen

Bestimmung der Bruchzähigkeit in den vergangenen Jahren unterschiedliche Techniken entwickelt.

Eine der ältesten von den nanomechanischen Techniken stellt dabei die tiefenregistrierende Härteprüfung dar, bei der über die Auswertung der Risslängen um die jeweiligen Eindrücke direkt auf die Bruchzähigkeit geschlossen wird [37,38]. Jedoch ist dieses Verfahren in der Praxis nicht immer anwendbar. Im Zusammenhang mit dünnen harten Schichten auf nachgiebigen Substraten werden die Ergebnisse von Eigenspannungen, die in den Schichten vorliegen, sowie von der Verformung des Substrats beeinflusst. Aus diesen Gründen haben Sebastiani et al. [39] eine Technik basierend auf der Indentierung von Mikrosäulen entwickelt, die es ihnen erlaubt, diese Probleme zu überwinden und gleichzeitig eine Vielzahl an Proben zu testen. Eine weitere Möglichkeit, dünne und vom Substrat losgelöste Schichten bruchmechanisch zu analysieren, bietet der Bulge-Test, wenn in die zu untersuchenden Membranen Anrisse eingebracht werden [40,41]. Die meisten Untersuchungen zum Bruchverhalten auf lokaler Skala fanden in den vergangenen Jahren jedoch an Hand von Mikrobiegebalken, die hierfür sehr viele Vorteile liefern, statt. Neben einer Studie mit einer als Doppelbiegebalken bezeichneten Geometrie zur Auswertung der Bruchzähigkeit von harten Beschichtungen [42], sind vorrangig Arbeiten mit einem einseitig eingespannten Biegebalken (engl. *cantilever*) entstanden. Im Speziellen beschäftigten diese sich mit diversen *experimentellen* und *mikrostrukturellen* Einflüssen auf das lokale Bruchverhalten sowie die Bruchzähigkeit. Diese sollen im Folgenden thematisch untergliedert genauer betrachtet werden.

2.2.1 Experimentelle Einflüsse

- Probenschädigung durch Präparation mit fokussiertem Ionenstrahl

Die generelle Formgebung der Mikrobiegebalken bei der Präparation mit fokussierten Ionenstrahlen erfolgt gewöhnlich mit seitlich einfallenden Ionen. Es bildet sich so je nach untersuchtem Material eine äußere Schädigungsschicht von ≤ 30 nm aus [43], die somit meist einen vernachlässigbaren Einfluss auf das Materialverhalten hat. Wird jedoch die Kerbe ebenfalls durch einen Ionenstrahl eingebracht, so entsteht der erste Rissfortschritt im geschädigten Bereich. Dieser Umstand bedarf einer kritischeren Betrachtungsweise.

Durch den Vergleich von natürlichen mit mittels Galliumionen geschnittenen Anrissen stellten Wurster et al. [27] in ihren Mikrobiegeversuchen

an einkristallinem Wolfram fest, dass sich die Bruchzähigkeit in derselben Größenordnung befindet. Sie schlossen daraus, dass der Präparationseinfluss durch die Ionen eine untergeordnete Rolle spielt, so lange die geschaffenen Kerben genügend scharf sind. Kupka et al. [44,45] und Iqbal et al. [46] verwendeten seitlich geschnittene Kerben, die den Vorteil haben, dass weniger Schädigung im Kerbgrund entsteht als bei senkrechter Bestrahlung. U-förmige Kerben wurden von Kupka et al. [44,45] eingesetzt, um eine Spannungserhöhung an der zu testenden Korngrenze in einer Al-Legierung zu erzeugen. Bei Iqbal et al. [46] war eine möglichst scharfe Kerbe erwünscht. Es ergaben sich hierfür Kerbradii von ca. 80 nm. Durch das von ihnen beobachtete spröde Bruchverhalten in ihren NiAl-Einkristallen schlussfolgerten sie, dass ein eventueller Schädigungseffekt nicht maßgeblich ist. Auch Jaya et al. [47] sahen bei Versuchen an Silizium keinen Einfluss der Probenherstellung mit hochenergetischen Galliumionen auf die Bruchzähigkeit, da ihre erzielten Werte sehr gut mit makroskopischen Daten übereinstimmten. Ein leicht abgerundeter Anriss ($r < 200$ nm) wirkte sich ihren Untersuchungen zufolge nach auch nicht negativ auf die Ergebnisse aus.

- Anriss- und Probengeometrie

Im Hinblick auf die Anrissgüte und den Einfluss von Galliumionen am Kerbgrund stellten Mueller et al. [48] Nachforschungen mit der *Chevron*-Kerbe an nanokristallinem Aluminiumoxid sowie Quarzglas an. Sie erhielten mit Hilfe von Finite-Elemente-Rechnungen für die beiden Materialien auf präzise Weise Bruchzähigkeiten und sehen einige Vorteile gegenüber anderen Anrissgeometrien. So wird die Bruchzähigkeit bei Vorhandensein eines atomar-scharfen Anrisses bestimmt, der sich in einer schädigungsfreien Umgebung befindet. Außerdem erleichtert die V-förmige Geometrie die Auswertung bei sprödem Rissfortschritt. In der Arbeit von Takashima und Higo [49] wurde eine amorphe Ni-P Schicht untersucht. Dabei untersuchten sie den Effekt eines leicht abgerundeten mittels Ionenstrahl produzierten Anrisses und eines Ermüdungsanrisses in ihren Mikrobiegebalken und fanden erniedrigte Bruchkräfte im Falle der Proben mit Ermüdungsanriss.

Für die Mikroskala gibt es keine vorgegebenen Probengeometrien für die Versuche. Jaya et al. [47] diskutierten deshalb verschiedene Mikrobruchgeometrien bezüglich der Anwendbarkeit. Sie führten entsprechende Experimente an Silizium durch und erhielten dieselbe Bruchzähigkeit für alle Geometrien, woraus sie auf eine prinzipielle Anwendbarkeit der untersuchten Geometrien schlossen. Jedoch fanden sie jeweils Vor- und

Nachteile für die getesteten Strukturen. Für den einseitig eingespannten Biegebalken sind zumindest für das Modellmaterial Silizium ihrer Meinung nach die Aufnahme stabilen Rissfortschritts sowie die Ermittlung von Reibungs- und Kontaktbedingungen problematisch. Neben der Probengeometrie ist auch die experimentelle Versuchsdurchführung in den unterschiedlichen Studien oft verschieden. Mangels Vorschriften sind deshalb mögliche Einflüsse auf das Bruchverhalten auch diesbezüglich genau zu prüfen.

2.2.2 Mikrostrukturelle Einflüsse

- Dünne Schichten

Die erste Anwendung, bei der gekerbte Mikrobiegebalken zur Berechnung der Bruchzähigkeit herangezogen wurden, geht auf Di Maio und Roberts [50] zurück. Sie wendeten dabei die von Weihs et al. [51] erstmals vorgestellte Technik an und erweiterten sie durch die Einführung eines mittels Ionenstrahl eingebrachten Anrisses. So war es ihnen möglich, die Bruchzähigkeit einer Hartmetall-basierten Schicht, losgelöst vom unterliegenden Stahlsubstrat, zu bestimmen. Auch weitere Arbeiten behandelten auf ähnliche Weise mit teils leicht abweichenden Geometrien dünne Schichten wie Armstrong et al. [52], Massl et al. [53] und Matoy et al. [10]. Takashima und Higo [49] fanden für eine amorphe Ni-P Schicht eine bezüglich makroskopischer Versuche erhöhte lokale Bruchzähigkeit. Sie begründeten dies mit der plastischen Zone. Da diese in ihrer Größe konstant bleibt, die Probendimensionen jedoch abnehmen, ist ein Übergang vom Klein- zum Großbereichsfließen in ihren Mikrobalken, welche sich deutlich plastisch verformten, feststellbar.

- Lokale chemische Zusammensetzung

Für die lokale Analyse der bruchmechanischen Eigenschaften von Oxidationsschutzschichten in Nickelbasissuperlegieren führte Webler [2] Mikrobiegebalkenversuche durch. Für die NiAl-Schicht, in der auf Grund von Diffusionsprozessen die lokale chemische Zusammensetzung variiert, wurde der Einfluss der Abweichung von der Stöchiometrie auf die lokale Bruchzähigkeit getestet. Mit zunehmendem Aluminiumgehalt sank die Bruchzähigkeit ab und sprödes Bruchverhalten mit glatten Bruchflächen wurde beobachtet. Bei zunehmendem Nickelgehalt hingegen streuten die Ergebnisse deutlich mehr und plastische Verformung an der Rissspitze ging dem Spaltbruch voraus. Dies führte zu leicht höheren Bruchzähigkei-

ten. Zu ähnlichen Schlussfolgerungen kamen Jaya et al. [54] bei ihren Nachforschungen zu (Pt,Ni)Al Schichten, in denen sie eine Zunahme der Bruchzähigkeit hin zum Substrat, wo die Aluminiumkonzentration niedriger ist, feststellten. Dabei verwendeten sie neben der einseitig auch eine beidseitig eingespannte Biegegeometrie.

- Korngrenzen

Eine der ersten Gruppen, die sich mit dem bruchmechanischen Verhalten einzelner Korngrenzen auf der Mikroskala beschäftigten, waren Armstrong et al. [55–57]. Mit den von ihnen präparierten Mikrobiegebalken führten sie beispielsweise Versuche an unterschiedlich zur Längsachse ausgerichteten Korngrenzen in Stahl durch. Durch eine vorangegangene definierte Wärme- und Ätzbehandlung war so eine Untersuchung des lokalen Spannungsrisskorrosionsverhaltens möglich. In einer weiteren Studie [57] beschäftigten sie sich mit oxidierten Korngrenzen in einer Nickellegierung. Die so durchgeführten mechanischen Tests, die von weiteren Charakterisierungsverfahren begleitet wurden, erlaubten ein tieferes Verständnis des Risswachstums an diesen Korngrenzen. Auch Kupka et al. [44,45] beschäftigten sich mit dem Bruch einzelner Korngrenzen. An Hand von simulierten und experimentellen Biegebalkenversuchen quantifizierten sie das anisotrope elastisch-plastische Bruchverhalten in einer Aluminiumlegierung. Sie fanden relativ sprödes Versagen, das im Allgemeinen durch die Präparation mit Gallium noch intensiviert wird. Für das gleiche Material führten sie zum besseren Verständnis des Verformungsverhaltens der in der Korngrenzumgebung befindlichen Körner und zum Einfluss der Struktur der Korngrenze Finite-Elemente-Rechnungen durch. So waren sie in der Lage, das kombinierte Verformungs- und Bruchverhalten detailliert zu beschreiben.

- Grenzflächen

Schaufler et al. [58] beschäftigten sich neben der Bruchzähigkeit von Grenzflächen auch mit der Haftfestigkeit amorpher wasserstoffhaltiger Kohlenstoffschichten auf einer gradierten Chromschicht. An Hand von gekerbten und ungekerbten Biegebalken schlossen sie auf die Qualität der untersuchten Schichtsysteme, wobei gut haftende Schichten durch eine entsprechend höhere Haftfestigkeit bzw. Bruchzähigkeit charakterisiert wurden. Einen sehr ähnlichen Ansatz wählten Matoy et al. [59], die die Grenzflächen verschiedener Siliziumoxid-Metall-Systeme untersuchten. Über die maximale Biegespannung beim Bruch sowie durch die Kenntnis der Größe der zuvor eingebrachten Defekte an der Grenzflächenoberseite,

bestimmten sie experimentell und über Simulationen die kritischen Energiefreisetzungsraten. Im Gegensatz zu den beiden beschriebenen Studien analysierten Hirakata et al. [60] das elastisch-plastische Bruchverhalten an einer Kupfer-Silizium-Grenzfläche. Das Delaminationsverhalten und die Spannungsverteilungen an der Grenzfläche wurden außerdem mittels Finite-Elemente-Rechnungen charakterisiert. Über ein makroskopisches Vergleichsmodell mit Anriss wurde außerdem für die entsprechende Grenzfläche eine Bruchzähigkeit mittels J-Integral berechnet. Ähnlich wie in der Arbeit von Halford et al. [61] studierte Iqbal [62] das mikroskalige Verformungs- und Bruchverhalten von TiAl. Dabei nutzte er die Biegebal-kentechnik, um die einzelnen Phasen bzw. die Grenzflächen in diesen lamellaren Strukturen bruchmechanisch zu prüfen. Auf Grund des nicht zu vernachlässigenden plastischen Anteils in den Versuchen verwendete er das J-Integral-Konzept.

- Anisotropie im Bruchverhalten

Für die intermetallische Phase B₂-NiAl stellten Iqbal et al. [46] Berechnungen mittels LEFM zur lokalen Bruchzähigkeit in unterschiedlich orientierten Einkristallen an. Die berechneten Bruchzähigkeiten sind deshalb genauso groß wie die makroskopisch ermittelten, da die örtliche Fließspannung um die Risspitze sehr hoch ist und sich die plastische Zone stärker begrenzt. Zum besseren Verständnis der Bruchmechanismen bei Wolfram führten Schmitt et al. [63] und Bohnert et al. [64] Experimente und Simulationen zur Bruchzähigkeit an einkristallinen Proben durch. Ähnlich wie bei makroskopischen Experimenten an gleich ausgerichteten Einkristallen [65] zeigten ihre Ergebnisse einen deutlichen Einfluss von der Kristallorientierung auf die plastische Verformung in ihren Proben. Über die J-Integral-Methode sowie das Risspitzenöffnungsverfahren untersuchten Wurster et al. [27] den Einfluss der Lage des vorliegenden Riss-systems zur Spaltbruchfläche {100} in einkristallinem Wolfram. Dabei erhielten sie eine ansteigende Bruchzähigkeit mit zunehmender Abweichung der Riss- von der Spaltbruchfläche. Die Autoren konnten zeigen, dass die LEFM die Bruchzähigkeit deutlich unterschätzt, und dass sich nur durch das schwierig auszuwertende R-Kurvenverhalten das Bruchverhalten beschreiben lässt.

Motivation und Aufgabenstellung für diese Arbeit

Gerade in Hinsicht auf Materialien, die eine nicht vernachlässigbare plastische Zone ausbilden, können die Bruchmechanismen und die -zähigkeit auf der Mikroskala nicht mit Standardmodellen und -methoden beschrieben bzw. berechnet werden. Der Kern dieser Arbeit stellt somit die sorgfältige Anpassung bestehender Konzepte der EPFM zur lokalen Charakterisierung der Bruchvorgänge dar. Zur besseren Vergleichbarkeit mit Literaturdaten fand der Großteil aller Untersuchungen an einkristallinem B₂-NiAl bzw. Wolfram statt. Stichpunktartig sind in Kürze die wichtigsten Punkte dieser Arbeit angeführt.

Experimentelles:

- Optimierung der Anrissgüte für die mittels Ionenstrahl geschnittenen Strukturen
- Charakterisierung der plastischen Verformung an der Rissspitze mittels Orientierungsmikroskopie
- Ableitung der Rissinitiierung und des Rissfortschritts aus den Experimenten über in-situ Beobachtungen sowie das R-Kurvenverhalten
- Abschätzung der bei der Präparation durch die implantierten Galliumionen verursachten Schädigungszone auf die Messergebnisse

Materialverhalten:

- Überprüfung des Einflusses der Belastungsrate und der plastischen Vorverformung auf das Bruchverhalten
- Studium von Größeneffekten über die Variation der Biegebalkendimensionen
- Untersuchung von Anisotropie in der Bruchzähigkeit durch Testen von Einkristallen mit verschiedener kristallographischer Orientierung
- Ermittlung des Einflusses von Korngrenzen auf das Bruchverhalten

3 Materialien und Probenpräparation

Die Materialien B_2 -NiAl und Wolfram sind zwei bezüglich ihrer mechanischen Eigenschaften detailliert untersuchte Modellwerkstoffe. Zur Vergleichbarkeit mit Literaturdaten bezüglich der Bruchzähigkeit sowie des Verformungsverhaltens macht es deshalb Sinn, sie für die Mikrobiegebalckenversuche heranzuziehen.

3.1 Intermetallische Phase B_2 -NiAl

Die geordnete kubische B_2 -Phase vom Typ CsCl besteht aus zwei ineinander geschachtelten kubisch primitiven Elementarzellen, wie in Abbildung 3.1 (a) gezeigt.

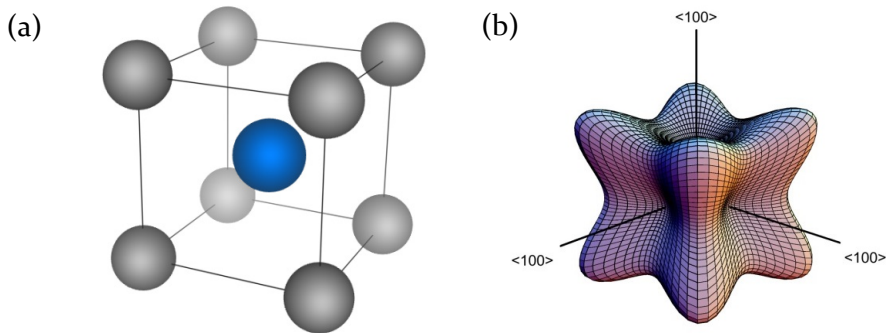


Abbildung 3.1: (a) Elementarzelle von B_2 -NiAl, wobei an den Eckpositionen die Ni-Atome sitzen und auf der raumzentrierten Stelle das Al-Atom und (b) richtungsabhängiger E-Modulkörper von NiAl aus [66].

Die B_2 -Phase ist die einzige in dieser Arbeit untersuchte Struktur aus dem Phasendiagramm von Nickelaluminium. Daher ist im Folgenden stets diese Phase, welche kurz NiAl genannt wird, gemeint. Die Bindungen dieser Phase haben gemäß Untersuchungen zu Elektronendichten sowohl einen metallischen als auch kovalenten Anteil [67]. Liegt NiAl in der stöchiometrischen Zusammensetzung – hier ist der Anteil von Ni- sowie

Al-Atomen gleich hoch – ist der Schmelzpunkt am höchsten und beträgt 1638 °C bei einer Dichte von lediglich 5,85 g/cm³ [68,69]. Die Gitterkonstante beträgt bei Raumtemperatur für den stöchiometrischen Fall 0,2887 nm, jedoch ist sie stark vom Ni/Al-Verhältnis abhängig [70].

Mechanische Eigenschaften

Da lediglich Einkristalle untersucht wurden, sind im Folgenden ebenfalls nur Studien zu den mechanischen Eigenschaften von NiAl-Einkristallen zusammengetragen. Diesbezüglich zeigt NiAl eine nicht vernachlässigbare elastische Anisotropie, wie in Abbildung 3.1 (b) zu erkennen ist. Der experimentell von Rusovic et al. [69] ermittelte Anisotropiefaktor beträgt in etwa 3,74. Die elastischen Konstanten bei Raumtemperatur sind in Tabelle 3.1 aufgelistet. Für die in dieser Arbeit verwendeten Rissysteme, die in Kapitel 3.3 dargestellt sind, sind je nachdem, ob ESZ oder EDZ vorliegt, ebenfalls die zugehörigen charakteristischen Moduli E^* angegeben. Die genaue Berechnung dieser Moduli ist im Anhang in Kapitel 8.2 näher erläutert.

Tabelle 3.1: Elastische Konstanten von NiAl nach [69] zur Berechnung von E_{EDZ}^* und E_{ESZ}^* für die weiche und harte Orientierung sowie für die hier verwendeten Rissysteme.

C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	E_{EDZ}^* (GPa)		E_{ESZ}^* (GPa)	
			weich	hart	weich	hart
199	137	116	170	195	125	151

Findet die Belastung entlang der <100>-Achse statt, wird in der Literatur von einer *harten* Orientierung gesprochen [68]. Ansonsten wird von *weichen* Orientierungen berichtet, da hier die plastische Verformung bei Raumtemperatur und darunter von <100>-Versetzungen getragen werden kann [71]. Für den Fall der harten Orientierung entfällt jedoch die aufgelöste Schubspannung auf die <100>-Versetzungen. Konsequenterweise werden bei deutlich höheren aufgelösten Schubspannungen erst <111>-Versetzungen aktiv, wie von Field et al. [72] oder Loretto und Wasilewski [73] in Druckversuchen gefunden wurde. Hierbei ergeben sich sehr hohe Fließspannungen von bis zu 1400 MPa bei Raumtemperatur. Für Zugversuche hingegen wird eine ausgeprägte Sprödigkeit für beide Orientierungen unterhalb des Spröd-Duktil-Übergangs (engl. *brittle-ductile transition*, BDT), der für NiAl zwischen ca. 320 °C und 370 °C liegt [72,74],

festgestellt. Für die harte Orientierung wird bis nahezu 320 °C keine plastische Verformung bei Bruchspannungen von 1200 MPa bis zu 1400 MPa beobachtet. Für verschiedene weiche Orientierungen werden bei Raumtemperatur Streckgrenzen bis zu ~210 MPa bei weniger als 1% plastischer Dehnung bestimmt [72,75,76]. Genau wie für die harte Orientierung gilt auch für die weichen Orientierungen, dass erst ab etwa 320 °C plastische Dehnungen präzise ermittelt werden können. Durch die Zugabe von geringen Mengen an Legierungselementen wie Eisen, Molybdän oder Gallium (zwischen 0,1-0,25 at%) wurde von Darolia et al. [77] eine Erhöhung der Duktilität bei an Raumtemperatur durchgeführten Zugversuchen gefunden. Die durch das Mikrolegieren bewirkte Herabsetzung der hohen Ordnungsenergie von NiAl unterstützt Gleitprozesse und erhöht somit die plastische Verformung.

In der Literatur finden sich zahlreiche bruchmechanische Untersuchungen an einkristallinen makroskopischen NiAl-Proben, aus welchen wiederum das markante Anisotropieverhalten von NiAl erkennbar ist. So liegt die experimentell bestimmte Bruchzähigkeit für die weiche Orientierung bei Raumtemperatur zwischen 2-3 MPa·m^{1/2} [66,78] und 5 MPa·m^{1/2} [79]. Diese Spanne zeigt, dass die Ermittlung der Bruchzähigkeit bei NiAl von der Prüfmethodik – und hier insbesondere von der Beschaffenheit des Anrisses – abhängig sein kann und Stöchiometrieeffekte und Verunreinigungen berücksichtigt werden müssen [79]. Aus diesem Grunde wird der von Bergmann et al. [78] angegebene Wert von ~2 MPa·m^{1/2} als Referenz für diese Arbeit genommen. Hier wurden mittels einer besonderen Druckermüdungs-Technik scharfe Anrisse in große, den Kriterien des ASTM Standards E 399 entsprechende Vierpunktbiegeproben erzielt. Überdies liegt die chemische Analyse der hochreinen stöchiometrischen Einkristalle genau vor. Über theoretische *first-principles* Berechnungen zur Spaltbruchenergie von Yoo und Fu [80], in denen der Einfluss von Plastizität nicht zum Tragen kommt (T = 0 K), ist eine Ermittlung der bevorzugten Spaltbruchflächen für Übergangsmetall-Aluminide möglich. Für NiAl sind dies die {110}-Flächen und Bruchzähigkeiten von knapp unter 1 MPa·m^{1/2} wurden für entsprechende Rissysteme im Falle von ideal-spröden Einkristallen berechnet.

Für die harte Orientierung wird eine erhöhte Bruchzähigkeit von 6,4 MPa·m^{1/2} [81], welche über das CTOD-Verfahren für Vierpunktbiegeproben quantifiziert wurde, angegeben. Werte reichen aber auch bis zu ~9 MPa·m^{1/2} [82]. Die Anisotropie in der Bruchzähigkeit ist auf die hohe Ordnungsenergie von NiAl zurückzuführen, die zu bevorzugten Spaltbruchflächen führt. Je weiter die Rissebene von der Spaltbruchebene

entfernt liegt, desto höher ist die Bruchzähigkeit. Des Weiteren führt die Zugabe des Legierungselementes Eisen von 0,14 Gew.-% sowohl in der weichen als auch in der harten Orientierung zu einer leichten Erhöhung der Bruchzähigkeit für Experimente bei Raumtemperatur [83].

3.2 Wolfram

Das kubisch-raumzentrierte (krz) Übergangsmetall Wolfram wurde ebenfalls ausgiebig in Hinsicht auf die mechanischen Eigenschaften untersucht. Wiederum sollen im Folgenden die für diese Arbeit relevanten Ergebnisse in Kürze für Ein- sowie Polykristalle zusammengefasst werden. Auf Grund seiner nahezu perfekten elastischen Isotropie sind lediglich der E-Modul von 411 GPa und die Querkontraktionszahl ν von 0,28 zur Bestimmung der Bruchzähigkeit bezüglich der elastischen Konstanten zu kennen. Die Dichte liegt bei 19,3 g/cm³ unter Normalbedingungen, die Schmelztemperatur ist mit 3420 °C überdurchschnittlich hoch auf Grund der kovalenten Atombindung und die Gitterkonstante beträgt bei Raumtemperatur 0,3165 nm.

Einkristalle

Die von Argon und Maloof [84] aus Zugversuchen an einkristallinem Material mit niedrigem Verunreinigungsgehalt erhaltenen Daten zeigen eine ausgeprägte Dehnraten- und Temperaturabhängigkeit. Für eine niedrige Dehnratenrate von 10^{-4} /s, bei der sich die Dehnratenempfindlichkeit nicht mehr entscheidend auf die Fließspannung auswirkt, erhielten sie eine Streckgrenze von ~230 MPa und eine hohe Verfestigungsrate für <100>-ausgerichtete Proben bei Raumtemperatur. Die Autoren bestimmten so eine Zugfestigkeit von nahezu 900 MPa und wiesen hierfür Gleitsysteme vom Typ {110}<111> sowie {112}<111> nach.

Bezüglich seines Verformungs- und Bruchverhaltens am BDT wurde Wolfram von Riedle und Hartmaier in ihren Dissertationen durch Experimente bzw. Simulationen detailliert erforscht [65,85]. Riedle führte Dreipunktbiegeversuche an gekerbten Proben durch und untersuchte den Einfluss der Temperatur und der Belastungsrate auf den BDT. Dabei fand er für eine vorgegebene Kristallorientierung der Probe eine Verschiebung des BDT hin zu höheren Temperaturen für größer werdende Belastungsraten. Jedoch sank die Bruchzähigkeit ebenfalls mit steigender Belastungsrate für eine beliebige konstant gehaltene Temperatur im Bereich bis zum BDT. Erklärt wurde dies über die Versetzungsmobilität, die in

diesem Regime der vorherrschende Faktor ist [86]. Ist im Gegensatz hierzu die thermische Aktivierung von Versetzungsquellen nicht gegeben bzw. sind zu wenige aktive Quellen vorhanden, so ist die Nukleation von Versetzungen der entscheidende Faktor.

Des Weiteren beeinflusst die kristallographische Ausrichtung mit einem entsprechend veränderten Rissystem die Bruchzähigkeit sowie den BDT. Dies zeigt, dass der intrinsische Spaltbruchvorgang stark anisotrop ist. Proben mit einer $\{110\}$ -Rissebene ergaben beispielsweise eine höhere Bruchzähigkeit als Proben mit $\{100\}$ -Rissebene [87–89]. Die Autoren erläuterten dies mit dem sogenannten *lattice trapping* - Effekt. Dieser besagt, dass der beim Bruchprozess fortschreitende Riss auf Grund des diskontinuierlichen Kristallgitters „eingefangen“ wird [90]. Dies führt zu der Erklärung weshalb die Anisotropie im Spaltbruchverhalten bei Wolfram nicht von der thermodynamischen Theorie von Griffith für den Spröbruch [3] erklärt werden kann. Die Theorie unterschätzt die Bruchzähigkeit folglich. So stellen die $\{100\}$ -Ebenen trotz ihrer gegenüber den dichtest gepackten $\{110\}$ -Ebenen erhöhten Oberflächenenergie die bevorzugten Spaltbruchflächen dar.

Bei Versuchsreihen zum Einfluss plastischer Vorverformung auf die Bruchzähigkeit wurde bei sehr niedrigen Temperaturen (ca. -200 °C) eine gegenüber nicht vorverformten Proben erhöhte Bruchzähigkeit gemessen. Dies wird von den Autoren damit erklärt, dass die in der Umgebung der belasteten Risspitze befindlichen Versetzungen als Quellen für neue Versetzungen wirken. Letztere sorgen für eine Abschirmung der Risspitze und folglich eine höhere Bruchzähigkeit. Eine Umkehr dieses Effekts wird jedoch mit ansteigender Temperatur beobachtet. In diesem Bereich wirken sich die durch Kaltverfestigung erhöhte Fließspannung sowie die begrenzte Versetzungsmobilität negativ auf die Bruchzähigkeit aus. Der BDT wird dabei zu höheren Temperaturen verschoben [86].

An Hand diskreter Versetzungsmodelle konnte Hartmaier [85] die beschriebenen experimentellen Ergebnisse von Riedle an Wolfram genauer beleuchten. So wird dargestellt, dass die Risspitzenplastizität als mikroplastische Verformung zu betrachten ist, bei der nicht die Schraubenversetzungen – wie sonst üblich in kubisch-raumzentrierten Massivmaterialien – die Träger der plastischen Verformung darstellen. Würden lediglich Schraubenversetzungen betrachtet werden, so würde die Bruchzähigkeit im Temperaturbereich unterhalb des BDT stark unterschätzt werden. Ihre Bewegung durch das Kristallgitter bedarf einer sechsmal größeren thermischen Aktivierungsenergie von ungefähr $1,8\text{ eV}$ gegenüber Nicht-Schraubenversetzungen.

Hartmaier und Gumbsch [91] stellten weitere Berechnungen zur Aktivierungsenergie des BDT an. Dabei bemerkten sie, dass selbst für Materialien wie Wolfram mit einem Spannungsexponenten $m \neq 1$ und selbst bei einer Temperaturabhängigkeit des Spannungsexponenten die Aktivierungsenergie für den BDT konstant ist. Sie ist identisch mit den experimentell ermittelten Werten für Versetzungsgleiten. In einer weiteren Arbeit bearbeiteten die gleichen Autoren die Fragestellung, ob die von außen auf die Probe aufgeprägte Belastungsrate in die unmittelbare Umgebung der Risspitze als Dehnrates oder Spannungsintensitätsfaktorrate übermittelt wird [92]. Es ist hierbei bekannt, dass eine an der Risspitze erzeugte Versetzung durch das von ihr geschaffene elastische Spannungsfeld die Risspitze abschirmt und zu einer Verringerung des lokalen Spannungsintensitätsfaktors führt [93]. Erst wenn sie sich von der Risspitze fortbewegt und die äußere Last weiter erhöht wird, steigt der lokale Spannungsintensitätsfaktor weiter an.

Polykristalle

Margevicius et al. [94] untersuchten das Bruchverhalten und die Bruchzähigkeit für rundgehämmerte polykristalline Wolframproben bei -200 °C und Raumtemperatur. Die Körner zeigten dabei eine ausgeprägte Textur in Längsrichtung der extrudierten Stäbe auf. Dies führte zu vorwiegend transgranularem Versagen auf den $\{110\}$ -Spaltbruchflächen, wenn die Probenlängsachse ebenfalls in Längsachse der Stäbe gewählt wurde. Für derartige Proben wurden bei Raumtemperatur Bruchzähigkeiten von etwa $12,6\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ errechnet, wohingegen für Proben, die quer zur Extrusionsrichtung präpariert wurden, lediglich etwa $8,0\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bestimmt wurden. Bei letzteren Proben fand primär intergranulares Bruchverhalten entlang der elongierten Körner statt. Die Autoren folgerten aus dem Vergleich der Versuche bei den beiden unterschiedlichen Temperaturen, dass sich für die Polykristalle anders als für Einkristalle im untersuchten Temperaturbereich plastische Verformung nicht maßgeblich auf die Bruchzähigkeit auswirkt.

Die Arbeiten von Rupp et al. [95,96] lieferten sehr ähnliche Ergebnisse. An Hand von gesintertem und anschließend gewalztem Material wurden mittels in-situ Dreipunktbiegeversuche drei bezüglich des texturierten Materials verschiedene Rissfrontorientierungen untersucht. Für Versuche bei Raumtemperatur fanden sie genau wie Margevicius et al. [94] eine erhöhte Bruchzähigkeit mit etwa $13,3\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ für die Proben, deren Längsachse parallel zur Walzrichtung war. Für die anderen beiden Probenorientierungen werden Werte um die $8,2\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ angegeben. Unab-

hängig von der Orientierung zeigten alle Proben sprödes Verhalten. Der Einfluss der Belastungsrate ergab, dass selbst wenn der Einfluss der Belastungsrate lediglich für zwei der drei Probenorientierungen gegeben war, die errechneten Aktivierungsenergien für den BDT sehr gut mit denen von Einkristallen übereinstimmten [91]. Die Autoren schlossen hieraus, dass die Verformungsmechanismen am BDT dieselben sind.

Auch Gludovatz et al. [97] fanden, dass insbesondere die durch das Herstellungsverfahren (beispielsweise Sintern, Schmieden oder Tiefziehen) eingestellte Mikrostruktur einen großen Einfluss auf die Bruchzähigkeit sowie die -mechanismen unterhalb des BDT haben. Für polykristallines Reinmaterial erhielten sie deshalb für die Bruchzähigkeiten eine große Spanne zwischen $5,1 - 35,1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bei Raumtemperatur für verschiedene Testgeometrien. Über das Verfahren der Ultrahochverformung (engl. *severe plastic deformation*, SPD) war es Faleschini et al. [98] möglich die Raumtemperatursprödigkeit von ultrafeinkörnigem Wolfram mit einer Korngröße von ca. $\sim 300 \text{ nm}$ von zu Beginn etwa $5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (gesintert) auf bis zu $20\text{-}30 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ je nach Verformungsgrad zu erhöhen.

3.3 Probenmaterial und -präparation

Eine Übersicht der in dieser Arbeit untersuchten Materialien und ihrer Bezeichnung ist in Tabelle 3.2 gegeben.

Tabelle 3.2: Übersicht der in der Arbeit verwendeten Proben.

Material	Korngröße	Rissystem	Bezeichnung
B ₂ -NiAl	Einkristall	Weich $\langle 110 \rangle \{110\}$	NiAl weich
	Einkristall	Hart $\langle 110 \rangle \{100\}$	NiAl hart
B ₂ -NiAl + 0,14 Gew.-% Fe	Einkristall	Weich $\langle 110 \rangle \{110\}$	NiAl(Fe) weich
	Einkristall	Hart $\langle 110 \rangle \{100\}$	NiAl(Fe) hart
Wolfram	Einkristall	$\langle 100 \rangle \{100\}$	W-SX
	Einkristall	$\langle 100 \rangle \{100\}$	W-SX-pl.
	790 nm	-	W-UFG

Die stöchiometrischen NiAl- und NiAl(Fe)-Einkristalle stammen aus früheren Arbeiten von Thome [66] und Bergmann [83]. Für die

eisenhaltigen Proben wurde dabei entsprechend weniger Nickel eingewogen. Um eine bessere Vergleichbarkeit mit den Ergebnissen aus der Arbeit von Thome zu bekommen, wurden die gleichen Rissysteme in den Mikrobiegebalkenversuchen betrachtet. Die Wolfram-Einkristalle stammen ebenfalls noch von einer früheren Studienarbeit von Scharfe [99]. Die plastische Vorverformung in dem im Folgenden *W-SX-pl.* genannten Einkristall beträgt hierbei ca. 11%, welche kontrolliert per Druckversuch eingebracht wurden.

Um nicht nur die Auswirkung hoher Versetzungsdichten, sondern zusätzlich den Einfluss von Korngrenzen auf die plastische Verformung sowie die Bruchzähigkeit zu analysieren, wurde eine Wolfram-Probe mit ultrafeinkörniger (engl. *ultrafine-grained*, UFG) Mikrostruktur untersucht. Mittels des Verfahrens der Hochdrucktorsion [100] wurde über große Probenbereiche hinweg eine homogene und nahezu untexturierte Mikrostruktur mit einer mittleren Korngröße von ca. 900 nm (Median = 790 nm) eingestellt. Das mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) aufgenommene Bild in Abbildung 3.2 (a) stellt dabei das Gefüge deutlich dar. In Abbildung 3.2 (b) ist eine mittels Orientierungsmikroskopie erzeugte Messung der inversen Polfigur (IPF) gezeigt. In dem kleinen, jedoch repräsentativen Probenbereich ist keine Vorzugsorientierung der Körner zu erkennen. In derartige homogene Bereiche wurden die Mikrobiegebalken präpariert.

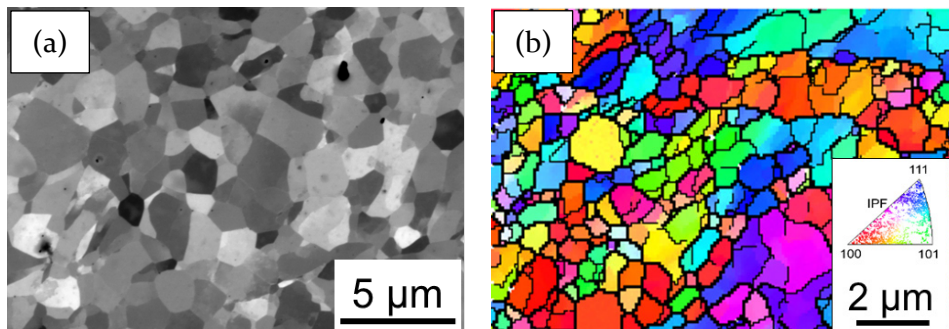


Abbildung 3.2: (a) REM-Bild von W-UFG und (b) Messung mittels Orientierungsmikroskopie, dargestellt im IPF-Farbschema zur Texturanalyse; dünne ($>5^\circ$) und dicke ($>10^\circ$) schwarze Linien markieren Korngrenzen.

Zur erfolgreichen Durchführung der Mikrobiegebalkenversuche ist eine sorgfältige Probenpräparation notwendig. Die Balken werden aus experimentellen Gründen an der Materialoberfläche in der Nähe der Proben-

kanten geschnitten. In diesem Bereich muss sichergestellt sein, dass die während der mechanischen Probenpräparation eingebrachte oberflächennahe Verformung eliminiert ist. Aus diesem Grunde wurden die Proben nach den konventionellen Schleif- und anschließenden Politurschritten stets elektroliert.

Eine Übersicht der für die jeweiligen Materialien nach dem konventionellen Schleifen vorgenommenen Präparationsschritte ist in Tabelle 3.3 aufgeführt. So wie von Iqbal et al. [46] beschrieben, wurde in einem abschließenden Schritt die tiefenregistrierende Härteprüfung zur Analyse der Oberflächenbeschaffenheit der Proben genutzt.

Tabelle 3.3: Metallographische Präparationsschritte und -parameter für die verwendeten Materialien.

	<i>Politur</i>	<i>Vibra-Politur</i>	<i>Elektropolitur</i>	
			<i>Elektrolyt</i>	<i>Spannung (Dauer)</i>
NiAl / NiAl(Fe)	OP-S + H ₂ O ₂ (Verh. 9/1)	OP-S (24 h)	Struers A3	50 V (10 s)
Wolfram	bis 1 µm (Diamant)	OP-S (24 h)	0,4 g NaOH + 100 ml H ₂ O	8 V (60 s)

4 Experimentelle Versuchsdurchführung

4.1 Probenherstellung mittels FIB

Für diese Studie wurden Mikrobiegebalken in verschiedenen Größendimensionen mit fokussierten Ionenstrahlen (engl. *focused ion beam*, FIB) hergestellt. Dabei werden typischerweise Galliumionen mit 30 kV aus einer Flüssigmetall-Ionenquelle mittels elektrostatischer Linsen auf eine Probenoberfläche beschleunigt, an der ein lokaler und präzise steuerbarer Materialabtrag stattfindet. Gallium hat gegenüber anderen Elementen die Vorteile, dass es bei Raumtemperatur bereits im flüssigen Aggregatzustand vorliegt, und dass eine relativ lange Betriebsdauer der Ionenquelle von bis zu ~2000 Arbeitsstunden erzielt wird. Darüber hinaus ist es hochvakuumtauglich und liefert durch seinen großen Ionenradius mit entsprechender Masse einen gewünscht hohen Impulsübertrag beim Sputterprozess. Bei diesem werden die Ionen in die Materialoberfläche implantiert, wobei Gitterdefekte wie beispielsweise Leerstellen und Versetzungsloops im Falle von kristallinen Materialien entstehen und Atombindungen gebrochen werden. Des Weiteren wird der oberflächennahe Bereich – je nach Materialeigenschaften und Winkel des eintreffenden Strahls – bis zu ~100 nm amorphisiert. Neben dem gezielten Materialabtrag werden außerdem Sekundärelektronen (SE) sowie -ionen generiert, die zur Bildgebung genutzt werden können.

Die beiden zur Herstellung der Mikrobiegebalken verwendeten Zwei-strahlgeräte, bei denen eine Kombination der REM- mit der FIB-Technik stattfindet, waren das Crossbeam 1540 EsB (*Carl Zeiss AG*, Deutschland) und das Helios NanoLab 600i (*FEI company*, USA). Die Herstellung der gekerbten Balkengeometrien erfolgte stets an den jeweiligen Probenkanten, wie in Abbildung 4.1 demonstriert, um rechtwinklige freistehende Strukturen zu ermöglichen. Es wurden verschiedene Größenverhältnisse realisiert. Die kleinsten Balken hatten Probendimensionen mit einem Verhältnis von Länge zu Höhe zu Breite von etwa 3 μm / 0,9 μm / 0,5 μm und die größten Balken von 24 μm / 16 μm / 13 μm . Ab diesen letzten Dimensionen stößt die FIB-Technik an ihre Grenze und die Produktion einer größeren Probenanzahl wird zu zeit- und ressourcenintensiv. Es

Experimentelle Versuchsdurchführung

wurde jedoch mit den höchsten zur Verfügung stehenden Ionenströmen (bis 65 nA) zusätzlich ein Balken in Wolfram mit den Verhältnissen von $72\ \mu\text{m} / 45\ \mu\text{m} / 25\ \mu\text{m}$ präpariert, um eine bessere Abschätzung für die später diskutierten Größeneffekte zu erzielen.

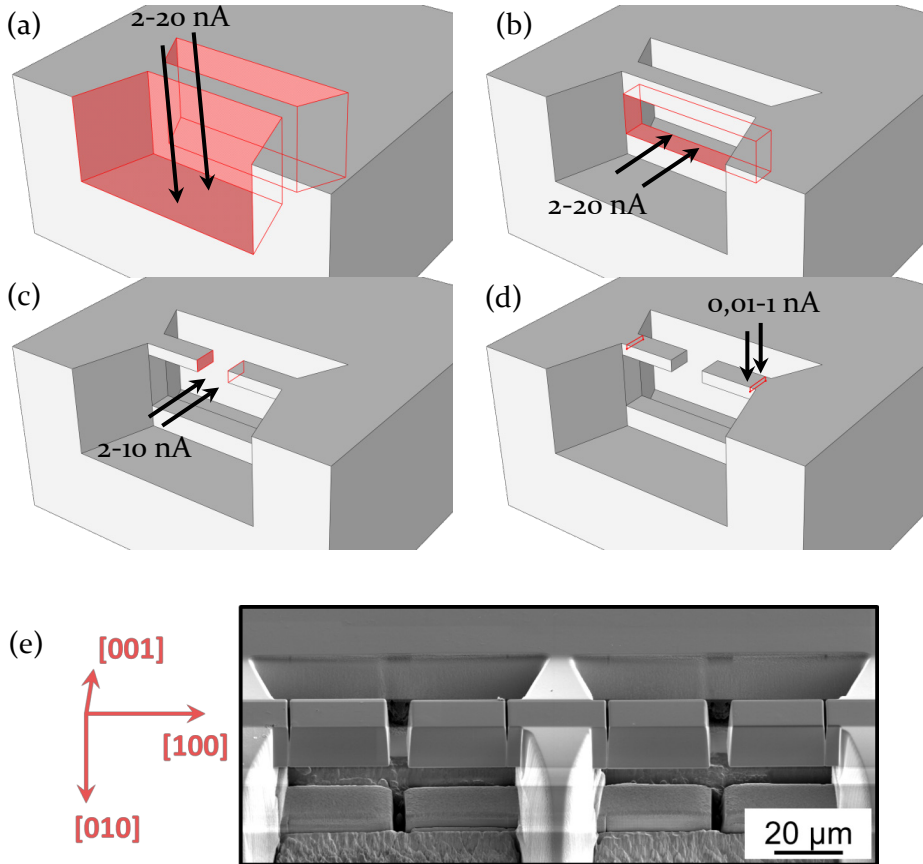


Abbildung 4.1: Herstellung der Mikrobiegebalken mittels FIB. (a)-(d) schematische Darstellungen zu den einzelnen Prozessschritten; Pfeile zeigen die Richtungen der einfallenden Ionen bei 30 kV an und (e) REM-Bild von fertig präparierten Mikrobiegebalken in Wolfram mit Angabe der Kristallorientierung.

Für die Vorschnitte wird zuerst eine dünne Wand (a) hergestellt und im Anschluss ein erster Freischnitt zu einem Steg (b) durchgeführt. Dabei kommen je nach gewünschter Größe fokussierte Ionenströme zwischen 2-20 nA zum Einsatz. Somit nehmen diese beiden Schritte (a) und (b)

zusammen nicht länger als 1 h pro Geometrie in Anspruch. Nach der Durchtrennung dieses Stegs (c), wodurch zwei noch ungekerbte Biegebalken entstehen, werden die linienförmigen Anrisse geschnitten (d). Dabei werden möglichst niedrige Ionenströme eingestellt, um entsprechend scharfe Anrisse zu erzielen. Jedoch dürfen die Schnitte zur Vermeidung von Driftproblemen jeweils nicht länger als etwa 90 s betragen. So stehen Ströme zwischen 10 pA und 1 nA je nach Anrisstiefe zur Auswahl. Die Anrisse wurden für alle Balken mit senkrecht einfallenden Ionen geschnitten. Eine Überprüfung der Anrisstiefe sowie der Anrissgüte erfolgte dabei für jede Probe zuvor im Vollmaterial durch das Schneiden mehrerer Linien bei verschiedenen Ionenströmen sowie Zeitintervallen mit anschließender Querschnittsanalyse. Es stellten sich zwei gleich gute Vorgehensweisen zur Einbringung der Anrisse heraus. Sie sind in Abbildung 4.2 näher illustriert.

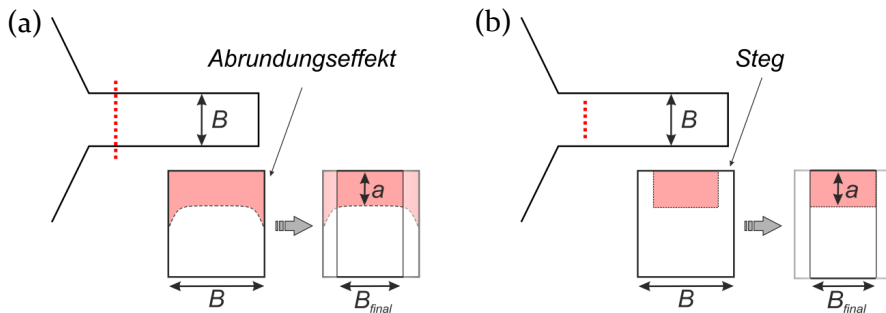


Abbildung 4.2: Vorgehensweisen bei der Anrisserzeugung mittels FIB (rote gestrichelte Linie): (a) Schneiden mit Abrundungseffekt und (b) Schneiden mit erzeugtem Steg.

Es ist unmöglich, einen homogenen Anriss über die gesamte Breite hinweg mit einem Schneidvorgang zu erzeugen. Wird der linienförmige Schnitt, wie in (a) gezeigt ist, über die Breite hinaus angelegt, wird ein unerwünschter Abrundungseffekt zu den Seiten hin geschaffen. Bei der in (b) dargestellten Vorgehensweise bleiben seitliche Stege zurück. Matoy et al. [10] nutzten die zuletzt genannte Vorgehensweise, um scharfe Anrisse für ihre spröden Materialien zu erzeugen. Jedoch zeigte sich bei Testversuchen in NiAl und Wolfram, dass sich die Stege plastisch verformten und so die Messergebnisse verfälscht wurden. Durch eine seitliche Politur der Proben waren für beide aufgezeigten Vorgehensweisen die Biegebalken auf ihre gewünschte Breite einstellbar. Dies erfolgte bei reduzierten Ionenströmen von 200-500 pA bzw. 2-10 nA für die kleinen bzw. großen

Experimentelle Versuchsdurchführung

Geometrien. Bei der Überprüfung der Anrisse mittels hochauflösender REM-Aufnahmen wurden so Kerbradii von ca. 20 nm (bei 10 pA) und etwa 60 nm (bei 1 nA) gemessen. Derart homogene Anrisse sind mit einem seitlichen Schneiden nicht erreichbar. Je nach Balkengröße wurden die Anrisse zwischen 0,5 μm und 4 μm vom Vollmaterial entfernt angebracht, um sicherzustellen, dass sich die Balkeneinspannung nicht plastisch verformt. Sämtliche Schnitte, auch die Anrisse wurden bei 30 kV Beschleunigungsspannung durchgeführt, da nur so ausreichend fokussierte Schnitte möglich waren.

In Abbildung 4.3 ist ein Balken gezeigt, so wie er für einen in-situ Versuch im REM eingesetzt wurde. Dabei ist F die vom Kraftmesssystem aufgebrachte Kraft, L der Hebelarm zwischen Kraftangriffspunkt und Anriss, W die Balkenhöhe, B die Balkendicke und a die Anrisslänge.

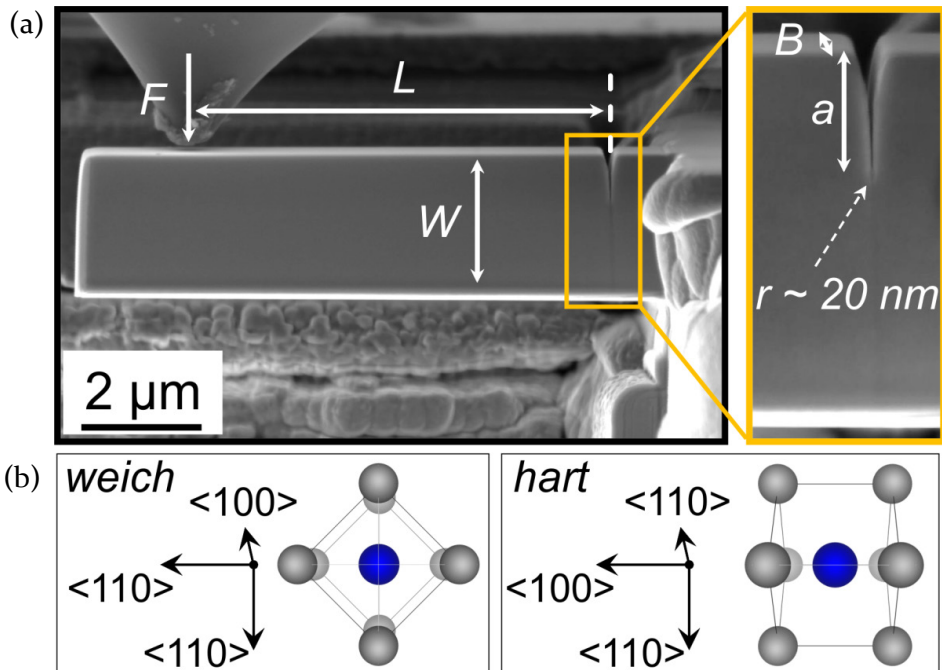


Abbildung 4.3: (a) REM-Bild eines Mikrobiegebalkens in $B_2\text{-NiAl}$ zur Durchführung eines in-situ Versuches und (b) die kristallographische Orientierung mit entsprechend ausgerichteter Elementarzelle für die beiden untersuchten Rissysteme.

REM-Bilder wurden vor und nach der Durchführung der Biegeexperimente stets zur Vermessung der Balkendimensionen genutzt. Auf Grund einer leichten Abweichung des Querschnitts von der rechtwinkligen Geometrie wurden die Längen W und B dabei stets in Bezug auf die Seitenflächen bzw. Ober- und Unterfläche gemittelt. Das Schneiden des Anrisses mit einem Ionenstrom von 10 pA ermöglichte ein homogenes Aspektverhältnis $a/W \approx 0,3$ sowie einen kleinstmöglichen Kerbrundungsradius r .

4.2 Einfluss der Probenpräparation mittels FIB

Neben den zahlreichen Vorteilen, die die FIB-Technik bei der Herstellung von konturgenauen Proben bis zum Submikrometerbereich bietet, ergeben sich ebenfalls Nachteile. Die Auswirkung der geschädigten Randschicht der mittels FIB präparierten Proben auf das Materialverhalten ist stets zu überprüfen. Gemäß verschiedener Analysemethoden wie Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) [43], Röntgenbeugung [101,102] oder auch Atomsondenmikroskopie [103] sind die FIB-geschädigten Bereiche für diverse Materialien experimentell bestimmbar. Für eine Präparation mit Ga-Ionen hängen diese Bereiche vom Material und dessen Mikrostruktur, sowie von der angelegten Beschleunigungsspannung und von der Bestrahlungsrichtung ab.

Für die in dieser Arbeit untersuchten einkristallinen Materialien NiAl und Wolfram wurden TEM-Untersuchungen durchgeführt. Ziel war es dabei, die amorphe Randschicht sowie den Bereich der plastischen Verformung im Material auf Grund der Implantation von hochenergetischen Ga-Ionen zu quantifizieren. Die generelle Bearbeitung sämtlicher Konturen der Mikrobiegebalken fand auf die schonendere Variante bei parallelem Schneiden statt. Jedoch wurde der Anriss, dessen Konturgenauigkeit vorrangig ist, und der den Bruchprozess maßgeblich beeinflusst, bei senkrecht einfallenden Ionen geschnitten. Aus diesem Grund wurden Bereiche des Vollmaterials mit senkrecht einfallenden Ga-Ionen, die mit 30 kV beschleunigt wurden, behandelt. Im Anschluss erfolgten Zielpreparationen zur TEM-Analyse, welche in Abbildung 4.4 für die beiden Materialien dargestellt sind.

Es ist deutlich erkennbar, dass die Gesamtgröße der geschädigten Schicht in Wolfram etwa 250 nm beträgt. Direkt an der Grenzfläche zwischen Wolfram und der Pt-Schicht befindet sich eine homogene schwarz erscheinende Schicht von ca. 30 nm, die vermutlich die amorphe Randschicht darstellt. Die restliche Schicht ist stark verformt, was an den

Versetzungen, welche für den dunklen Kontrast in diesem Bereich sorgen, liegt. Mittels des Beugungsbildes, das ebenfalls eingezeichnet ist, wird jedoch klar, dass dieser Bereich dennoch weiterhin seine kristalline Struktur beibehält. Für NiAl beträgt die geschädigte Schicht lediglich ca. 70 nm. Die amorphe Randschicht ist auch kleiner als bei Wolfram und beträgt etwa 10 nm. Wiederum wird durch das Beugungsbild erkenntlich, dass der Großteil der Schicht kristallin bleibt. Es wird aus den Untersuchungen an beiden Materialien deutlich, dass der Anteil der amorphen Schicht, für die es keinen eindeutigen Nachweis gibt, klein im Vergleich zur verformten Schicht ist. Im Hinblick auf die in dieser Arbeit gezeigten Biegebalkengrößen ist die Auswirkung dieser amorphen Schicht auf die Ergebnisse der Bruchversuche vernachlässigbar.

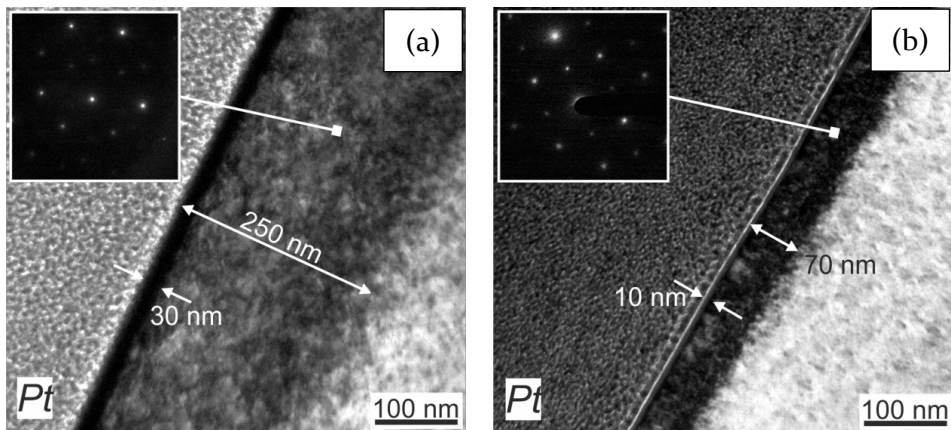


Abbildung 4.4: TEM-Aufnahmen im Hellfeld mit Beugungsbildern aus den geschädigten Bereichen von (a) Wolfram und (b) NiAl.

4.3 In-situ Versuche im Rasterelektronenmikroskop

In-situ Experimente im REM ermöglichen Untersuchungen von Proben mit sehr kleinen Dimensionen im Mikro- bis hin zum Submikrometerbereich [104]. Nur so können oft erst die mechanischen Eigenschaften von einzelnen mikrostrukturellen Elementen wie Korngrenzen [44], Ausscheidungen und Grenzflächen [59] ermittelt und verstanden werden. Auch bei der Charakterisierung sehr dünner Schichten haben sich in-situ Versuche als äußerst wertvoll erwiesen [58,105]. Des Weiteren können gerade bei den im Folgenden vorgestellten in-situ Bruchexperimenten das Verfor-

mungsverhalten um die Risspitze, sowie Bruchmerkmale wie die Rissinitiierung und -ausbreitung genau untersucht werden. Schließlich sind nur durch in-situ Versuche Methoden wie die des Rissspitzenöffnungsverfahrens auf dieser Größenskala einsetzbar.

4.3.1 Aufbau und Kraftmesssystem

Für die hier durchgeführten in-situ Versuche im REM (Crossbeam 1540 EsB) wird ein MM3A-EM Mikromanipulator mit angebrachtem Kraftmesssystem FMS (engl. *force measurement system*) der Firma Kleindiek Nanotechnik (Deutschland) auf der REM-Plattform befestigt, wie in Abbildung 4.5 zu sehen.

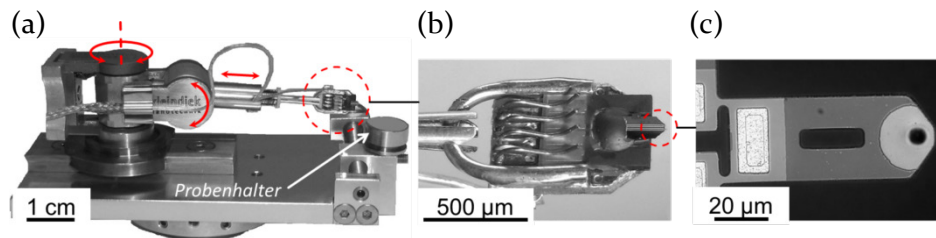


Abbildung 4.5: (a) Aufbau der in-situ Versuchsvorrichtung mit dem in alle drei Raumrichtungen beweglichen Mikromanipulator, (b) das aufsteckbare Kraftmesssystem und (c) der zur Krafteinleitung bestimmte Biegearm.

Auf einem REM-Probenhalter, der am anderen Ende dieser Plattform befestigt wird, ist die Probe montierbar. Das Vorjustieren des Aufbaus findet unter einem Makroskop statt, so dass lediglich die Feinannäherung des aus Siliziumnitrid bestehenden Biegearms an die Probe mittels Piezoaktoren im REM geschieht. Für eine begrenzte mechanische Durchbiegung des Biegearms, auf dem sich eine piezoresistive Schicht befindet, ist eine entsprechende elektrische Spannung messbar. Wird die Durchbiegung der Kraftmessspitze (bestehend aus Biegearm und piezoresistiver Schicht) vor ihrem Einsatz über eine nachgiebige Referenznadel mit bekannter Steifigkeit kalibriert, so kann die elektrische Spannung über eine direkte Proportionalität in ein Kraftsignal überführt werden. Für genauere Details zur Kalibrierung sei an dieser Stelle auf die Arbeit von Iqbal [62] verwiesen. Mit diesem Kraftmesssystem sind maximal Kräfte bis ca. 500 µN zu erreichen. Dies verdeutlicht, dass auch nur entsprechend kleine Proben getestet werden können.

4.3.2 Digitale Bildkorrelation

Neben den direkten Beobachtungen der Verformungs- und Bruchmechanismen, ist es das Ziel, aus den in-situ Versuchen Kraft-Verschiebungskurven zur Bestimmung der Bruchzähigkeit zu gewinnen. Das Vorgehen ist in Abbildung 4.6 exemplarisch für ein Biegeexperiment illustriert.

Jedoch können mit dem Kraftmesssystem einzig Kräfte als Funktion der Zeit aufgezeichnet werden und eine Bestimmung der Verschiebungen ist nur indirekt über die digitale Bildkorrelation (engl. *digital image correlation*, DIC) möglich. Zur Verwendung kam die Analysesoftware VedDAC 5.1 (*Chemnitzer Werkstoffmechanik GmbH*, Deutschland). Hierfür wird der Versuch per Video mit einer voreingestellten Bildaufnahmerate aufgezeichnet, um im Folgenden die aus dem Video extrahierten Bilder passend mit dem aufgenommenen Kraft-Zeit-Verlauf zu korrelieren.

Die Helligkeits- und Kontrastverhältnisse sowie die Scanrate sind dabei von großer Bedeutung für eine erfolgreiche digitale Bildkorrelation. Die Scanrate darf weder zu hoch, da sonst der Rauschpegel in den Aufnahmen zu groß ist, noch zu niedrig sein, da sonst zu wenige Bilder für die DIC zur Verfügung stehen. Beste Bedingungen wurden im *Inlens*-Modus bei möglichst kleinem Arbeitsabstand von etwa 5 mm erzielt. Auf Grund der einzig manuell steuerbaren Durchbiegung des Mikrobiegebalkens mittels der Kraftmessspitze, ist ein verschiebungskontrolliertes Experiment nicht durchführbar. Deshalb wurde stets auf eine lastratenkontrollierte ($dF/dt \approx \text{const.}$) Versuchsdurchführung geachtet, wie in Abbildung 4.6 (c) erkennbar ist. Da die nach LEFM ausgewerteten Spannungsintensitätsfaktoren K_{LEFM} neben der Kraft lediglich von der Geometrie abhängig sind, wurden auf diese Weise einigermassen konstante Raten dK/dt zwischen 0,10 - 0,20 MPa·m^{1/2}/s erhalten. Eine rein verschiebungskontrollierte Durchführung ist auch deshalb nicht zu bewerkstelligen, da sich der Biegearm aus Geometriegründen bei der Durchbiegung nicht nur wie gewünscht in y-Richtung, sondern auch in x-Richtung verschiebt, wie aus Abbildung 4.6 (b) ersichtlich ist. Dies wurde bei der Berechnung des Hebelarms L berücksichtigt.

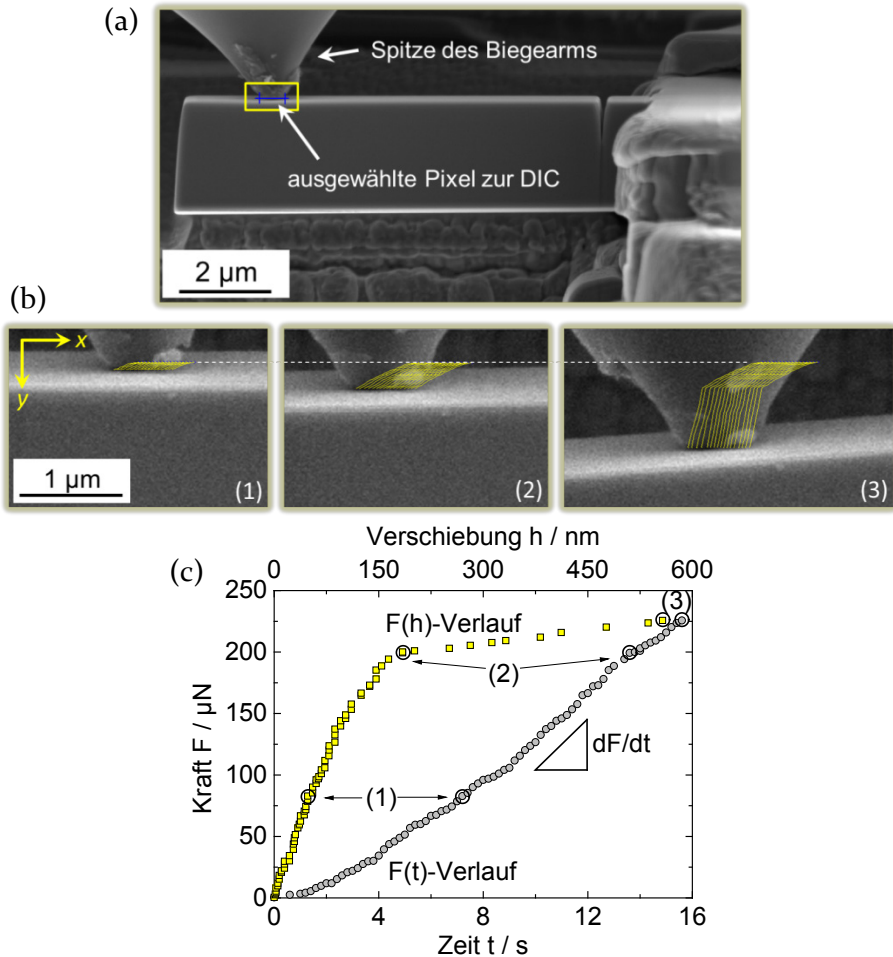


Abbildung 4.6: (a) REM-Bild vor Beginn des Experiments mit ausgewähltem Bereich (blaue Linie) für die DIC und (b) vergrößerte Ansichten des in (a) gelb umrandeten Gebiets für zunehmende Verschiebungen, ersichtlich an der gestrichelten weißen Startlinie. In (c) sind sowohl der direkt erhältliche $F(t)$ -Verlauf (grau) als auch der mittels DIC ermittelte $F(h)$ -Verlauf (gelb) für das in (b) gezeigte Experiment dargestellt.

4.4 Tiefenregistrierende Härteprüfung

Das mechanische Testverfahren zur tiefenregistrierenden Härteprüfung, auch Nanoindentierung genannt, hat sich in den vergangenen drei Jahrzehnten stark entwickelt [106]. Es hat gegenüber den konventionellen Techniken zur Härteprüfung einige unverzichtbare Vorteile, die dafür sorgen, dass sich dieses Messverfahren – ausgemacht an der sehr großen Zahl an wissenschaftlichen Veröffentlichungen – großer Beliebtheit erfreut. Eine große Anzahl an lokalen mechanischen Eigenschaften können direkt aus den aufgenommenen Kraft-Eindringkurven, wovon eine schematisch in Abbildung 4.7 dargestellt ist, gewonnen werden.

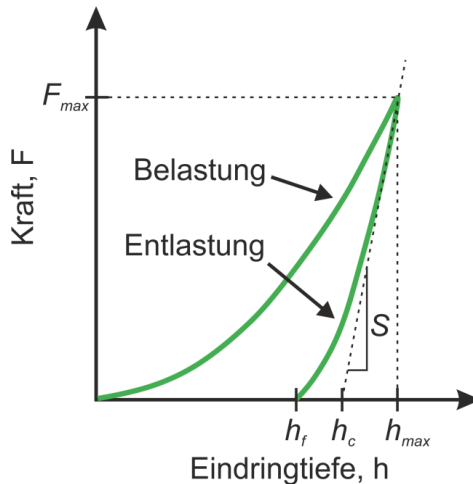


Abbildung 4.7: Schema für eine Kraft-Eindringkurve aufgenommen mit einer Berkovich-Pyramide in einem elastisch-plastischen Material.

Dazu zählen klassisch die Härte und der Elastizitätsmodul aber auch die Fließspannung und das Verfestigungsverhalten sind beispielsweise indirekt über Simulationen erhältlich [107,108]. Vorteilhaft ist zudem, dass die zur Härtebestimmung erforderliche Kontaktfläche zwischen der Materialoberfläche und dem Eindringkörper, der in den meisten Fällen die Geometrie einer Berkovich-Pyramide besitzt, nicht vermessen werden muss. Es genügt, die sogenannte Flächenfunktion, also die exakte Geometrie der Spitze des Eindringkörpers, zu kennen. So kann bei einer gewissen Kontakttiefe h_c direkt auf die Kontaktfläche A_c geschlossen werden. Hierfür ist die Kontaktsteifigkeit S über eine Entlastung zu bestimm-

men. Die von Oliver und Pharr [28] entwickelte Methode beruht darauf, den oberen Anteil der Entlastungskurve anzufitten. Im Anschluss wird die Kontaktsteifigkeit über die 1. Ableitung dieses Fits nach der Eindringtiefe an der Stelle von $h = h_{max}$ berechnet.

$$S = \left(\frac{dF}{dh} \right)_{h=h_{max}} \quad 4.1$$

Somit kann direkt durch Kenntnis der Geometrie des Eindringkörpers, der maximalen Eindringtiefe sowie Last und der Kontaktsteifigkeit die Kontakttiefe h_c ermittelt werden. Werden nun Härtemessungen in einem Referenzmaterial, dessen elastische Eigenschaften bekannt sind, durchgeführt, so ist die Flächenfunktion des Eindringkörpers bestimmbar. Die Härte kann somit in den Experimenten bestimmt werden durch:

$$H = \frac{F_{max}}{A_c} \quad 4.2$$

Die tiefenregistrierende Härteprüfung wurde genutzt, um die oberflächennahe Materialschädigung durch hochenergetische Ionenimplantation zu quantifizieren. Ziel war es hierbei, die Größe der geschädigten Schicht, wie in Abbildung 4.4 gezeigt, zu bestimmen. Dies wurde an Hand von Härtemessungen bei geringen Eindringtiefen (< 300 nm) näher analysiert. Ein ähnliches experimentelles Vorgehen wurde von Shim et al. [109] gewählt. Sie untersuchten die Effekte, die bei der Herstellung von Mikrosäulen mit Ga-Ionen auftreten und sich auf die mechanischen Eigenschaften wie die Fließspannung und das Verfestigungsverhalten auswirken. Sie fanden außerdem an Hand von Nanoindentierungen, die sie an einer elektropolierten bzw. FIB-bestrahlten einkristallinen Molybdänlegierung durchführten, einen Anstieg der Härte im oberflächennahen Bereich, den sie auf mikrostrukturelle Veränderungen zurückführten [110]. Während Eindrücke in die elektropolierte Oberfläche die niedrigsten Härtewerte lieferten, stieg die Härte bei Eindrücken in FIB-behandelte Oberflächen deutlich an. Je steiler die Ionen auf die Oberfläche trafen, desto höher waren die gemessenen Härtewerte.

Die in dieser Arbeit durchgeführten Messungen wurden mit einem Nanoindenter XP (*Keysight Technologies*, USA) im belastungskontrollierten Modus und mit einer Berkovich-Pyramide durchgeführt. Vor der experimentellen Durchführung wurde auf eine sehr gute Beschaffenheit der

Experimentelle Versuchsdurchführung

Spitze sowie einer genauen Kalibrierung der Flächenfunktion geachtet. Außerdem wurde stets für alle Experimente eine niedrige maximale Drift-rate von 0,05 nm/s eingestellt. Für die in dieser Arbeit untersuchten Materialien NiAl und Wolfram wurden, wie in Abbildung 4.8 schematisch gezeigt, Härteeindrücke analog zu [110] durchgeführt.

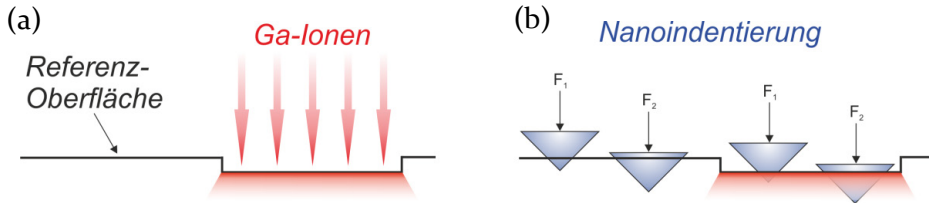


Abbildung 4.8: Schema zur Quantifizierung der FIB-Schädigung. (a) Materialabtrag sowie Schädigung eines Ga-Ionen ausgesetzten Bereiches und (b) Ermittlung der Tiefe dieser beeinflussten Zone mittels Härteeindrücke bei unterschiedlichen Eindringtiefen.

In einem ersten Schritt wurden quadratische Strukturen mit einer Kantenlänge von etwa 200 μm bei senkrecht einfallenden Ionen in NiAl und Wolfram geschnitten, wie in Abbildung 4.8 (a) vereinfacht dargestellt ist. Im Anschluss wurden Härteeindrücke mittels Nanoindentierung bei unterschiedlichen Eindringtiefen in der zuvor elektropolierten Referenzumgebung und in der FIB-behandelten Zone vorgenommen. In Abbildung 4.9 sind die resultierenden Härteverläufe für beide Materialien gezeigt.

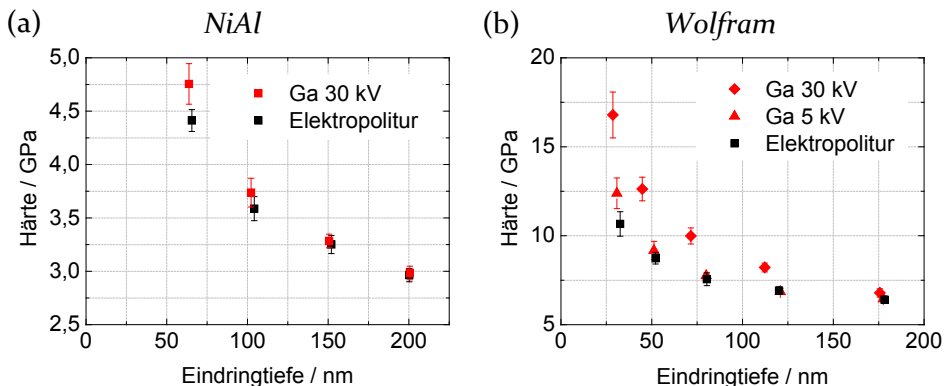


Abbildung 4.9: Härte als Funktion der Eindringtiefe für unterschiedliche Oberflächenbehandlungen für (a) NiAl und (b) Wolfram.

Für NiAl ergibt sich hierbei ein klassischer Eindringgrößeneffekt wobei mit abnehmender Eindringtiefe ein Anstieg der Härte registriert wird [18]. Die Eindrücke in die FIB-behandelte Oberfläche liefern bis zu einer Eindringtiefe von etwa 150-200 nm erhöhte Härtewerte. Der Einfluss der geschädigten Schicht ist so klar erkennbar. Für die Wolfram-Probe wurden zur Bestimmung der Auswirkung des Energieeintrags der Ionen in die Oberfläche zwei bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen bestrahlte Felder untersucht. Neben den Referenzeindrücken (Elektropolitur) sind die hieraus gewonnenen Härteverläufe dargestellt. Für die unterschiedlichen Bedingungen steigen so die Härtewerte mit abnehmender Eindringtiefe verschieden stark an, wobei die Ionen mit den höchsten Energien entsprechend die größten Härtewerte bis zu einer Eindringtiefe von ca. 175 nm liefern. Es ist klar zu erkennen, dass die 5 kV Ga-Ionen den kleinsten Einfluss, der bis etwa 70 nm registrierbar ist, haben. Jedoch war diese Beschleunigungsspannung nicht einsetzbar. Besitzen die Ionen keine ausreichende Energie, können sie nicht ausreichend fokussiert werden. Konsequenterweise sind die Anrisse zu unscharf, der Kerbradius zu groß sowie die Rissöffnung zu weit.

Ein direkter Zusammenhang zwischen den in Abbildung 4.4 gezeigten geschädigten Schichten, welche in den TEM-Bildern klar erkenntlich waren, und den Daten der Nanoindentierungen existiert nicht. Jedoch sind die für beide Materialien erhöhten Härtewerte deutliche Beweise für die oberflächennahe Schädigung. Im Falle der 30 kV Ga-Ionen ist die Differenz zwischen den Härteverläufen von geschädigtem Material und der Referenz (Elektropolitur) für Wolfram deutlich größer als für NiAl. Dies ist in guter Übereinstimmung mit der Größe der im TEM vermessenen geschädigten Schicht, die für Wolfram ebenfalls deutlich größer war als für NiAl.

Der Nanoindenter XP sowie der Nanoindenter G200 (*Keysight Technologies*) wurden zudem für die ex-situ Experimente an den Mikrobiegebalken mit den größeren Dimensionen zur Bestimmung der Kraft-Verschiebungskurven herangezogen. An Hand dieser war eine diskontinuierliche und kontinuierliche Ermittlung der Kontaktsteifigkeit möglich. Ziel war es dabei, durch Kenntnis der Steifigkeit auf die plastische Verformungsenergie sowie den Rissfortschritt rückzuschließen.

4.5 Ex-situ Versuche im Nanoindentierungssystem

Ex-situ Experimente, die ohne die direkte Beobachtung der Probe unter Belastung durchgeführt werden, bieten einige Vorteile gegenüber in-situ Experimenten. So ist das Justieren im Allgemeinen wesentlich handlicher und weniger zeitintensiv als Untersuchungen im REM. Wenn gewünscht – in dieser Arbeit jedoch nicht im Vordergrund – können ebenfalls Umgebungseinflüsse (wie verschiedene Stickstoff- und Wasserstoffpartialdrücke) viel leichter realisiert werden. Das Nanoindentierungssystem – sei es der G200 oder der XP – erlauben es gegenüber dem vorgestellten Kraftmesssystem, bedeutend größere Biegebalken zu testen, da Kräfte bis zu 500 mN mit dem verbauten Prüfkopf erreichbar sind. Des Weiteren sind Kraft-Verschiebungskurven viel kontrollierbarer (durch konstante Last- bzw. Verschiebungsraten), schneller und präziser bestimmbar. In Abbildung 4.10 ist der Versuchsaufbau mit dem Nanoindentierungssystem am Beispiel des G200 gezeigt.

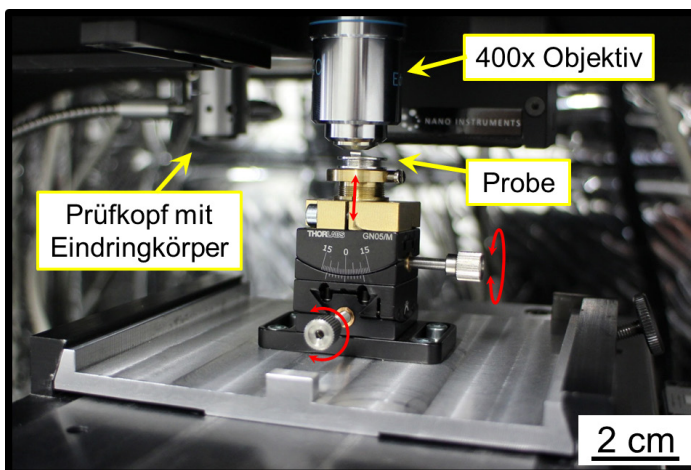


Abbildung 4.10: Prüfaufbau mit ausrichtbarem Stativ zur Durchführung eines ex-situ Experimentes im G200 Nanoindentierungssystem.

Als Eindringkörper dienen zwei keilförmige Spitzen. Eine davon hat eine Länge von 20 μm , einen Öffnungswinkel von 60° und einen Spitzenradius von ca. 5 μm . Durch die Abrundung wird ein Eindringen der Spitze in den Balken vermieden und der Kontakt ist rein elastisch. Dies wurde über Referenzeindrücke bei entsprechenden Kräften im Vollmaterial überprüft. Außerdem müssen die aufgenommenen Verschiebungen nicht korrigiert

werden und ein reiner Biegefall liegt vor. Dringt der Eindringkörper hingegen in den Balken ein, so entstehen zusätzlich unerwünschte Zugspannungen. Ist jedoch kein Abdruck nach dem Experiment erkennbar, so führt dies zu dem Problem der präzisen Bestimmung des Hebelarms. Aus diesem Grunde sind vor dem Biegeexperiment Referenzeindrücke bei hohen Kräften ins Vollmaterial vorzunehmen und der Eindringkörper im Anschluss über eine relative Wegsteuerung vom Referenzeindruck auf den Biegebalken zu bringen. Somit besteht die Möglichkeit, den Hebelarm mittels nachträglicher Auswertung von REM-Bildern selbst bei vollständig abgebrochenem Balken zu bestimmen. Die Auswirkung der Spitzenverrundung auf den Hebelarm während des Biegeexperimentes wird von Demir et al. [33] diskutiert. Jedoch ist es in Wirklichkeit schwierig, die exakten Kontaktbedingungen festzulegen, da auch begrenztes Abrutschen des Eindringkörpers möglich ist. Aus diesem Grunde wurde der Hebelarm für die Auswertungen als konstant angenommen.

Der zweite verwendete Eindringkörper gleicht dem beschriebenen, besitzt jedoch keine Abrundung sondern eine scharf zulaufende Kante. Da lediglich niedrige Eindringtiefen von maximal 500 nm – wiederum an Hand von Referenzeindrücken bestimmt – für die größten Balken ermittelt wurden, sind die durch das Eindringen erzeugten Zugspannungen vernachlässigbar. In den Versuchen wurde stets die laterale Kraft mit aufgezeichnet. Das Verhältnis aus lateraler zu vertikaler Kraft betrug dabei $\leq 5\%$, weshalb die Vernachlässigung der lateralen Kraft in erster Näherung legitim ist. Der große Vorteil besteht jedoch in einer klareren Definition der Kontaktbedingungen sowie einer präziseren Ermittlung des Hebelarms durch den auf dem Biegebalken verbleibenden Eindruck. Für den Fall eines vollständigen Abbrechens des Balkens wurden ebenfalls Referenzeindrücke im Vollmaterial zur nachträglichen Bestimmung des Hebelarms wie bereits beschrieben vorgenommen. Die Positioniergenauigkeit der Eindringkörper ist dabei sehr gut (relativer Fehler von etwa $\pm 0,5 \mu\text{m}$). Ein weiterer großer Vorteil eines keilförmigen Eindringkörpers gegenüber einem Würfelspitzenindenter (engl. *cube corner*) ist neben dem bedeutend niedrigeren Eindringen in den Balken die Vermeidung von Torsionsmomenten. Durch die lange Kante des keilförmigen Eindringkörpers ist selbst bei nicht vollständiger Zentrierung eine schiefe Biegung auszuschließen. Eine plane Ausrichtung ist dabei mittels des vielseitig anpassbaren Stativs einstellbar. An Hand von Referenzeindrücken im Vollmaterial bei niedrigen Eindringtiefen ($< 100 \text{ nm}$) ist auf diese Weise die gewünschte Lage der Probe bezüglich des Eindringkörpers einstellbar.

In dieser Arbeit wurden zwei unterschiedliche Methoden entwickelt, die eine Bestimmung der Bruchzähigkeit nach ASTM E 1820 [26] gemäß der Berechnung von J-Integralen für Mikrobiegebalken erlauben. Bei der ersten Methode werden partielle Entlastungssegmente zur Bestimmung der elastischen Nachgiebigkeiten in die Kraft-Verschiebungs-Kurven eingeführt, wie in Abbildung 4.11 (a) zu erkennen ist.

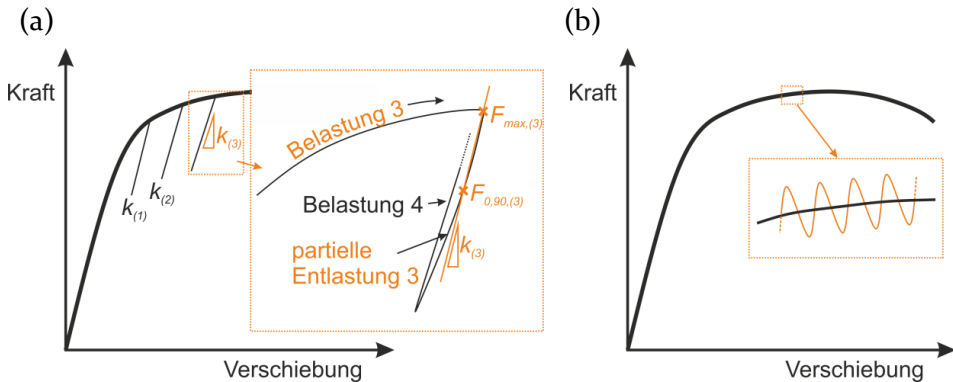


Abbildung 4.11: (a) Methode mit partiellen Entlastungen zur Bestimmung der Steifigkeiten $k_{(i)}$ und (b) Methode mit CSM-Signal zur Analyse der harmonischen Kontaktsteifigkeiten.

In regelmäßigen Abständen von ca. 300-500 nm erfolgt in der Belastungskurve eine partielle Entlastung, so dass aus deren oberem Abschnitt die aktuelle Nachgiebigkeit durch einen linearen Fit angenähert werden kann. Dieser Abschnitt ist durch die beiden Kräfte $F_{max,(i)}$ und $F_{0,90,(i)}$ beschränkt. Sie stellen die maximale Kraft im Teilsegment (i) unmittelbar vor der partiellen Entlastung bzw. die Kraft im Entlastungssegment, deren Betrag 90% der maximalen Kraft hat, dar. Diese Definition ist notwendig, da in den experimentellen Entlastungen auf Grund der Kontaktbedingungen stets leichte Hystereseschleifen zu erkennen waren.

Für die zweite Methode wird die kontinuierliche Messung der harmonischen Kontaktsteifigkeit (engl. *continuous stiffness measurement*, CSM) verwendet, um daraus kontinuierlich die Biegesteifigkeit zu ermitteln. Dieses Verfahren ist in Abbildung 4.11 (b) vorgestellt. Die Messmethode geht auf Pethica und Oliver [111] zurück und erlaubt klassischerweise die kontinuierliche Bestimmung der Härte und des Elastizitätsmoduls als Funktion der Eindringtiefe bei Messungen mit der tiefenregistrierenden Härteprüfung. Durch Überlagerung der Kraft-Verschiebungs-Kurve mit

einer sinusförmigen Schwingung ist so aus jeder dieser Schwingungen ein gemittelter Steifigkeitswert berechenbar. Standardmäßig und so auch in dieser Arbeit werden Verschiebungsamplituden von 2 nm verwendet und eine Frequenz von 45 Hz benutzt. Größere Amplituden führen allgemein zu einem niedrigeren Rauschpegel in den Messungen. Jedoch sind durch größere Amplituden bedingte unerwünschte Verformungsprozesse nicht auszuschließen. An Hand von ungekerbten Biegebalken fand eine Überprüfung des Verlaufes der Kontaktsteifigkeit statt. Lediglich für Amplituden unterhalb von 3 nm wurde ein erwartungsgemäß konstantes Signal bei Einsetzen von plastischer Verformung im Biegebalken erzielt. Da der Rauschpegel bei Amplituden von 3 nm vergleichbar mit Messungen bei 2 nm war, wurde sicherheitshalber für alle im Folgenden gezeigten Messungen mit CSM-Signal auch eine Amplitude von 2 nm eingestellt. Teilweise wurden zur Überprüfung der Übereinstimmung beider Methoden Versuche mit CSM-Signal und partiellen Entlastungen im selben Biegebalkenexperiment durchgeführt.

Jedoch sind für die Anwendung der Methode mit CSM-Signal einige Punkte auf Grund eines nicht vernachlässigbaren Eindringens des Eindringkörpers mit spitz zulaufender Kante in die Balkenoberseite zu beachten. So besteht eine Abhängigkeit der Eindringtiefe und der harmonischen Kontaktsteifigkeit von der Balkendicke B des Biegebalkens sowie der aufgebrachtten Kraft. In Abbildung 4.12 (a) ist ein mittels FIB freigeschnittener Steg, der unterschiedliche Breiten aufweist, im NiAl-Vollmaterial gezeigt.

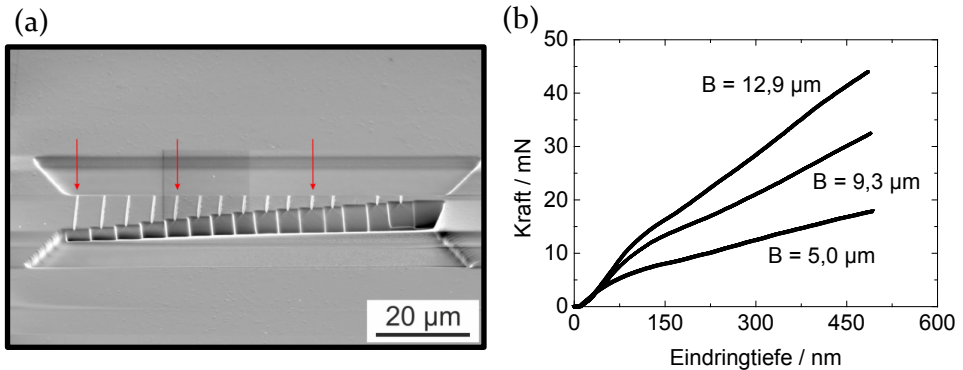


Abbildung 4.12: (a) REM-Bild mit Eindrücken in unterschiedlich breite Stege ($2,8 \mu\text{m} \leq B \leq 12,9 \mu\text{m}$) durchgeführt mit dem keilförmigen Eindringkörper mit scharfer Kante für NiAl; rote Pfeile markieren die Eindrücke, deren Kraft-Eindringkurven in (b) dargestellt sind.

Experimentelle Versuchsdurchführung

In diese einzelnen Abschnitte wurden Eindrücke bis zu einer Tiefe von 500 nm vorgenommen und die Kraft-Eindringkurven aufgezeichnet. Drei davon sind exemplarisch in Abbildung 4.12 (b) zu sehen sind. Es ist deutlich zu erkennen, dass für einen breiteren Steg, der einen breiteren Balken symbolisiert, erst bei einer vergleichsweise höheren Kraft dieselbe Eindringtiefe erreicht wird als für einen schmaleren Steg.

Um im Biegeexperiment auch nur die reine Balkenverschiebung zu bestimmen, ist die Eindringtiefe von der gemessenen Verschiebung zu subtrahieren. Hierfür muss der Verlauf der Eindringtiefe als Funktion der Kraft durch einen Fit möglichst genau beschrieben werden, wie in Abbildung 4.13 (a) gezeigt ist. Im Biegeexperiment, für das ebenfalls die Kraft aufgezeichnet wird, ist so für jede Verschiebung bis zum Kraftmaximum die unerwünschte Eindringtiefe in den Balken berechenbar. Diese kann dann von der Gesamtverschiebung abgezogen werden und es bleibt die reine Biegeverschiebung.

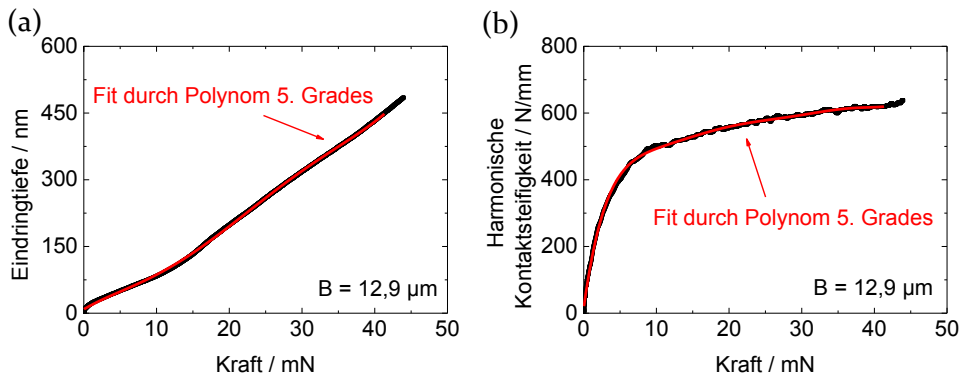


Abbildung 4.13: Bestimmung der Korrekturfunktionen über ein Polynom 5. Grades für (a) die Eindringtiefe und (b) die harmonische Kontaktsteifigkeit für den Eindruck in den Steg mit $B = 12,9 \mu\text{m}$.

Auch die gemessene harmonische Kontaktsteifigkeit, die für die gleiche Stegbreite als Funktion der Kraft in Abbildung 4.13 (b) gezeigt ist, ist zu korrigieren, wie von Kupka und Lilleodden [44] demonstriert wurde. Durch ein in Reihe geschaltetes System zweier Federsteifigkeiten ist die Biegesteifigkeit des Balkens S_{Balken} wie folgt mit Hilfe der harmonischen Kontaktsteifigkeit aus dem entsprechenden Eindruck im Steg S_{Eindruck} sowie der gemessenen Steifigkeit S_{gemessen} zu bestimmen:

$$S_{Balken} = \frac{S_{Eindruck} \cdot S_{gemessen}}{S_{Eindruck} - S_{gemessen}} \quad 4.3$$

Entsprechende Korrekturen sind in Abbildung 4.14 für die weiche Orientierung in NiAl exemplarisch vorgeführt, ohne weiter auf das Materialverhalten einzugehen. Bei Kraftzunahme steigt gleichsam die Differenz zwischen der korrigierten und der gemessenen Kraft-Verschiebungs-Kurve. Die korrigierten Steifigkeiten liegen stets leicht über den im Experiment aufgezeichneten Daten. Sobald in den so korrigierten Daten für die Steifigkeiten ein erstes lokales Maximum erreicht wurde, wurde dieser Wert als Ausgangssteifigkeit für den Biegebalken gesetzt. Diese ist zur Berechnung des Rissfortschritts von großer Bedeutung, da hier $\Delta a = 0$ definiert wird. An Hand von im Folgenden vorgestellten Simulationen ist erklärt, wie die so aus den Methoden bestimmten Biegesteifigkeiten für die Berechnung von Risslängen genutzt werden können.

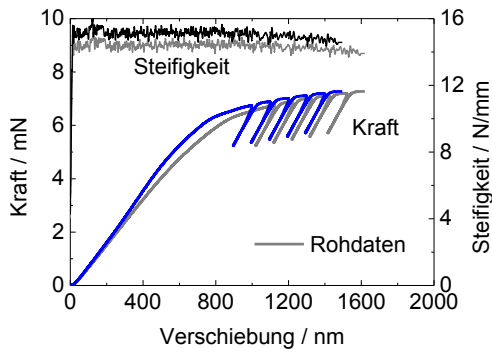


Abbildung 4.14: Korrektur der Rohdaten für einen mit dem CSM-Signal aufgezeichneten Versuch mit zusätzlichen partiellen Entlastungen für NiAl in der weichen Orientierung.

4.6 Finite-Elemente-Modell zum Mikrobiegebalkenversuch

Der Fokus in dieser Arbeit liegt auf den experimentellen Mikrobiegebalkenversuchen. Jedoch sind zu deren Auswertung detaillierte Simulationen unverzichtbar. Um den Geometriefaktor der Mikrobiegebalken zur

Bestimmung der Bruchzähigkeit nach LEFM zu ermitteln, führten Iqbal et al. [46] Finite-Elemente (FE) Simulationen mit der Software Abaqus (Dassault Systèmes, Frankreich) aus. Für unterschiedliche Aspektverhältnisse der Mikrobalken wurden rein elastische Berechnungen durchgeführt und über eine Mittelung mehrerer Kontourintegrale um die Risspitze die Spannungsintensitätsfaktoren K_I errechnet. Somit wurden bei bekannter Geometrie die entsprechenden Geometriefaktoren bestimmt. Als wichtige Erkenntnis wurde hierbei gefunden, dass leichte Abänderungen in der Breite oder Dicke der Balken sich nicht entscheidend auf den Geometriefaktor auswirken. Lediglich das Verhältnis aus Anrisslänge zu Balkenhöhe a/W hat maßgeblichen Einfluss. Dies ist für die experimentelle Vorgehensweise entscheidend, da identische Geometrien auf Grund der nicht vollautomatisierbaren FIB-Präparation nicht hergestellt werden können. Zur Aufzeichnung von Risswiderstandskurven wird neben den berechneten J-Integralen auch der Rissfortschritt benötigt. Da ein Großteil der Experimente jedoch ex-situ durchgeführt wurde, war eine direkte Bestimmung, wie beispielsweise von Wurster et al. [27] aus REM-Aufnahmen beschrieben, nicht möglich. Daher wurden FE-Simulationen mit einem zweidimensionalen (2D) Modell, das in Abbildung 4.15 gezeigt ist, durchgeführt.

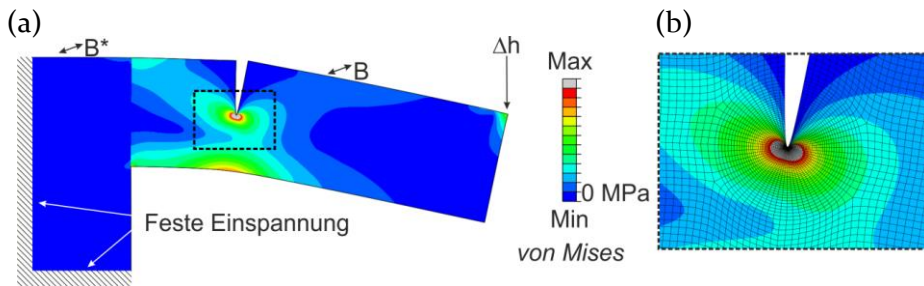


Abbildung 4.15: 2D-FE-Modell zur Bestimmung der Biegesteifigkeit mit der von Mises Vergleichsspannung. (a) Gekerbter Biegebalken mit entsprechenden Randbedingungen bei Ausblendung der Vernetzung und (b) Vergrößerung des Bereiches um die belastete Risspitze mit Vernetzung.

Die Simulationen haben den Zweck, die aktuelle Risslänge indirekt über Steifigkeitsmessungen an der verwendeten Biegebalkengeometrie zu ermitteln. Auf die dritte Dimension kann in den Simulationen auf Grund der geraden Rissfront verzichtet werden. Das linear-elastische Modell hat dabei Abmessungen, die nahe an denen der Biegebalkendimensionen lie-

gen. Für alle Simulationen wurden ein isotropes Materialverhalten und der E-Modul sowie die Querkontraktionszahl von Wolfram mit 411 GPa bzw. 0,28 ausgewählt. Dadurch, dass sich die Kristallorientierung in den verschiedenen Simulationen nicht verändert, sondern nur das a/W -Verhältnis und dadurch, dass nur relative Biegesteifigkeiten von Interesse sind, sind die Simulationsergebnisse auch auf elastisch-anisotrope Materialien wie NiAl übertragbar.

Der Biegebalken selbst ist nicht fest eingespannt, sondern geht unmittelbar in einen Bereich der Dicke B^* , der mit denselben Materialeigenschaften jedoch mit der vierfachen Biegebalkendicke B versehen ist, über. Dieser dickenverstärkte Bereich, so wie er dem Experiment in etwa entspricht, ist erst über eine feste Einspannung fixiert. Für die Vernetzung kommen für den gesamten Balken sowie die verbreiterte Balkeneinspannung biquadratische Vierecke mit ebenem Dehnungszustand (CPE8-Elemente) zur Verwendung. Der Unterschied zwischen EDZ bzw. ESZ ist marginal, wobei sich die Elemente mit EDZ leicht steifer verhalten. Die Vernetzung wurde dabei adaptiert, bis Konvergenz in den Simulationsergebnissen erzielt wurde.

Die Lasteinbringung ist mittels einer auf einen Knoten bezogenen Verschiebungsrandbedingung bewerkstelligt. Dabei kann der Hebelarm, also der Abstand zwischen der so eingebrachten Last und der Position des Anrisses prinzipiell beliebig gewählt werden, da wie bereits erwähnt nur relative Biegesteifigkeiten von Interesse sind. Es muss jedoch gewährleistet sein, dass das Moment, bestehend aus dem Produkt aus Hebelarm und Kraft, als Funktion der Verschiebung bei jeweils verschiedenen Hebelarmen konstant ist. Ist der Hebelarm zu klein, nehmen die Scherkräfte zu und verfälschen das Ergebnis, da dann kein reiner Biegefall mehr vorliegt. Für den ungekerbten Biegebalken, der in Abbildung 4.16 (a) dargestellt ist, wird für kleine bis mittlere Durchbiegungen auf halber Balkenhöhe erwartungsgemäß die neutrale Faser gefunden.

Bei gerader Biegung entfallen alle Schubspannungen und die Normalspannungen entlang der Richtung der Balkenhöhe (S_{22}) und der Balkendicke (S_{33}). Lediglich die Normalspannungen entlang der Balkenlängsachse (S_{11}) bleiben bestehen. Bei Einbringung einer Kerbe entstehen jedoch zusätzlich zu den Normalspannungen in Längsrichtung, wie in Abbildung 4.16 (b) erkennbar, dieses Mal ebenfalls Zug- bzw. Druckspannungen in Richtung der Balkenhöhe, wie in Abbildung 4.16 (c) ersichtlich. Die Überlagerung der beiden Normalspannungen führt zu einer komplexen Veränderung der neutralen Faser im gekerbten Biegebalken ab einer bestimmten Anrisslänge. FE-Berechnungen zeigen, dass bei bezüglich der

Experimentelle Versuchsdurchführung

Balkendimensionen kleinen Anrisslängen ($a/W \leq 0,15$) für kleine Biegungen die neutrale Faser erhalten bleibt. Da in den nachfolgenden Experimenten das a/W -Verhältnis stets über diesem Wert liegt, wird in Folge dessen auch kein klarer Verlauf der neutralen Faser mehr im Balkenlängsschnitt erwartet.

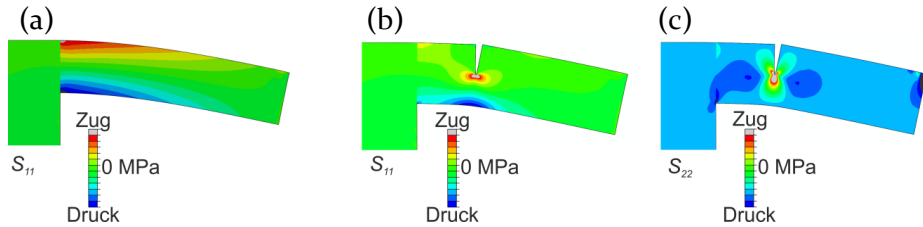


Abbildung 4.16: 2D-FE-Modelle zum Vergleich des Spannungszustands im (a) ungekerbten und (b) und (c) gekerbten Biegebalken; aufgetragen sind die Normalspannungen S_{11} in Balkenlängsachse bzw. S_{22} in Richtung der Balkenhöhe.

Zur Bestimmung des Rissfortschrittes in den Experimenten sind zwei Schritte notwendig. Für den ersten Schritt werden separate FE-Rechnungen bei verschiedenen a/W -Verhältnissen zwischen 0 und 0,9 durchgeführt.

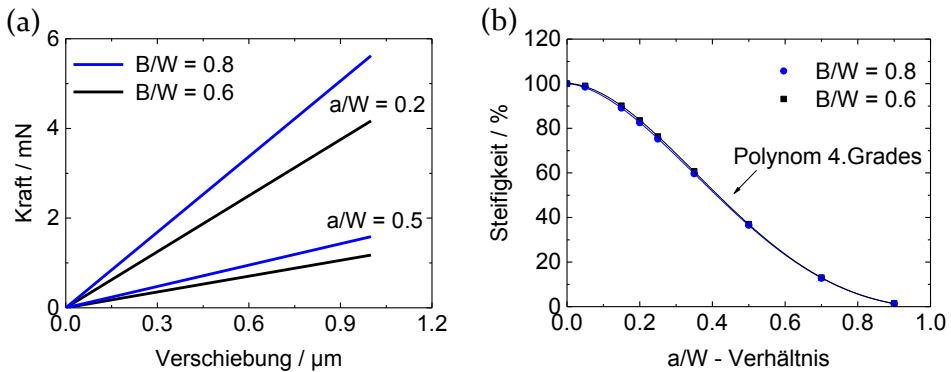


Abbildung 4.17: (a) Kraft-Verschiebungs-Verläufe für zwei Biegebalken mit leicht veränderten B/W -Verhältnissen für unterschiedliche a/W -Verhältnisse und (b) der aus mehreren solcher Simulationen zusammengesetzte Steifigkeitsverlauf mit Fit.

Für zwei verschiedene B/W -Verhältnisse bei jeweils zwei unterschiedlichen a/W -Verhältnissen sind die zugehörigen linearen Kraft-Verschiebungs-Kurven in Abbildung 4.17 (a) gezeigt. Aus deren Steigungen werden direkt die Biegesteifigkeiten bestimmt, die in Abbildung 4.17 (b) aufgezeigt sind, wobei alle Werte auf den Wert des ungekerbten Balkens mit $a/W = 0$ normiert sind. Dadurch, dass sich die experimentellen Balken in ihrer Geometrie prozessbedingt alle leicht unterscheiden, werden ebenfalls unterschiedliche Balkendicken simuliert. Dabei ist erwartungsgemäß erkennbar, dass ein leicht verändertes B/W -Verhältnis eine Auswirkung auf die Steigungen in den Kraft-Verschiebungs-Kurven hat. Jedoch beeinflusst es nicht den Steifigkeitsverlauf als Funktion der a/W -Verhältnisse, da dieser wie beschrieben normiert dargestellt ist. Dies wiederum hat den Vorteil, dass experimentelle Biegebalken mit ähnlichen Dimensionen durch denselben Verlauf der relativen Biegesteifigkeit beschrieben werden können.

Im zweiten Schritt kann mit dem aus den Simulationen bekannten Steifigkeitsverlauf, mit dem vom Biegebalken bekannten a/W -Verhältnis sowie der experimentell bestimmten Biegesteifigkeiten die aktuelle Risslänge zu jedem Zeitpunkt des Experimentes berechnet werden. Hierfür wird ein homogener und gleichmäßiger Rissfortschritt angenommen.

4.7 Orientierungsmikroskopie

4.7.1 Physikalische Grundlagen und Auflösung

Die Orientierungsmikroskopie (engl. *electron backscatter diffraction*, EBSD) ermöglicht die Bestimmung einzelner Kornorientierungen, einer möglicherweise im Material vorhandenen Textur, Orientierungsbeziehungen beispielsweise in Hinblick auf Korngrenzen, sowie Phasenidentifikationen und -verteilungen in Werkstoffen [112]. Treffen hochenergetische Elektronen, wie in Abbildung 4.18 (a) skizziert ist, fokussiert auf ein entsprechendes Probenvolumen, werden die Elektronen zuerst inelastisch gestreut, wobei sie lediglich einen kleinen Anteil ihrer Energie verlieren. Treffen sie im Anschluss auf die Gitterebenen, welche die Bragg-Bedingung nach Formel 4.4 erfüllen, erfolgt eine elastische Streuung, wobei typische EBSD-Muster auf einem Phosphorschirm entstehen.

$$n \lambda = 2 d \sin\theta,$$

mit n als einer natürlichen Zahl, die die Beugungsordnung angibt, λ der Wellenlänge der Elektronen, d der Gitterebenenabstand und θ der Winkel zwischen einfallendem Elektronenstrahl und der Gitterebene. Diese Muster, auch *Pattern* genannt, bestehen aus vielen einzelnen und der Kristallstruktur entsprechenden Paaren aus *Kikuchi-Linien*, so wie in Abbildung 4.18 (b) zu erkennen. Sie entsprechen der Projektion der rückgestreuten und kohärent gebeugten Elektronen, die die Materialoberfläche in Form der *Kossel-Kegeln* verlassen, auf den Phosphorschirm.

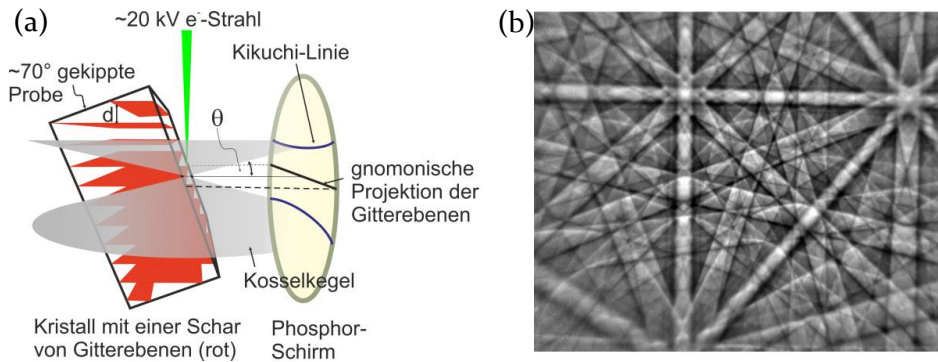


Abbildung 4.18: (a) schematische Darstellung einer EBSD-Messung nach $[113]$ zur Erzeugung des in (b) dargestellten Kikuchi-Patterns für Wolfram bei 20 kV.

In dieser Arbeit wurde das automatisierbare Softwarepaket *AZtec* und der *Nordlys II* EBSD-Detektor verwendet (beides *Oxford Instruments*, England). Zur quantitativen Bestimmung von Versetzungsdichten um Risspitzen ist auf die Erzeugung qualitativ hochwertiger EBSD-Pattern Wert zu legen. Hierbei sind bei der Aufnahme der Kikuchi-Linien – neben dem richtigen Abstand zwischen Probe und Detektor sowie Arbeitsabstand der Probe – einige Aspekte zu beachten. Eine entsprechende Korrektur des Hintergrunds, eine passende zentrale Ausleuchtung des Detektors mit der richtigen Helligkeit und ausreichend Kontrast sowie eine hohe Bildauflösung (in dieser Arbeit meist über ein 1×1 oder 2×2 *Binning* realisiert) sind von großer Bedeutung. Jedoch kann es folglich zu einer längeren Belichtungszeit (in etwa 300 ms bis 500 ms pro Scanpunkt) kommen, die wieder-

rum zu einer längeren Messzeit führt. Aus diesem Grund wurde vereinzelt bei langen Messungen auch mit einer Driftkorrektur gearbeitet. Nachdem in der vorliegenden Arbeit lediglich Einkristalle mit bekannter Kristallstruktur mittels EBSD untersucht wurden, hätte die Anzahl der zu detektierenden Bänder aus Zeitgründen herabgesetzt werden können. Es zeigte sich jedoch, dass eine bessere Winkelauflösung mit ansteigender Zahl an Bändern (bis etwa 7-8) erreichbar war.

Um die Indizierung der aufgenommenen Pattern zu verbessern wurde die *Hough*-Auflösung erhöht und die in der Software auswählbare Methode *Refined Accuracy* angewendet. Hierbei kann eine verbesserte Indizierung automatisch vorgenommen werden, indem ein bereits durch das konventionelle Verfahren indiziertes Paar von Kikuchi-Linien durch den nun bekannten Bragg-Winkel simuliert wird [114]. Im Anschluss wird das simulierte Band an das detektierte Band gefittet und dadurch die drei bestimmten Euler-Winkel noch einmal verfeinert. Nach erfolgter Indizierung wird unter anderem eine Orientierungsabweichung (engl. *mean angular deviation*, MAD) zwischen den gemessenen und den simulierten Pattern sowie ein Wert für deren Qualität angegeben. Der MAD-Wert hängt dabei von der Güte der erzeugten Pattern ab und befindet sich zwischen null und zwei, wobei null die exakte Lösung widerspiegelt und ein hoher Wert bedeutet, dass es eine zweite Lösung mit gleicher Wahrscheinlichkeit gibt. In den hier durchgeführten EBSD-Messungen betrug der MAD-Wert im Mittel 0,3. Werden für konventionelle EBSD-Messungen Winkelauflösungen zwischen $0,5^\circ$ und $0,7^\circ$ berichtet [115], so ist je nach verwendetem Detektor nach [114] entsprechend der verwendeten Indizierungsmethodik eine verbesserte Auflösung von bis zu $0,05^\circ$, also einem Faktor von 10, für konventionelle EBSD-Messungen möglich. Die Winkelauflösung für den in dieser Arbeit verwendeten Detektor bei den eben beschriebenen Parametern liegt demzufolge bei ca. $0,3^\circ$ und gleicht dem erzielten MAD-Wert.

Es gibt moderne, jedoch weitaus zeitintensivere Methoden zur Erhöhung der Winkelauflösung. Diese wurden jedoch nicht verwendet und sollen deshalb im Folgenden nur kurz beschrieben werden. Zum einen gibt es eine 3-D Hough-Methode, bei der ein weiterer Parameter bei der Überführung der Kikuchi-Linien in den Hough-Raum eingeführt wird und somit eine verbesserte Indizierung erreicht wird [116]. Es werden hier Winkelauflösungen von $0,01^\circ$ berichtet. Eine weitere Technik stellt die sogenannte Kreuzkorrelation (engl. *cross-correlation*) dar [117]. Hier werden relative Pixelverschiebungen mittels zweier aufgezeichneter EBSD-Pattern errechnet und zu einer Genauigkeit von bis zu 0,05 Pixeln, was

einer Winkelauflösung von $0,005^\circ$ gleichgesetzt werden kann, bestimmt. Dies führt zum entscheidenden Vorteil, dass somit bereits kleine elastische Dehnungen wie sie beispielsweise in Dünnschichtsystemen auftreten nicht nur präzise, sondern in Hinblick auf konventionelle Messmethoden überhaupt bestimmt werden können.

4.7.2 Bestimmung von Versetzungsdichten

Versetzungsdichten aus EBSD-Messungen werden rein über die GNDs quantifiziert [118,119]. Nur sie erzeugen auf Grund von geometrischen Zwängen lokale Dehngradienten im Kristallgitter und somit ebenfalls Orientierungsunterschiede in Einkristallen. Demgegenüber generieren statistisch gespeicherte Versetzungen (engl. *statistically stored dislocations*, SSDs) keine Rotationsgradienten und können entsprechend mittels EBSD nicht detektiert werden, da sie in einem Referenzvolumen bezüglich ihrer Burgersvektoren einen Nettobetrag von Null erzeugen. SSDs erhöhen jedoch den Rauschpegel in den Messungen, in denen Orientierungsunterschiede gemessen werden. Motz et al. [35] beschreiben, wie die Versetzungsdichte von GNDs ρ_{GND} näherungsweise durch 2D Rotationsgradienten bestimmt wird. Dies ist für den Fall einer Biegung, bei der das Kristallgitter um den Gesamtwinkel ω verkippt wird, in Abbildung 4.19 (a) schematisch dargestellt.

Die dargestellten Versetzungen kompensieren die geometrisch auferlegten Rotationsgradienten und führen zu einer Krümmung κ des Kristallgitters ähnlich einer Kleinwinkelkorngrenze. Der Zusammenhang für eine partielle Verkipfung, bei der sich mehrere Versetzungen entsprechend der Probenhöhe übereinander befinden, dem Abstand h sowie dem Betrag des Burgersvektors b ist für kleine Winkel näherungsweise:

$$\Delta\omega \approx \frac{b}{h} \quad 4.5$$

Für die gesamte Verkipfung, bei der N solcher Anordnungen im Abstand d zueinander vorliegen, und eine gewisse Zone x plastisch verformen ist folglich:

$$\omega = N \cdot \Delta\omega = \frac{x}{d} \cdot \Delta\omega = \frac{x}{d} \cdot \frac{b}{h} \quad 4.6$$

Über den mittleren Abstand d_{GND} kann die mittlere Versetzungsdichte ρ_{GND} berechnet werden (für $h \approx d$):

$$\rho_{GND} = \frac{1}{d_{GND}^2} = \frac{\omega}{xb} \quad 4.7$$

Man sieht so sehr deutlich, dass die Versetzungsdichte direkt proportional zur lokalen Krümmung des Kristalls $\kappa = \omega/x$ bzw. zum Dehngradienten ist und ansonsten nur vom Betrag des Burgersvektors abhängig ist.

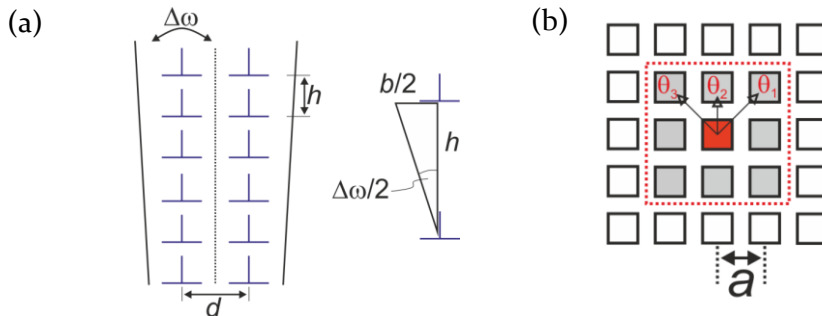


Abbildung 4.19: (a) optimale Anordnung von GNDs zur Aufnahme lokaler Dehngradienten nach [35] und (b) Analyse des mittleren Orientierungsunterschiedes zum ersten Nachbarn in einem 3×3 -Feld, angepasst nach [120].

Diese theoretischen Schritte werden nun auf die EBSD-Messung angewendet. Neben verschiedenen weiteren Methoden der Ermittlung von Dehnungen und Versetzungsdichten [120–122] beruht die KAM-Analyse (engl. *kernel average misorientation*) darauf, mittlere Orientierungsunterschiede zwischen einem zentralen und dessen benachbarten Scanpunkten in einem vordefinierten Umfeld zu berechnen [120]. Dies ist in Abbildung 4.19 (b) aufgezeigt für ein quadratisches Gitter und der nächst-Nachbarn-Auswertung – hier ein 3×3 -Kernel. Dabei ergibt sich allgemein für ein quadratisches Gitter folgender Zusammenhang:

$$KAM = \frac{1}{8n} \sum_{i=1}^n \theta_i = \bar{\theta}, \quad 4.8$$

wobei n dem n -ten Nachbarn entspricht und θ_i den jeweiligen Orientierungsunterschieden. Für die Berechnung werden außerdem der Umfang $L = 4a(2n+1)$ sowie die Fläche $A = a^2(2n+1)^2$ des betrachteten Feldes benötigt, wobei a die Schrittweite ist. Die Schrittweite ist ein wichtiger Faktor in diesen Messungen. Sie darf aus einer Fülle von Gründen je nach untersuchter Mikrostruktur weder zu klein noch zu groß sein [120]. In den hier gezeigten Untersuchungen schwankte sie zwischen 50-100 nm, um eine gute Auflösung bei gleichzeitig niedrigem Messrauschen θ_0 zu erhalten. Somit lässt sich ρ_{GND} wie folgt ermitteln:

$$\rho_{GND} = \frac{(\bar{\theta} - \theta_0)}{b} \cdot \frac{L}{A} = \frac{(\bar{\theta} - \theta_0)}{b} \cdot \frac{4}{a(2n+1)} \quad 4.9$$

5 Mikrobiegebalkenversuche in NiAl

In diesem Kapitel werden die experimentellen Ergebnisse der NiAl- und NiAl(Fe)-Einkristalle dargestellt. Von Interesse sind hierbei insbesondere die Orientierungsabhängigkeit, die Größeneffekte sowie der duktilisierende Effekt von Eisen. In Kapitel 5.1 erfolgt eine Vorstellung der eingesetzten und neu entwickelten Methoden am Beispiel der NiAl-Einkristalle. Am Ende dieses Kapitels erfolgen für NiAl zusammen mit NiAl(Fe) ein tabellarischer Überblick der Ergebnisse zur Bruchzähigkeit, eine Zusammenfassung und die Diskussion der Ergebnisse.

5.1 NiAl-Einkristalle

Zum besseren Verständnis werden für NiAl stets die gleichen Farben in den jeweiligen Darstellungen gewählt. Es werden zwei Rissysteme untersucht, welche in Abbildung 4.3 bereits vorgestellt wurden:

- **weiche Orientierung** $\langle 110 \rangle \{110\}$
- **harte Orientierung** $\langle 110 \rangle \{100\}$

Die Ergebnisse werden dabei in die in-situ im REM und in die ex-situ mit Hilfe der Nanoindentierungssysteme durchgeführten Experimente untergliedert.

5.1.1 Auswertung nach der LEFM

5.1.1.1 Weiche Orientierung $\langle 110 \rangle \{110\}$

In-situ Versuche

In Abbildung 5.1 (a) sind exemplarisch drei Kraft-Verschiebungs-Kurven von in-situ getesteten Mikrobiegebalken der weichen Orientierung mit einem Größenverhältnis $L/W/B$ von ca. $7/2,5/2$ dargestellt. Auf Grund leicht unterschiedlicher Probenabmessungen und eines von Versuch zu Versuch variierenden Hebelarms, erscheinen die Proben unterschiedlich

steif. Unter Verwendung von Formel 2.3 ist eine Normalisierung der Kraft auf die Geometrie möglich. Auch eine Normalisierung der Verschiebung bezüglich der gesamten Verschiebung bis zum Sprödbbruch ist sinnvoll, da ein größerer Hebelarm im Allgemeinen auch zu größeren Verschiebungen führt, wie in (a) zu erkennen ist. Die so entstandenen Kurven fallen im anfänglichen linear-elastischen Bereich aufeinander, wie in Abbildung 5.1 (b) aufgezeigt ist. Jedoch streuen die Daten leicht bei größeren Verschiebungen, bei denen eine Abweichung vom linearen Verhalten gefunden wird. In diesem Bereich findet plastische Verformung, die bei Betrachtung der Balken im SE-Kontrast jedoch schwer erkennbar ist, an der Risspitze statt. Eine Parameterstudie bei verändertem a/W -Verhältnis von $0,2 \leq a/W \leq 0,45$ wurde durchgeführt. Dabei wurden dieselben Verläufe für die Spannungsintensitätsfaktoren erhalten. Für die in-situ Versuche wurde deshalb versucht, ein konstantes Verhältnis von $a/W \approx 0,3$ einzustellen.

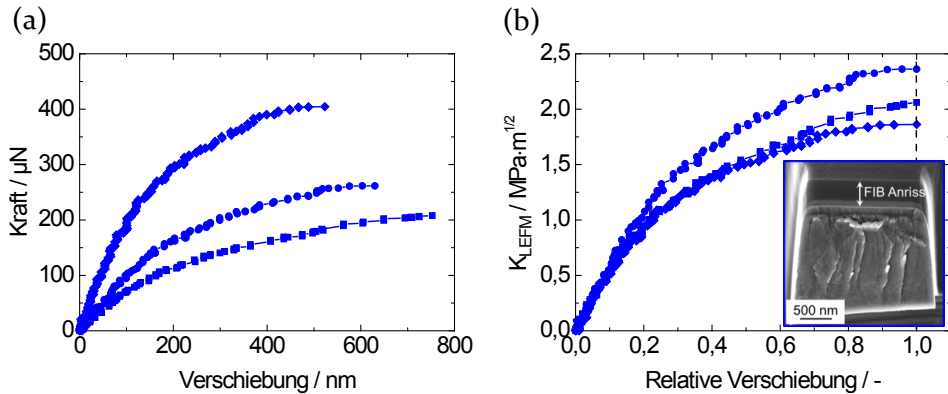


Abbildung 5.1: (a) Kraft-Verschiebungs-Kurven der weichen Orientierung und (b) Spannungsintensitätsfaktoren als Funktion der relativen Verschiebung bis zum Sprödbbruch (gestrichelte Linie); das REM-Bild zeigt eine typische Bruchfläche.

Allen Proben der weichen Orientierung ist gemein, dass sie durch Sprödbrechung versagten, wobei in manchen Experimenten kurz vor dem Bruch etwa 100-200 nm stabiler Rissfortschritt beobachtet wurde. Eine Auswertung nach LEFM gemäß der ASTM Norm [9] ist nicht gültig, da der Quotient F_{max}/F_q größer als 1,1 ist. Die Kurven dienen deshalb lediglich zur Vergleichbarkeit. Näherungsweise ist eine Abschätzung der Bruchzähigkeit über die LEFM möglich, wie von Iqbal et al. [46] gezeigt wurde. Wird $F = F_{max}$ in Formel 2.3 gesetzt, ergibt sich für die in-situ Versuche der

weichen Orientierung ein $K_{IQ,LEFM}$ von $2,1 \pm 0,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Der hier angegebene Wert sowie die im Folgenden berechneten Bruchzähigkeiten sind stets Mittelwerte aus den jeweiligen Messungen sowie der Standardabweichung. Eine detailliertere Beschreibung des Messfehlers wird im Anhang in Kapitel 8.1 gegeben. Der Index Q drückt dabei aus, dass der berechnete Wert gemäß der Norm [9] nicht allen Bedingungen genügt und lediglich ein „konditioneller“ Wert bestimmbar ist.

Ex-situ Versuche

In Abbildung 5.2 (a) sind zwei nach der LEFM ausgewertete Kurven von ex-situ Mikrobalken im Vergleich mit zwei Kurven der in Abbildung 5.1 (b) gezeigten in-situ Balken dargestellt. Hierfür wurde der keilförmige Eindringkörper mit Spitzenradius von $5 \mu\text{m}$ gewählt. Die ex-situ Balken besitzen ein Größenverhältnis $L/W/B$ von ca. $30/9/7$ und sind durch dasselbe Bruchverhalten wie die kleineren Balken charakterisiert. In Abbildung 5.2 (b) sind zwei REM-Bilder zum Größenvergleich bei gleichem Maßstabsbalken dargestellt. Zur Bestimmung des R-Kurvenverhaltens wurden partielle Entlastungen bei den Versuchen durchgeführt. Diese sind jedoch für die Auswertung nach der LEFM irrelevant und werden erst in Kapitel 5.1.3 detaillierter behandelt.

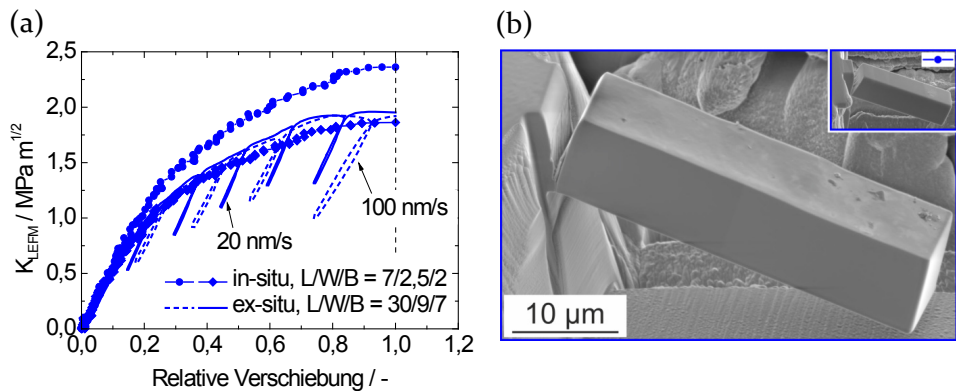


Abbildung 5.2: (a) Spannungintensitätsfaktoren als Funktion der relativen Verschiebung bis zum Sprödbruch für die weiche Orientierung; zwei ex-situ bei unterschiedlichen Verschiebungsraten getestete Biegebalken mit partiellen Entlastungssegmenten sind mit zwei in-situ Balken aufgetragen und (b) REM-Bilder zum Größenvergleich.

Auf ein linear-elastisches Belastungssegment folgt ein Bereich, in dem plastische Verformung an der Risspitze stattfindet, ehe die ex-situ

Proben bei ca. $1,8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ durch Spaltbruch versagen. Ein Größeneffekt wurde somit auf dieser Längenskala für die weiche Orientierung nicht gefunden. Wie außerdem zu erkennen ist, ist keine Belastungsratenabhängigkeit vorhanden, da ex-situ Versuche bei 20 nm/s die gleichen Ergebnisse liefern wie Versuche bei 100 nm/s . Auf Grund des Spitzenrundungsradius von $\sim 5 \text{ }\mu\text{m}$ des Eindringkörpers wird ein reines Biegemoment erhalten, da der Kontakt zwischen Eindringkörper und Biegebalken rein elastisch bleibt. Jedoch weisen die unterschiedlich stark ausgeprägten Hystereseschleifen beider Proben im Entlastungs- und Wiederbelastungsbereich auf eine möglicherweise leicht abgeänderte Kontaktlinie hin.

5.1.1.2 Harte Orientierung $\langle 110 \rangle \{100\}$

In-situ Versuche

In Abbildung 5.3 (a) sind drei beispielhafte Kurven für die harte Orientierung dargestellt. Nach einem linear-elastischen Belastungssegment folgt für alle Kurven ein ausgeprägtes Verfestigungsverhalten. In etwa nach Erreichen des Kraftmaximums (bei ca. 2000 nm) setzt stabiler Rissfortschritt ein, der erst bei weiterer Durchbiegung (ab $\sim 3000 \text{ nm}$) unkontrollierbar wird. Der Kraftabfall nach Überschreiten des Maximums ist auf den sich reduzierenden Biegequerschnitt zurückzuführen. Die Spannungsintensitätsfaktoren für die drei Kurven, die in Abbildung 5.3 (b) dargestellt sind, sind bis zu dem in (a) erkennbaren Maximum berechnet.

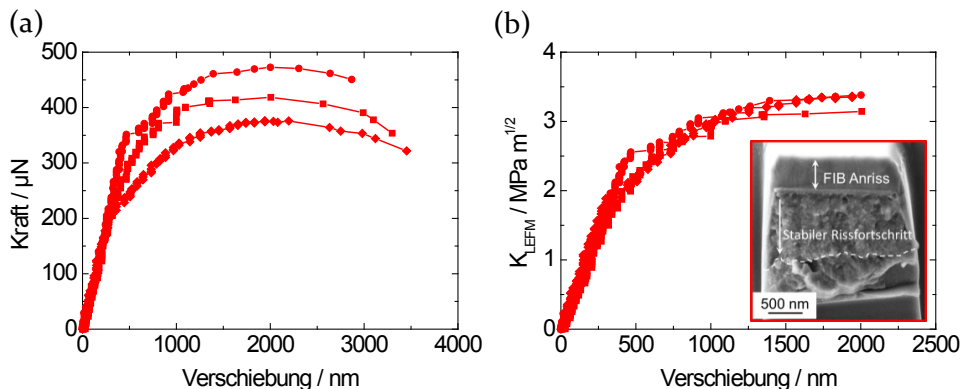


Abbildung 5.3: (a) Kraft-Verschiebungs-Kurven der harten Orientierung und (b) Spannungsintensitätsfaktoren als Funktion der Verschiebung bis zum einsetzenden stabilen Rissfortschritt; das REM-Bild zeigt eine typische Bruchfläche.

Ebenso wie für die weiche kann auch für die harte Orientierung die Bruchzähigkeit nach der LEFM nur abgeschätzt werden, wobei sich $K_{IQ,LEFM}$ zu $3,5 \pm 0,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ergibt, wenn die Auswertung wiederum über F_{max} erfolgt. Im Vergleich zur weichen Orientierung werden deutlich größere Spannungsintensitätsfaktoren und Verschiebungen erreicht, was eine ausgeprägtere plastische Verformung an der Risssspitze anzeigt.

Ex-situ Versuche

In Abbildung 5.4 (a) ist ein ex-situ Versuch für die harte Orientierung bei einer konstanten Verschiebungsrates des Eindringkörpers von 100 nm/s dargestellt. Wiederum sind zur Vergleichbarkeit des Bruchverhaltens nach der Auswertung mittels LEFM direkt die Spannungsintensitätsfaktoren aufgetragen. Hier jetzt über das Maximum hinaus, um die Darstellung der partiellen Entlastungen im ex-situ Versuch zu ermöglichen. Diese sind jedoch für die LEFM-Auswertung in diesem Kapitel nicht weiter zu beachten. Wird das Kraftmaximum erneut als die charakteristische Größe zur Berechnung verwendet, werden Bruchzähigkeiten von ca. $3,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ für die harte Orientierung erreicht. Die Auftragung erfolgt zur Vergleichbarkeit der zwei Balkengrößen, für die in Abbildung 5.4 (b) REM-Bilder gezeigt sind, als Funktion der relativen Verschiebung bis zum spontanen Versagen durch instabilen Rissfortschritt.

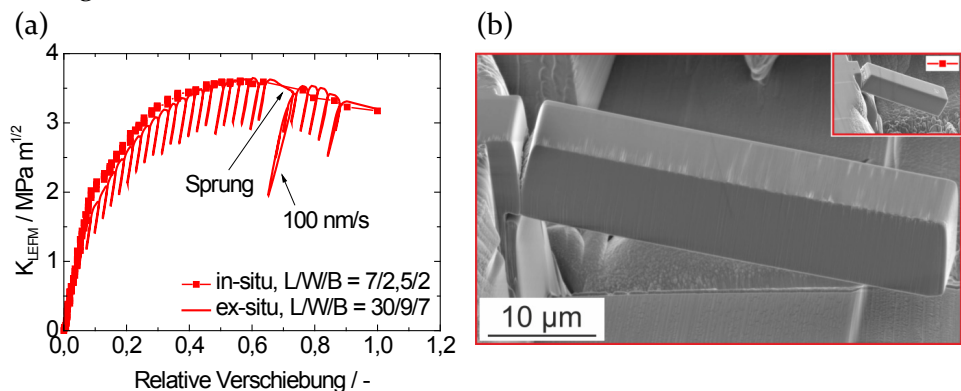


Abbildung 5.4: (a) Spannungsintensitätsfaktoren als Funktion der relativen Verschiebung bis zum unkontrollierbaren Rissfortschritt für die harte Orientierung; ein ex-situ Versuch bei einer Verschiebungsrates von 100 nm/s mit partiellen Entlastungssegmenten ist zusammen mit einem in-situ Balken aufgetragen und (b) REM-Bilder zum Größenvergleich.

Beide Mikrobiegebalken zeigen mit Erreichen des Kraftmaximums einen kleinen Sprung auf, der gestützt durch in-situ Beobachtungen am kleineren Balken auf einsetzenden stabilen Rissfortschritt zurückzuführen ist. Auch für die harte Orientierung ist somit ein Größeneffekt in der Bruchzähigkeit auf der gezeigten Skala auszuschließen. Zusätzliche Versuche bei einer Verschiebungsrate von 20 nm/s ergaben hierbei die gleichen Verläufe der Spannungsintensitätsfaktoren. Ein belastungsratenabhängiges Verhalten in diesem Bereich ist so auszuschließen.

5.1.2 Auswertung mittels CTOD

Eine bessere Bestimmung der Bruchzähigkeit erlauben die Methoden der EPFM. Wie in Kapitel 2.1.3.1 beschrieben, ist die Basismethode auf das CTOD-Verfahren anwendbar, wenn die Rissmündungsöffnungen per digitaler Bildkorrelation aus den REM-Bildern ermittelt werden. Die CTOD-Auswertung erfolgte deshalb lediglich für die in-situ Versuche. In Abbildung 5.5 (a) sind für die weiche und die harte Orientierung exemplarische Verläufe gezeigt.

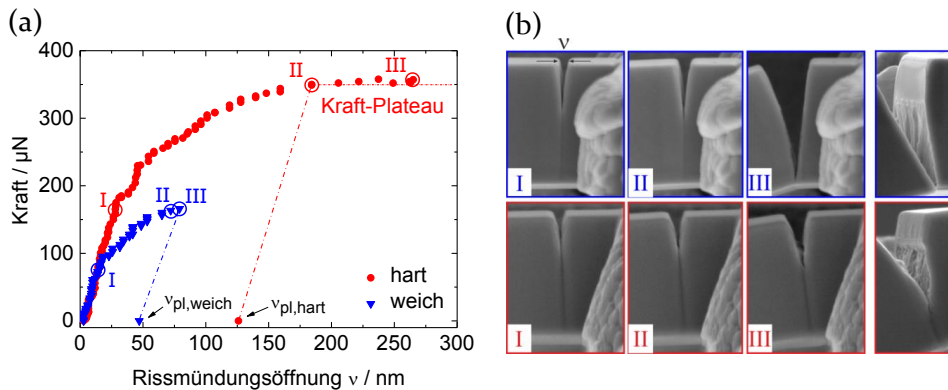


Abbildung 5.5: (a) Kraft-CMOD-Kurven für die weiche und die harte Orientierung und (b) Abfolgen von REM-Bildern für die in (a) mit römischen Buchstaben gekennzeichneten Punkte; zusätzlich ist zu jeder Orientierung ein REM-Bild nach Versuchsende bei leichter seitlicher Verkipfung zur Veranschaulichung der Bruchflächen gezeigt.

Für die weiche Orientierung ergibt sich wiederum ein kurzes linear-elastisches Belastungssegment, gefolgt von einem Bereich mit plastischem Anteil. Kurz vor Versagen durch Sprödbbruch lässt sich im REM-Bild mar-

ginal Rissfortschritt beobachten (Teilbild II). Beim Blick auf die glatte Bruchfläche ist so bei manchen Proben eine Arrestlinie auszumachen. Die Stufen auf der sonst glatten Bruchfläche sind mit einer leichten Fehlorientierung von $1-2^\circ$ zur $\langle 110 \rangle$ -Balkenlängsachse zu erklären.

Für die harte Orientierung werden deutlich höhere Kräfte und auch größere Werte für v_{pl} bei vergleichbarer Geometrie erreicht. Bei vielen Versuchen wurde ein Kraft-Plateau im Kurvenverlauf gefunden. War dies der Fall, so wurde der Beginn dieses Plateaus (siehe Kurvenpunkt II) für die Konstruktion der Hilfsgeraden verwendet. Diese Vorgehensweise lässt sich gut mit den REM-Beobachtungen in Einklang bringen, da in der REM-Bilderabfolge von II auf III klar Rissfortschritt zu erkennen ist. Dieses Mal ist die Bruchfläche deutlich von der ausgeprägten plastischen Verformung an der Risspitze geprägt. Sie erscheint sehr uneben und rau mit vielen Vertiefungen. Auch in der Bruchzähigkeit ergeben sich erwartungsgemäß große Unterschiede zwischen beiden Rissystemen. Zu deren Berechnung über das CTOD-Verfahren wird die Fließspannung des Materials benötigt. Es ist bekannt, dass Dehngradienten an Risspitzen und speziell bei kleinen Probendimensionen und auch die begrenzte Anzahl aktiver Versetzungsquellen einen Größeneffekt auf die Fließspannung haben können [14,35]. Dieser mögliche Einfluss auf die Fließspannung wird in dieser Auswertung jedoch vernachlässigt. An Stelle dessen werden makroskopische Werte für die Fließspannung aus Druckversuchen verwendet. Neben einem d_n von 0,5, das die Verfestigung von NiAl gemäß [24] im EDZ charakterisiert, wurden deshalb nachfolgende Werte eingesetzt: $\sigma_{Y,weich} = 150$ MPa und $\sigma_{Y,hart} = 1400$ MPa. So ergibt sich ein $K_{IQ,\delta}$ zu $1,8 \pm 0,3$ MPa·m^{1/2} und $7,9 \pm 0,6$ MPa·m^{1/2} für die weiche bzw. harte Orientierung.

5.1.3 Auswertung mittels J-Integral

5.1.3.1 Weiche Orientierung $\langle 110 \rangle \{110\}$

Basismethode

Zur Auswertung mittels J-Integral wurde einerseits die Basismethode herangezogen. Das R-Kurvenverhalten war für die in-situ Versuche aus Gründen mangelnder Präzision nicht durchführbar. Jedoch war auf Grund der in-situ Beobachtungen im REM der Punkt des Rissfortschritts sehr gut zu bestimmen. Wie bereits oben beschrieben, fand für die weiche Orientierung nur sehr begrenzt stabiler Rissfortschritt statt und die Probe

versagte unmittelbar darauf durch Spaltbruch. Deshalb wurde die gesamte Fläche A_{pl} unter der Kurve zur Auswertung herangezogen, wie in Abbildung 5.6 (a) für eine der bereits in Abbildung 5.1 (a) vorgestellten Kurven näher erläutert ist.

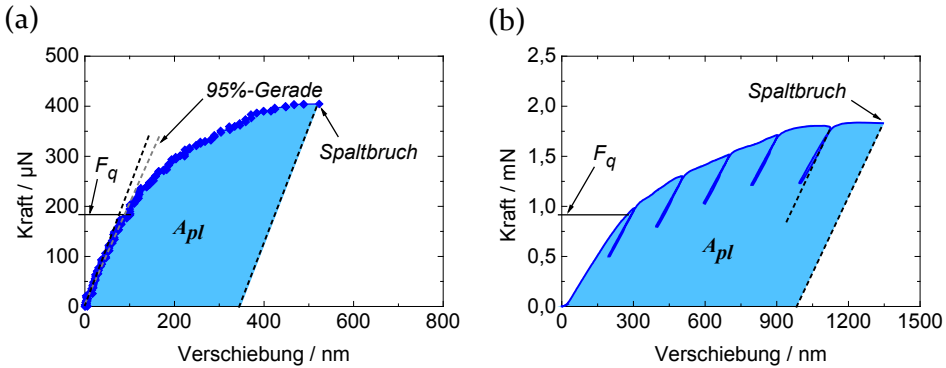


Abbildung 5.6: Auswertung mit der Basismethode an Hand der Kraft-Verschiebungs-Kurven der weichen Orientierung für (a) einen in-situ und (b) einen ex-situ Versuch.

Für die ex-situ Versuche, für die exemplarisch in Abbildung 5.6 (b) eine Kurve dargestellt ist, erfolgte die Auswertung ebenfalls über die Basismethode. Jedoch wurde die plastische Fläche dieses Mal mittels der Steifigkeit aus dem letzten Entlastungssegment vor dem Bruch an Stelle der Steifigkeit aus der anfänglichen Belastung wie in den in-situ Experimenten berechnet. Nach den Formeln 2.12 und 2.13 betragen die so ermittelten Bruchzähigkeiten $K_{IQ,J} = 3,7 \pm 0,2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ für die in-situ und $K_{IQ,J} = 3,2 \pm 0,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ für die ex-situ Versuche. Im Rahmen der Messgenauigkeit stimmen diese Ergebnisse folglich gut überein. Jedoch ist der an Hand der ex-situ Versuche bestimmte Wert genauer, da bei ihm die Entlastung vor Versuchsende berücksichtigt wurde.

Risswiderstandsverfahren – Methode mit partiellen Entlastungen

Zur Ermittlung des R-Kurvenverhaltens wurde die in Abbildung 4.11 (a) beschriebene Methode eingesetzt. Allerdings ist das über die partiellen Entlastungen erhaltene R-Kurvenverhalten für die weiche Orientierung auf Grund des Versagens durch Spaltbruch und des nicht sehr ausgeprägten Rissfortschritts nicht besonders aussagekräftig. Auch war die Streuung in den Nachgiebigkeiten zu groß, um ein kritisches J-Integral zu berech-

nen. Aus diesen Gründen wurde direkt auf die im folgenden Abschnitt vorgestellte Methode mit CSM-Signal übergegangen.

Risswiderstandsverfahren – Methode mit CSM-Signal

Durch die Verfügbarkeit des CSM-Modus im Nanoindentierungssystem ist eine kontinuierliche Aufzeichnung der Risswiderstandskurve möglich. Für die in Abbildung 4.11 (b) vorgestellte Technik wurde stets der spitze keilförmige Eindringkörper, der bessere Kontaktbedingungen bietet, verwendet. In Abbildung 5.7 (a) ist neben dem Spannungsintensitätsfaktor ebenfalls die bereits über die harmonische Kontaktsteifigkeit berechnete Biegesteifigkeit des getesteten Balkens für die weiche Orientierung aufgetragen.

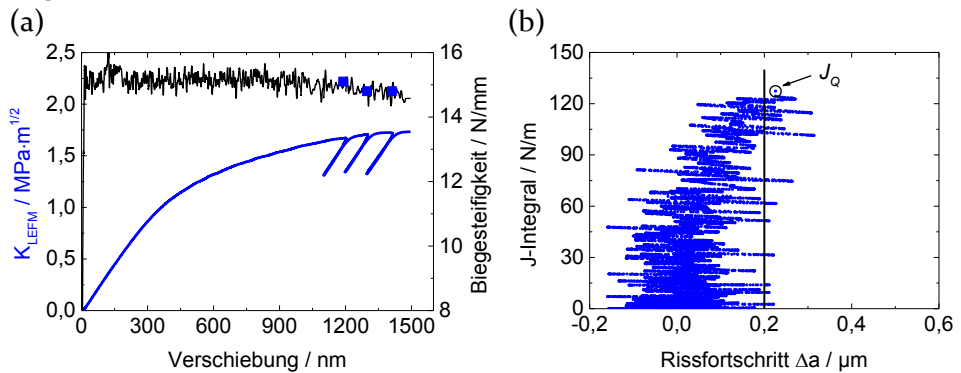


Abbildung 5.7: NiAl weiche Orientierung: (a) Spannungsfaktor und Biegesteifigkeit als Funktion der Verschiebung bis zum Sprödbruch und (b) die kontinuierliche Risswiderstandskurve.

Im gezeigten Versuch wurden außerdem drei partielle Entlastungen durchgeführt. Aus diesen lassen sich ebenfalls die Biegesteifigkeiten (viereckige blaue Symbole) für die entsprechenden Abschnitte berechnen. Es zeigte sich hierbei eine gute Übereinstimmung der beiden Methoden hinsichtlich der Biegesteifigkeiten. Auch mittels des CSM-Signals, über das der nahezu konstante Verlauf der Biegesteifigkeit ersichtlich ist, ließ sich das spröde Verhalten der weichen Orientierung gut dokumentieren. Durch die in Abbildung 5.7 (b) dargestellte Risswiderstandskurve ist erkennbar, dass kaum mehr als 0,2 μm stabiler Rissfortschritt vor dem Einsetzen des Spaltbruchs erreicht wird. Rissfortschritt ist bis zu einem J-Integral von ~50 N/m nicht erkennbar. Im Anschluss knickt die Kurve leicht ab, wobei das Messrauschen eine präzisere Beschreibung

verhindert. Um hier einen kritischen Wert J_Q angeben zu können, wurde in der Methode eine vertikale Linie, die die Abszisse bei $0,2 \mu\text{m}$ schneidet, definiert. Dieser Wert wurde in dieser Arbeit in Anlehnung an die Angabe im ASTM Standard [26] gewählt. In letzterem wird für makroskopische Proben eine Rissabstumpfungsgerade vorgeschlagen, die die Abszisse bei $0,2 \text{ mm}$ schneidet. Da dies auf der mikroskopischen Skala nicht durchführbar ist und Werte unterhalb von $0,2 \mu\text{m}$ auf Grund von Messrauschen bzw. Messfehlern als zu unsicher gelten, wurde der Wert von $0,2 \mu\text{m}$ eingeführt. Er stellt eine konservative untere Grenze bei der Berechnung der Bruchzähigkeit dar. Der Schnittpunkt der Daten mit dieser vertikalen Linie soll J_Q darstellen. Ein relativer Wert, wie beispielsweise die $0,2\%$ -Dehngrenze bei der Bestimmung der Streckgrenze in Zugversuchen ist nicht möglich, da stets absolute Werte bei Risswiderstandskurven aufgetragen werden.

Da der Rissfortschritt kaum mehr als $0,2 \mu\text{m}$ in den Experimenten für die weiche Orientierung betrug, wurde in diesem Fall J_{max} stets gleich J_Q gesetzt. Im Mittel wurde so in zwei gültigen Versuchen ein J_Q von $108 \pm 19 \text{ N/m}$ bzw. eine Bruchzähigkeit von $4,3 \pm 0,4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bestimmt.

5.1.3.2 Harte Orientierung $\langle 110 \rangle \{100\}$

Basismethode

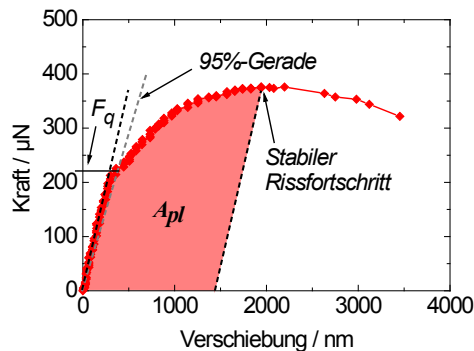


Abbildung 5.8: Auswertung einer Kraft-Verschiebungskurve der harten Orientierung für einen in-situ Versuch mittels der Basismethode.

Wie bereits beschrieben, wurde für die harte Orientierung stabiler Rissfortschritt, welcher stets mit dem Maximum in den Kraft-Verschiebungskurven einherging, mittels REM-Bilder festgestellt. Deshalb wurde A_{pl}

auch nur bis zu diesem charakteristischen Punkt ausgewertet, wie in Abbildung 5.8 für eine der bereits in Abbildung 5.3 (a) gezeigten Kurve demonstriert ist. Es ergab sich so für die Auswertung nach der Basismethode eine Bruchzähigkeit $K_{IQ,J}$ von $8,5 \pm 0,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ aus insgesamt fünf Versuchen.

Risswiderstandsverfahren – Methode mit partiellen Entlastungen

Das diskontinuierliche Verfahren zur Bestimmung der Steifigkeiten war für NiAl in der harten Orientierung auf Grund des ausgeprägten duktilen Bruchverhaltens besser anwendbar als für die weiche Orientierung. Die zum ex-situ Versuch mit partiellen Entlastungen aus Abbildung 5.4 (a) zugehörige Risswiderstandskurve ist in Abbildung 5.9 (a) aufgetragen.

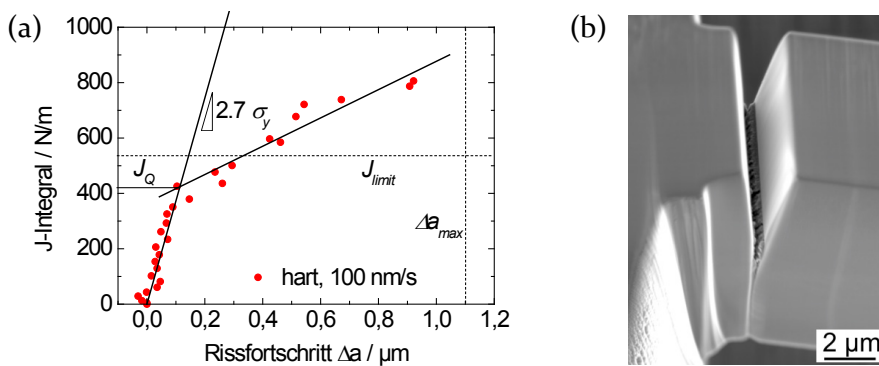


Abbildung 5.9: (a) Risswiderstandskurve für das ex-situ Experiment aus Abbildung 5.4 (a); die Rissabstumpfungsgerade wurde für $\sigma_y = 1400 \text{ MPa}$ berechnet und (b) REM-Bild in Seitenansicht des Biegebalkens nach Versuchsende.

Die Kurve spiegelt das Verhalten eines Materials wieder, das durch Rissabstumpfung gefolgt von stabilem Rissfortschritt charakterisiert wird. Dies ist auch an Hand des in Abbildung 5.9 (b) gezeigten REM-Bildes klar erkenntlich. Typischerweise entspricht die Steigung der Rissabstumpfungsgereaden in etwa der doppelten effektiven Fließspannung. Diese ist wiederum definiert als die Hälfte der Summe aus Streckgrenze und Zugfestigkeit [26]. Dadurch, dass NiAl bei Raumtemperatur eine ausgeprägte Sprödigkeit aufweist, wurde deshalb lediglich die über Druckversuche bestimmte Fließspannung von 1400 MPa verwendet [73]. Die im Experiment gefundene Steigung beläuft sich auf etwa der 2,7-fachen Fließspannung. Dies ist somit in guter Übereinstimmung mit der im Standard [26]

angegebenen Bedingung, dass die Steigung der Rissabstumpfungsggeraden mindestens so groß wie die zweifache Fließspannung sein muss. Nach einem kritischen J-Integral von ca. 400 N/m, ist ein zweiter ansteigender und linear abschätzbarer Trend zu erkennen, der den stabilen Rissfortschritt beschreibt. Das Experiment endet, sobald ab etwa 800 N/m instabiler Rissfortschritt einsetzt.

Gemäß [26] werden ein maximales J-Integral, das als J_{limit} eingetragen ist, und ein maximaler Rissfortschritt Δa_{max} bestimmt. Beide Größen sind von den Probendimensionen, also von der Probendicke B , von der Probenhöhe W sowie vom Anriss a abhängig. Die Bestimmungen hierfür sind in den Formeln 2.17 und 2.18 festgelegt. Während bezüglich des erlaubten Rissfortschritts für alle vier durchgeführten ex-situ Versuche die Bestimmungen eingehalten sind, betragen die Grenzen für das J-Integral $420 \text{ N/m} \leq J \leq 537 \text{ N/m}$. Somit liegen nahezu alle der zur Ermittlung der Regressionsgeraden für den Rissfortschritt benötigten Datenpunkte über dieser Grenze. Es ist zu erwähnen, dass in [26] noch viele weitere Bestimmungen vorgegeben werden, die auf der untersuchten Größenskala nicht einzuhalten sind, wie bereits von Wurster et al. [27] beschrieben. Ermittelt aus vier Versuchen, beträgt die Bruchzähigkeit so $8,9 \pm 0,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Ex-situ Versuche an den größeren Balken und in-situ Versuche an den kleineren Balken zeigen – wie auch bei der weichen Orientierung – eine gute Übereinstimmung in der Bruchzähigkeit.

Risswiderstandsverfahren – Methode mit CSM-Signal

Für die harte Orientierung ist ein Experiment mit CSM-Signal in Abbildung 5.10 (a) gezeigt. Auch über den elastischen Bereich hinaus ist ein konstanter Verlauf der Biegesteifigkeit auszumachen. Erst ab etwa $1 \mu\text{m}$ Durchbiegung nimmt die Steifigkeit sukzessive ab, bis nach etwa $6 \mu\text{m}$ instabiler Rissfortschritt einsetzt. Die über die partiellen Entlastungen berechneten Steifigkeiten (viereckige Symbole) gegen Ende des Versuches stimmen wiederum gut mit den CSM-Daten überein. Die in Abbildung 5.10 (b) dargestellte Risswiderstandskurve gibt das durch ausgeprägte plastische Verformung geprägte Bruchverhalten wider. Ein erstes Abknicken wird nach etwa 75 N/m festgestellt. Im Anschluss steigt der Risswiderstand, wenn auch nicht homogen bis knapp unter $1,2 \mu\text{m}$ an, bevor instabiler Rissfortschritt folgt.

Durch die kontinuierliche Bestimmung der Risslänge ist nun eine verbesserte Auftragung des Spannungsintensitätsfaktors möglich. Wurde bisher immer ein konstantes a/W -Verhältnis zur Berechnung des Geometriefaktors eingesetzt, ist nun so zu jedem Zeitpunkt im Experiment ein bezüg-

lich der aktuellen Risslänge korrigierter Wert $K_{LEFM, \text{korrigiert}}$ zur Auftragung vorhanden. In Abbildung 5.10 (c) ist dieser als Funktion der Zeit zur Ermittlung der lokalen Spannungsintensitätsfaktorrate dK/dt (im Folgenden als Belastungsrate bezeichnet) gezeigt.

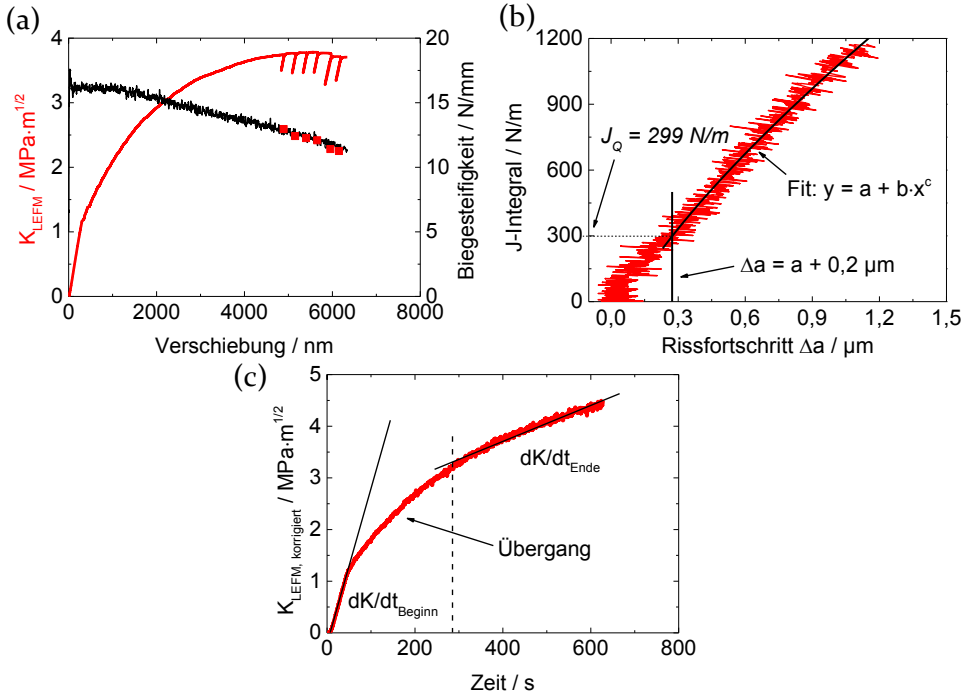


Abbildung 5.10: NiAl harte Orientierung: (a) Spannungsintensitätsfaktor und Biegesteifigkeit als Funktion der Verschiebung bis zum instabilen Rissfortschritt, (b) die kontinuierliche Risswiderstandskurve; mit eingezeichnet ist der Fit zur Bestimmung von J_Q und (c) nach der Risslänge korrigierter Spannungsintensitätsfaktor als Funktion der Zeit zur Ermittlung der lokalen Belastungsrate; die Daten ab der gestrichelten Linie wurden für die Bestimmung der Fitfunktion in (b) herangezogen.

Es ist klar erkennbar, dass mit Überschreiten des linear-elastischen Bereiches die Belastungsrate für den verschiebungskontrollierten Versuch (8 nm/s) abfällt. Dies ist mit der Ausbildung der plastischen Zone erklärbar. Nach Durchschreiten eines Übergangsbereiches, der nach ca. 300 s für das gezeigte Experiment vorbei ist, stellt sich eine zweite und nahezu konstante Belastungsrate ein. Die Daten in diesem Bereich wurden zur Bestimmung von J_Q über den ebenfalls in Abbildung 5.10 (b) gezeigten Fit

herangezogen. Die von der Norm [26] vorgegebene mathematische Form für den Fit ist $y = bx^c$. Er wurde in den zuvor gezeigten Versuchen mit partiellen Entlastungen aus Gründen der Datenanzahl und der Genauigkeit nicht angewendet. Dafür fand wie gezeigt eine lineare Approximation statt. Durch die hohe Datendichte ist nun die dargestellte Fitfunktion einsetzbar. Sie musste für die hier durchgeführten Versuche an der harten Orientierung zur Berücksichtigung einer konstanten Belastungsrate jedoch angepasst werden. Durch Bestimmung des stets positiven Parameters a in der Fitfunktion ist die zur Ermittlung von J_Q notwendige zweite Kurve definiert als $y = a + 0,2 \mu\text{m}$. Aus wiederum zwei gültigen Versuchen wurde so bei einer Belastungsrate von $3,5 \cdot 10^{-3} \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}/\text{s}$ (dK/dt_{Ende}) ein J_Q von 311 N/m und eine Bruchzähigkeit von $7,8 \pm 0,2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ berechnet. Der Vorteil dieser Auswertemethodik, bei der der Rissfortschritt für die ersten 250 nm nicht betrachtet wird, liegt des Weiteren darin, dass ein möglicher Einfluss der Anrissgüte auf Grund der FIB-Präparation eliminiert ist. Auch der ASTM Standard [26] schlägt die Auswertung der Daten mittels Fit erst ab einem bestimmten Wert für den Rissfortschritt vor, was ebenfalls gut zur eingesetzten Methode passt.

Es wird deutlich, dass die beiden vorgestellten Methoden zum J-Integral über die partiellen Entlastungen bzw. das CSM-Signal unterschiedliche Verläufe im Risswiderstandsverhalten im Falle der harten Orientierung liefern. Dies ist auf Belastungsrateneffekte zurückzuführen. Im ersten Fall werden die Steifigkeiten aus größeren Entlastungssegmenten heraus bestimmt, während im zweiten Fall die Steifigkeiten aus den jeweiligen Oszillationen ermittelt werden. Diese Oszillationen betragen nur 2 nm . Bildet sich zu Beginn des Experimentes erst eine plastische Zone aus, so spielt die Art der Bestimmung der Steifigkeit in diesem Bereich eine große Rolle. Der Vorteil der CSM-Methode ist hier, dass sie die Ausbildung der plastischen Zone und die aktuelle Belastungsrate dK/dt besser beschreiben kann. Dies liegt daran, dass das Experiment nicht wie bei den partiellen Entlastungen unterbrochen werden muss. Der Nachteil ist allerdings, dass nur gewisse maximale Belastungsraten einsetzbar sind, da es ansonsten zu Regelungsproblemen kommt. In Folge dessen sind mit CSM-Signal nur die angegebenen und somit recht niedrigen Belastungsraten durchführbar. Jedoch wird der Übergang zwischen Rissabstumpfung und stabilem Rissfortschritt besser durch das CSM-Signal beschrieben. Die ASTM-Norm E 1820 [26] gibt zur Auswertung von Materialien mit Methoden der EPFM an, dass bis zum Erreichen der maximalen Kraft F_{max} im Versuch maximal 3 min vergehen dürfen, und dass die Belastungsrate \dot{K} in diesem

Testabschnitt konstant sein muss. Gerade der letzte Aspekt ist in mikroskaligen Experimenten jedoch schwer einzuhalten.

5.1.4 Vergleich der Ergebnisse

In Abbildung 5.11 sind die in den vorangegangenen Kapiteln vorgestellten Ergebnisse für NiAl in der weichen sowie harten Orientierung dargestellt. Zusätzlich sind Ergebnisse aus makroskopischen Bruchversuchen von Bergmann und Vehoff [83] und Mikrobiegeversuche von Iqbal et al. [46] zum Vergleich dargestellt. Die Autoren werteten ihre Versuche jedoch lediglich nach der LEFM aus.

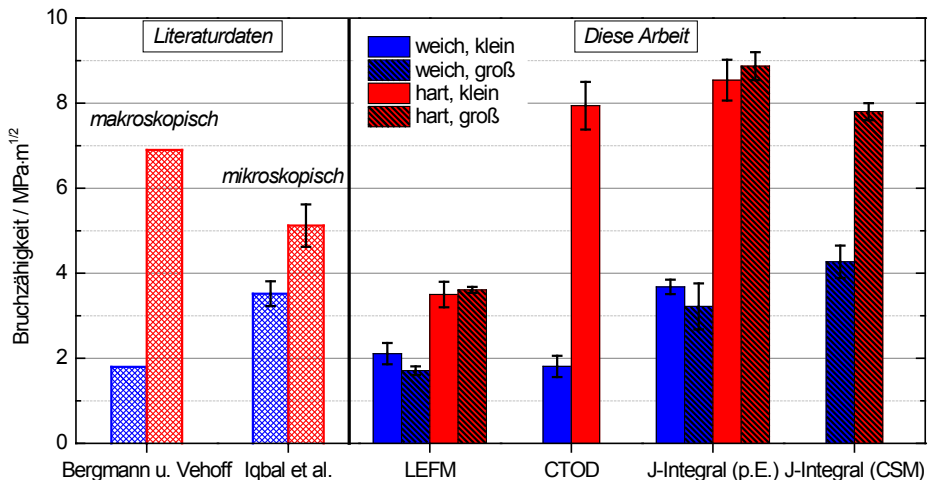


Abbildung 5.11: Die mit den unterschiedlichen Methoden berechneten Bruchzähigkeiten für NiAl für die kleineren und die größeren Biegebalken sind zusammen mit Literaturdaten von Bergmann und Vehoff [83] und Iqbal et al. [46] dargestellt. Für das CTOD-Verfahren war eine Bestimmung der Bruchzähigkeit nur aus den in-situ Versuchen möglich; für die Berechnungen mit dem CSM-Signal wurden lediglich die großen Biegebalken in Betracht gezogen; „p.E.“ bedeutet partielle Entlastung.

Es ist klar ersichtlich, dass die weiche Orientierung für jede gewählte Auswertemethode eine deutlich niedrigere Bruchzähigkeit als die harte Orientierung zeigt. Werden die Mikrobiegebalken rein nach der LEFM ausgewertet, so ergibt sich ebenso wie bei Anwendung des CTOD-Verfahrens eine sehr gute Übereinstimmung mit den Daten aus [83].

Dieses Vorgehen dient somit der Ermittlung einer unteren Grenze. Die von Iqbal et al. [46] ermittelten und leicht erhöhten Werte sind auf den größeren Kerbradius – bedingt durch den Präparationsprozess – zurückzuführen. Aus der Literatur ist für NiAl bekannt, dass ein größerer Kerbradius zu einer erhöhten Bruchzähigkeit führt [78]. Wird die plastische Verformungsenergie in den Proben mit berücksichtigt, so ist erwartungsgemäß über die Auswertung mittels J-Integral für die beiden vorgestellten Methoden eine erhöhte Bruchzähigkeit von $\sim 4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ messbar. Auf Grund des limitierten stabilen Rissfortschritts ist dessen präzise Bestimmung kaum möglich. Für die Auswertung wurde an Stelle dessen das Einsetzen von instabilem Rissfortschritt als Kriterium gewählt. Dieses Vorgehen überschätzt so den wahren Wert der Bruchzähigkeit leicht und stellt somit eine obere Grenze dar.

Die sich während des Biege-/Bruchvorgangs stark plastisch verformende harte Orientierung zeigt je nach Auswerteverfahren deutlich höhere Bruchzähigkeiten. Im Vergleich der nach LEFM ausgewerteten Proben mit der Literatur sind die von Iqbal et al. [46] erhöhten Werte erneut auf einen größeren Kerbradius zurückzuführen. Bezüglich der Daten von Bergmann und Vehoff [83] ist anzunehmen, dass die in dieser Auswertung unberücksichtigte plastische Zone bezüglich der Probendimensionen deutlich unterschiedlich ausfällt. Dadurch, dass sie in den makroskopischen Proben viel kleiner als in den Mikrobiegeproben ist, ist in Folge dessen eine präzisere Bestimmung der Bruchzähigkeit an Hand der größeren Proben zu erwarten. Wird hingegen in der Auswertung die plastische Verformung wie im CTOD-Verfahren oder auch in den beiden J-Integral-Methoden berücksichtigt, so ist eine Erhöhung der Bruchzähigkeit von $\sim 3,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ auf $\sim 8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ zu finden.

Es ist anzumerken, dass der Vergleich mit Versuchsdaten aus makroskopischen Proben schwierig ist. Die lokalen Methoden entsprechen keiner Prüfnorm und müssen wie oben beschrieben basierend auf den bestehenden Standards zur Bestimmung der Bruchzähigkeit angepasst werden. Aus diesem Grund ist der Vergleich unterschiedlicher Materialien unter Anwendung derselben Auswertemethodik besser. In nachfolgendem Kapitel 5.2 werden deshalb die Ergebnisse der Mikrobiegebalkenversuche an den NiAl(Fe) Einkristallen vorgestellt, die dann im Anschluss mit den eben gezeigten Ergebnissen verglichen werden.

5.1.5 Plastische Zone um die Risspitze

Für NiAl sind in Abbildung 5.12 EBSD-Messungen gezeigt. Diese wurden im inneren Bereich von Biegebalken der weichen und harten Orientierung nach durchgeführtem Experiment angefertigt. Die Biegebalken haben ein Größenverhältnis von $(L/W/B \approx 7/2,5/2)$. An Hand von Referenzpunkten, die sich in unverformten Bereichen der Biegebalken und genügend weit weg von der Risspitze befinden, sind die sich im Material befindlichen Misorientierungen aufgetragen. Diese wiederum wurden mittels der Euler-Winkel ausgewertet. Sie stellen die plastisch verformten Bereiche um die Risspitze dar, da das Kristallgitter hier lokal auf Grund von Versetzungsbewegungen rotiert ist. Versetzungsdichten sind derart allerdings nicht quantifizierbar.

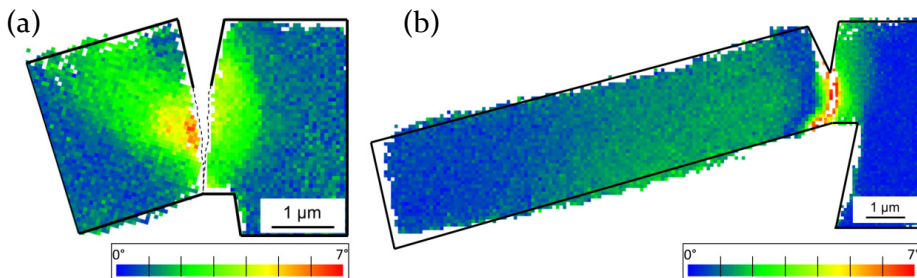


Abbildung 5.12: EBSD-Messungen zur qualitativen Darstellung der plastisch verformten Bereiche über Misorientierungs-Schaubilder von NiAl in der (a) weichen und (b) harten Orientierung.

Weiche Orientierung

Die plastische Zone ist im Falle der weichen Orientierung stark auf den Bereich um die Risspitze beschränkt. In der gezeigten Darstellung ist sie schon sehr ausgeprägt, da die Aufnahme nach dem Spaltbruch, der durch die gestrichelte Linien skizziert ist, entstanden ist. Dennoch sind Misorientierungen von bis zu 7° zu erkennen, die auf Versetzungsaktivität hindeuten. Die asymmetrische Form der plastischen Zone reicht bis zu $1\ \mu\text{m}$ in den Bereich, in dem der Biegebalken eingespannt ist. Auf der anderen Seite des Risses verlaufen die Versetzungen von der Risspitze aus in rückwärtiger Richtung zur Balkenoberseite. Der hier gemessene Winkel von $\sim 135^\circ$ ist in guter Übereinstimmung mit dem vermuteten Gleitsystem des Typs $\langle 100 \rangle \{100\}$ in dieser Richtung, da der Burgersvektor für NiAl bei

Raumtemperatur vom Typ <100> ist [68]. Dieses Gleitsystem wurde bereits für das gleiche Rissssystem von Göken et al. [123] in Vierpunkt-Biegeversuchen für NiAl gefunden.

Harte Orientierung

Für die harte Orientierung hingegen wird ein ganz anderes Verhalten gefunden. Der noch nicht durchtrennte Querschnitt vor der Rissfront ist plastisch stark verformt, was an Hand der großen sehr lokalen Misorientierungen bestimmbar ist. Unmittelbar in der Rissebene ist der Grad der Verformung so hoch, dass keine Indizierung mehr möglich ist. Ein verformter Bereich, in der Misorientierungen von $2-3^\circ$ messbar sind, entwickelt sich in Richtung der Balkenlängsachse. Dies liegt an der großen plastischen Verformung des Biegebalkens selbst durch die großen Durchbiegungen. Diese setzt ein, sobald sich das Material vor der Risssspitze nicht weiter verfestigen kann und der experimentell gemessene stabile Rissfortschritt einsetzt.

Die EBSD-Messungen sind in gutem Einklang mit TEM-Untersuchungen von Baither et al. [124]. Die Autoren führten in-situ Zugversuche an NiAl in der harten und in der weichen Orientierung durch und charakterisierten die plastische Verformung um die Risssspitzen in den Proben. Sie fanden, dass Rissfortschritt in NiAl auf der Mikroskala bei Raumtemperatur stets mit plastischer Verformung einhergeht. In ihren Experimenten wurde ein belasteter Riss in der weichen Orientierung durch die Emission von Versetzungen abgeschirmt, was zu diskontinuierlichem Rissfortschritt führte. Diese Beobachtung war bei den in dieser Arbeit gezeigten Biegeversuchen an der weichen Orientierung nur bei manchen Proben, welche kurz vor dem Versagen durch Spaltbruch Rissfortschritt zeigten, möglich. Jedoch ist aus der EBSD-Messung in Abbildung 5.12 (a) deutlich die mit dem Spaltbruch einhergehende Versetzungsemission erkennbar. Für die harte Orientierung fanden Baither et al. [124], dass die plastische Zone viel konzentrierter um die Risssspitze liegt. Bei der Belastung werden halbkreisförmige Versetzungsloops an der Risssspitze nukleiert, wovon sich einzelne Segmente in Schraubenorientierung umwandeln. Diese sind auf Grund ihrer nahezu zweifach höheren Peierlsspannung gegenüber Stufensegmenten viel unbeweglicher und schirmen folglich nachfolgende Versetzungen viel effektiver ab. Außerdem entsteht ein Mangel an Versetzungsquellen durch die geringe Wahrscheinlichkeit für Quergleitprozesse. Diese beiden Tatsachen führen zum einen zu einer beschränkten plastischen Zone um die Risssspitze, wie auch aus der EBSD-Messung in

Abbildung 5.12 (b) hervorgeht. Zum anderen wird dadurch weiterer Rissfortschritt bewirkt.

Ziel der Arbeit von Ng et al. [125] war es, die Verteilung sowie das Verhalten von Versetzungen in der Umgebung von belasteten Rissen in einkristallinen makroskopischen NiAl- Proben zu untersuchen. Sie nutzten hierfür die ECCI-Technik (engl. *electron channeling contrast imaging*), die es ihnen erlaubte für eine in der weichen und eine in der harten Orientierung belastete Vierpunkt-Probe Versetzungen an Rissspitzen sichtbar zu machen. Wie in der Arbeit von Baither et al. [124] und auch in dieser Arbeit wurden für beide Orientierungen erhöhte Versetzungsdichten in der unmittelbaren Umgebung von sowohl belasteten als auch entlasteten Rissspitzen gefunden. Eine versetzungsfreie Zone vor aufgehaltene Rissspitzen fanden sie nicht. Entlang der Rissflanken fanden sie deutlich niedrigere Versetzungsdichten und schlossen hieraus, dass die generelle Sprödigkeit von NiAl bei Raumtemperatur von der unregelmäßigen Emission von Versetzungen herrührt

Durch Untersuchungen mit dem Rasterkraftmikroskop fanden Thome et al. [81] für die weiche und die harte Orientierung Versetzungsemission an Rissspitzen und eine generelle Abschirmung der Rissspitzen durch diese Versetzungen. Dabei wurden plastische Zonen von 20-90 μm ausgemessen. Auch diese Autoren führen die Sprödigkeit von NiAl bei Raumtemperatur auf die begrenzte Versetzungsbeweglichkeit zurück. Dies erklären sie mit der Versetzungsverteilung an der Rissspitze, welche sich nicht verändert, wenn der belastete Riss entlastet wird. Die von ihnen gemessenen versetzungsfreien Zonen vor der Rissspitze passen jedoch nicht zu den EBSD-Messungen in Abbildung 5.12. Eine mögliche Erklärung hierfür ist, dass – wie von Baither et al. [124] beschrieben – Versetzungsloops an der Rissspitze emittiert werden, welche an der Probenoberfläche mit dem Rasterkraftmikroskop nicht messbar sind.

5.2 NiAl(Fe)-Einkristalle

Es werden wieder dieselben Risssysteme zur besseren Vergleichbarkeit sowie zur Ermittlung des genauen Einflusses der Zugabe von 0,14 Gew.-% Eisen untersucht. Wiederum sollen einheitliche Farben zum Verständnis beitragen:

- weiche Orientierung $\langle 110 \rangle \{110\}$
- harte Orientierung $\langle 110 \rangle \{100\}$

Es werden jedoch lediglich die Ergebnisse der ex-situ Versuche vorgestellt. Die in-situ Versuche gaben den Einfluss des Eisens auf das Bruchverhalten nicht so genau wider wie die ex-situ Versuche. So wurden von Webler [2] für die weiche Orientierung und in der Diplomarbeit von Przybilla [126] für die weiche und die harte Orientierung von NiAl(Fe) sehr ähnliche Bruchzähigkeiten wie für reines NiAl mittels Mikrobiegebalken bestimmt. Die mit Methoden der LEFM und der EPFM erzielten Ergebnisse hiervon sind zusammen mit allen in dieser Arbeit gezeigten Ergebnissen von NiAl und NiAl(Fe) tabellarisch am Ende dieses Kapitels in Tabelle 5.1 aufgezeigt. Zur Bestimmung der Bruchzähigkeit wurden in diesen Arbeiten sowie in der vorliegenden die elastischen Eigenschaften von reinem NiAl näherungsweise angenommen. Im Folgenden werden nur die J-Integral-Auswertungen präsentiert. Da keine gesonderte Auswertung zur Bestimmung der Bruchzähigkeit nach LEFM notwendig ist, wird diese gemeinsam mit den jeweiligen Kurven gezeigt. Deshalb erfolgt direkt die Unterteilung in die beiden Risssysteme.

5.2.1 Weiche Orientierung $\langle 110 \rangle \{110\}$

Basismethode

In Abbildung 5.13 ist neben einem repräsentativen Biegebalken der weichen Orientierung in NiAl(Fe) ein weiterer von reinem NiAl bei gleicher Belastungsrate von $0,03 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ gezeigt. Abgesehen von leichten Abweichungen in der Geometrie ist das anfängliche Verformungsverhalten nahezu gleich. Jedoch steigt der Spannungsintensitätsfaktor bis knapp unter $2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ weiter an und es werden auch größere Durchbiegungen gemessen, ehe es bei ca. 2400 nm zu spröder Rissausbreitung kommt. Wiederum wurde ein Versuch zur Ermittlung des R-Kurvenverhaltens an Hand von partiellen Entlastungen unternommen. Es zeigte sich aber, dass

genau wie für NiAl die Datendichte zu niedrig war. Aus diesem Grund wurde zur Bestimmung von J_Q die gesamte Kurve herangezogen. Erneut wurde so die Steigung der letzten partiellen Entlastung im Experiment näherungsweise als finale Entlastung zum Zeitpunkt des Sprödbruchs verwendet. Die Bruchzähigkeit beträgt $3,6 \pm 0,2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ und ist damit leicht höher als für reines NiAl.

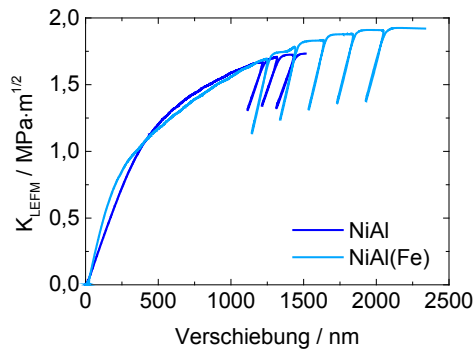


Abbildung 5.13: Spannungintensitätsfaktoren von NiAl(Fe) im Vergleich mit NiAl als Funktion der Verschiebung für die weiche Orientierung.

Risswiderstandsverfahren – Methode mit CSM-Signal

Die Methode mit CSM-Signal hingegen gewährte erneut die genaueste Untersuchung hinsichtlich des Risswiderstandsverhaltens, wie in Abbildung 5.14 gezeigt.

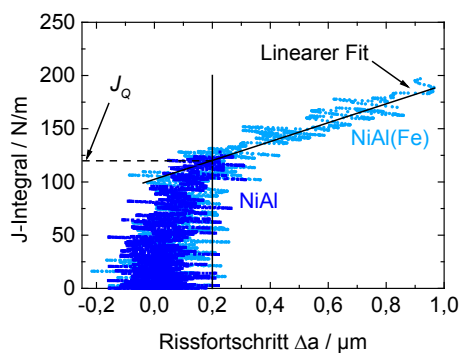


Abbildung 5.14: Die zu den in Abbildung 5.13 gezeigten Kurven gehörigen Risswiderstandskurven.

Wiederum ist zum Vergleich die für reines NiAl ermittelte Kurve eingetragen. Während sich beide Kurven zu Beginn überlagern, zeigt NiAl(Fe) ab etwa $0,2 \mu\text{m}$ anders als reines NiAl stabilen Rissfortschritt bis ca. $1 \mu\text{m}$, der von dem Probenquerschnitt abhängig ist. Dies macht deutlich, dass die geringe Zugabe von $0,14 \text{ Gew.-% Fe}$ bereits messbar stabilen Rissfortschritt auslöst und wie auch auf der Makroskala [83] zu einem duktileren Bruchverhalten führt. Auf Grund des nahezu linearen Anstiegs der Risswiderstandskurve ab $0,2 \mu\text{m}$ wurde ebenfalls eine lineare Annäherung der Daten zur Bestimmung von J_Q gewählt. Das Ergebnis ist dasselbe wie bei reinem NiAl bei etwa 120 N/m und folglich einer Bruchzähigkeit von $4,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Somit ist für die weiche Orientierung festzuhalten, dass die Zugabe von Eisen die Rissinitiierung auf der Mikroskala zwar nicht, wohl aber den Rissfortschritt beeinflusst.

5.2.2 Harte Orientierung $\langle 110 \rangle \{100\}$

Risswiderstandsverfahren – Methode mit partiellen Entlastungen

Der Vergleich zwischen NiAl und NiAl(Fe) in der harten Orientierung ist in Abbildung 5.15 (a) aufgetragen. Wie exemplarisch hier zu sehen ist, zeigten die NiAl(Fe) Proben allesamt leicht höhere Spannungsintensitätsfaktoren bis zu knapp über $4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Darüber hinaus ist das Abfallen der Werte nach Überschreiten des Maximums bei etwa 6000 nm weniger ausgeprägt als für reines NiAl. Nach LEFM ausgewertet ergab sich so eine Bruchzähigkeit von $4,3 \pm 0,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

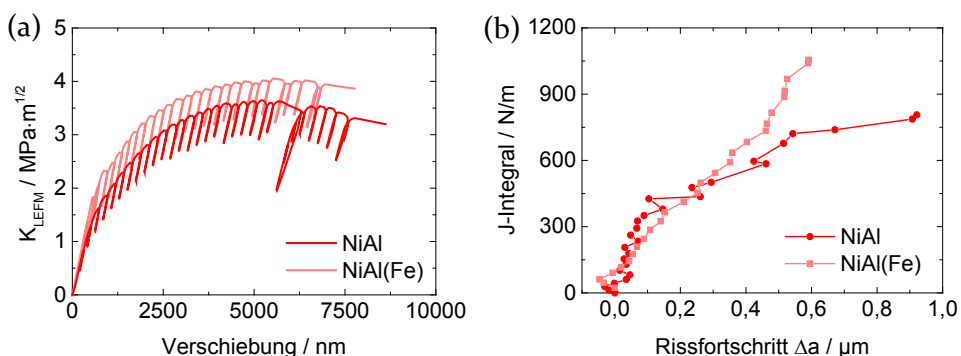


Abbildung 5.15: (a) Spannungsintensitätsfaktoren von NiAl(Fe) im Vergleich mit NiAl als Funktion der Verschiebung für die harte Orientierung und (b) die dazugehörigen Risswiderstandskurven.

Die Auswertung der partiellen Entlastungen zur Bestimmung einzelner J-Integrale ist in Abbildung 5.15 (b) dargestellt. Es ist erkennbar, dass bis zum Zeitpunkt des Einsetzens von instabilem Rissfortschritt ein geringerer stabiler Rissfortschritt (ca. $0,6 \mu\text{m}$) und gleichzeitig größere Werte für das J-Integral von bis zu über 1000 N/m bei NiAl(Fe) erzielt werden. Der Übergang zwischen Rissabstumpfung und stabilem Rissfortschritt ist weniger stark ausgeprägt als für NiAl, was eine genaue Ermittlung von J_Q bei gleichzeitig leichter Streuung der Daten erschwert. So wurde für NiAl(Fe) ein J_Q von $313 \pm 48 \text{ N/m}$ bzw. eine Bruchzähigkeit von $7,8 \pm 0,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, die leicht unter der von reinem NiAl liegt, bestimmt.

Risswiderstandsverfahren – Methode mit CSM-Signal

In Abbildung 5.16 (a) sind für jeweils einen Versuch an NiAl bzw. NiAl(Fe) mit der Methode mit CSM-Signal die Spannungsintensitätsfaktoren aufgetragen.

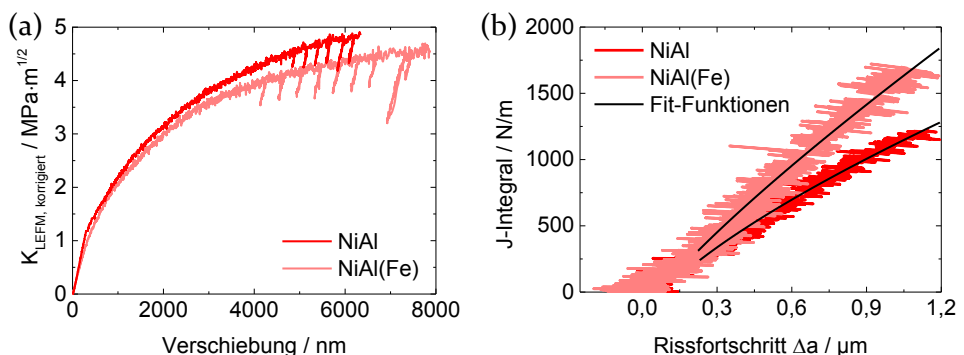


Abbildung 5.16: NiAl(Fe) im Vergleich mit NiAl für die harte Orientierung (a) nach der Risslänge korrigierter Spannungsintensitätsfaktor als Funktion der Verschiebung und (b) die zugehörigen Risswiderstandskurven.

Durch die Möglichkeit, die Risslänge kontinuierlich berechnen zu können, ist so eine korrigierte Darstellung möglich. Sie zeigt, wie zu Versuchsbeginn beide Kurven einander gleichen aber ab einer Verschiebung von ca. 3000 nm die Kurve von NiAl genau wie NiAl(Fe) nahezu linear aber deutlich stärker ansteigt. Die Begründung hierfür liegt in dem größeren Rissfortschritt in der Probe. Dieser wird bei NiAl(Fe) stärker durch das Fe gehindert. Konsequenterweise ergeben sich, wie in Abbildung 5.16 (b) ersichtlich ist, genau wie bei der Methode mit den partiellen Entlastungen größere J-Integrale für NiAl(Fe) bei gleichem Rissfortschritt.

Wird wieder im Bereich einer konstanten Belastungsrate der Fit an die Daten gewählt, so ergibt sich für NiAl(Fe) mit ca. $8,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ im Vergleich zu NiAl mit ca. $7,8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ eine leicht erhöhte Bruchzähigkeit. Wiederum ist festzustellen, dass die Rissinitiierung kaum durch das Eisen beeinflusst wird, da sich die Risswiderstandskurven zu Beginn überlagern. Genau wie für die weiche Orientierung ist der duktilisierende Effekt von Eisen bezüglich des Rissfortschritts auszumachen.

5.3 Vergleich der Ergebnisse von NiAl und NiAl(Fe)

Der direkte Vergleich zwischen den eben beschriebenen Ergebnissen von NiAl(Fe) mit NiAl ist in Abbildung 5.17 aufgeführt. Per LEFM ausgewertete Daten aus der Dissertation von Thome [66] an Vierpunkt-Biegeproben mit Abmessungen im Millimeterbereich sind zusätzlich eingetragen.

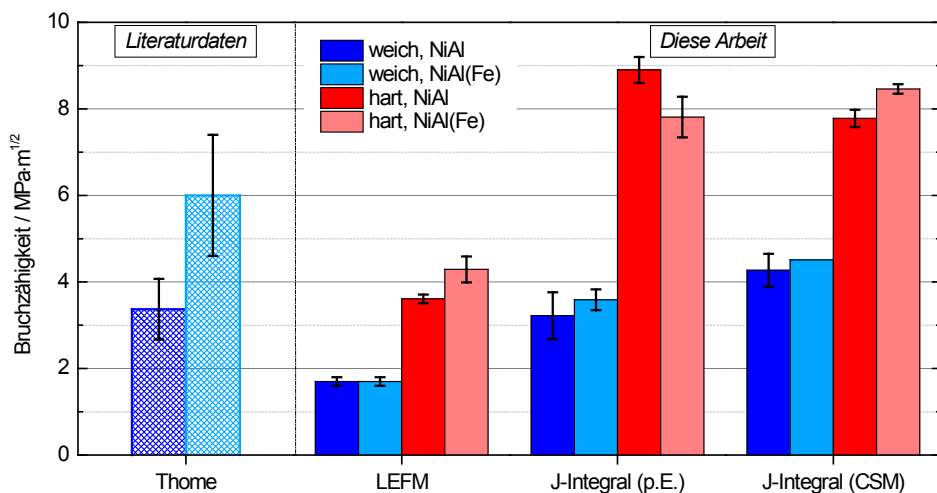


Abbildung 5.17: Vergleich der Bruchzähigkeiten von NiAl und NiAl(Fe) für die weiche und die harte Orientierung; dargestellt sind aus Gründen der Übersichtlichkeit lediglich die Ergebnisse aus den ex-situ Versuchen an den größeren Balken; ein zusätzlicher Vergleich mit makroskopischen Daten ist an Hand der Ergebnisse von Thome [66] möglich.

Werden die Daten nach LEFM ausgewertet, findet sich im Rahmen des Messfehlers kein großer Unterschied zwischen NiAl und NiAl(Fe) hinsichtlich der Mikrobiegebalken. Ein anderes Verhalten wurde bei Versu-

chen an makroskopischen Proben der weichen Orientierung von Thome [66] gefunden. Neben leicht erhöhten Werten für NiAl mit ca. $3,4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ wurden deutlich erhöhte Werte für NiAl(Fe) von etwa $6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bestimmt. Das J-Integral-Konzept liefert auch für NiAl(Fe) wiederum die genauesten Werte auf der Mikroskala. Für die weiche Orientierung lässt sich auch hier kein Unterschied zwischen beiden Materialien herausarbeiten. Bei Betrachtung der harten Orientierung jedoch ist gerade bei Anwendung der Methode mit CSM-Signal der Effekt der Zugabe von Eisen in Form einer leicht erhöhten Bruchzähigkeit messbar. Da sich der Effekt wie oben erwähnt jedoch primär auf das Verhalten bei Rissfortschritt auswirkt, ist klar, weshalb kein bedeutender Einfluss bezüglich der Bruchzähigkeit, die durch Rissinitiierung charakterisiert ist, gefunden wird. Der sich leicht umkehrende Effekt für die Methode mit partiellen Entlastungen bei der harten Orientierung ist auf Probleme in der Auswertung zurückzuführen. In Tabelle 5.1 sind abschließend alle Ergebnisse von NiAl und NiAl(Fe) eingetragen.

Tabelle 5.1: Ergebnisse der Mikrobiegebalkenversuche an NiAl und NiAl(Fe).

Orientierung	Durchführung	Größe (W-a ₀) µm	Anzahl	Belastungsrate dK/dt MPa·m ^{3/2} /s	K _{IQ, LEM} MPa·m ^{1/2}	J _Q N/m	K _{IQ, I} MPa·m ^{1/2}	K _{IQ, δ} MPa·m ^{1/2}	K _{IC} Literatur MPa·m ^{1/2}	
NiAl										
weich <110>	in-situ	Basis	1,7 ± 0,2	5	0,10 ± 0,08	2,1 ± 0,3	81 ± 8	3,7 ± 0,2	1,8 [83]; 3,5 [46]	
		CTOD	1,8 ± 0,1	4	-	-	-	1,8 ± 0,3		
	ex-situ	Basis	5,8 ± 0,4	2/2	0,29 ± 0,08 / 0,07 ± 0,01	1,7 ± 0,1	63 ± 21	3,2 ± 0,5		
		CSM	10,6 ± 0,1	2	0,02 ± 0,01	1,9 ± 0,1	108 ± 19	4,3 ± 0,4		
	in-situ	Basis	1,6 ± 0,1	5	0,14 ± 0,01	3,5 ± 0,3	375 ± 41	8,5 ± 0,5		7,9 ± 0,6
		CTOD	1,7 ± 0,1	4	-	-	-	-		
hart <100>	ex-situ	Part. Enl.	5,5 ± 0,5	2/2	0,22 ± 0,05 / 0,06 ± 0,01	3,6 ± 0,1	405 ± 47	8,9 ± 0,3	6,9 [83]; 5,1 [46]	
		CSM	8,0 ± 0,1	2	0,003 ± 0,001	3,8 ± 0,1	311 ± 12	7,8 ± 0,2		
NiAl(Fe)										
weich <110>	in-situ	Basis	1,6 ± 0,2* / 1,9 ± 0,2	8*/5	0,14 ± 0,05	1,4 ± 0,3* / 1,4 ± 0,4	53 ± 14	3,4 ± 0,7* / 3,0 ± 0,5	6,0 ± 1,6 [66]	
		CTOD	1,7 ± 0,1	2	-	-	-	2,0 ± 0,1		
	ex-situ	Basis	4,9 ± 0,1	3	0,08 ± 0,03	1,7 ± 0,1	76 ± 12	3,6 ± 0,2		
		CSM	9,2	1	0,03	1,9	120	4,5		
	in-situ	Basis	2,3 ± 0,1	4	0,12 ± 0,03	3,3 ± 0,8	329 ± 52	8,0 ± 0,8		7,1 ± 1,0
		CTOD	2,1 ± 0,2	2	-	-	-	-		
hart <100>	ex-situ	Part. Enl.	7,8 ± 0,3	2	0,18 ± 0,03	4,3 ± 0,3	313 ± 48	7,8 ± 0,5	-	
		CSM	9,1 ± 0,1	2	0,003 ± 0,001	4,1 ± 0,2	368 ± 10	8,5 ± 0,1		

*Dissertation Weblert [2]

6 Mikrobiegebalkenversuche in Wolfram

In diesem Kapitel werden die experimentellen Ergebnisse von ein- und polykristallinem Wolfram vorgestellt. Die Einkristalle wurden wiederum in verschiedenen Größenverhältnissen zur Untersuchung von Größeneffekten präpariert. Die Auswirkungen von unterschiedlich hohen Versetzungsdichten und von Korngrenzen im Material auf die Bruchzähigkeit sowie das Bruchverhalten auf der Mikroskala stehen des Weiteren im Vordergrund. Am Ende dieses Kapitels wird wiederum ein tabellarischer Überblick der Ergebnisse zur Bruchzähigkeit gegeben.

6.1 Ungekerbte Mikrobiegebalken

Ziel der Versuche an ungekerbten Mikrobiegebalken war es, das lokale elastisch-plastische Verformungsverhalten im Falle der Biegung genauer zu studieren. Hieraus sind Fließspannungen abschätzbar, die im späteren Verlauf der Arbeit zur Ermittlung der Größe der plastischen Zone genutzt werden sollen. Das Augenmerk liegt dabei auf dem unmittelbaren Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich der Verformung. In Abbildung 6.1 (a) ist für Mikrobiegebalken ohne FIB-Anriss das lokale Verformungsverhalten gezeigt. Hierfür ist die Biegespannung $\sigma_{b,max}$ als Funktion der Verschiebung, welche bezüglich des vom Eindringkörper hinterlassenen Abdrucks korrigiert wurde, aufgetragen. Gemäß der linear-elastischen Theorie für den einseitig fest eingespannten rechtwinkligen Biegebalken ergibt sie sich an der äußeren Faser (Balkenoberseite), also an der Stelle maximaler Zugbelastung, zu:

$$\sigma_{b,max} = \frac{6 FL}{BW^2} \quad 6.1$$

Lediglich der linear-elastische Anteil der in (a) gezeigten Kurven ist so in guter Näherung gültig. Sobald plastische Verformung einsetzt, verliert Formel 6.1 ihre Gültigkeit. Die Spannungen werden dennoch zur qualitativen Vergleichbarkeit über den linearen Verlauf hinaus aufgetragen. Das

Mikrobiegebalkenversuche in Wolfram

Ende des linearen Bereiches wird über eine 95%-Gerade zur Ermittlung einer lokalen Streckgrenze für die einzelnen Proben abgeschätzt. Es ergeben sich so Werte von 1650 MPa für den Wolfram-Einkristall *W-SX*, 2300 MPa für den vorverformten Wolfram-Einkristall *W-SX-pl.* und 2800 MPa für die ultrafeinkörnige Probe *W-UFG*.

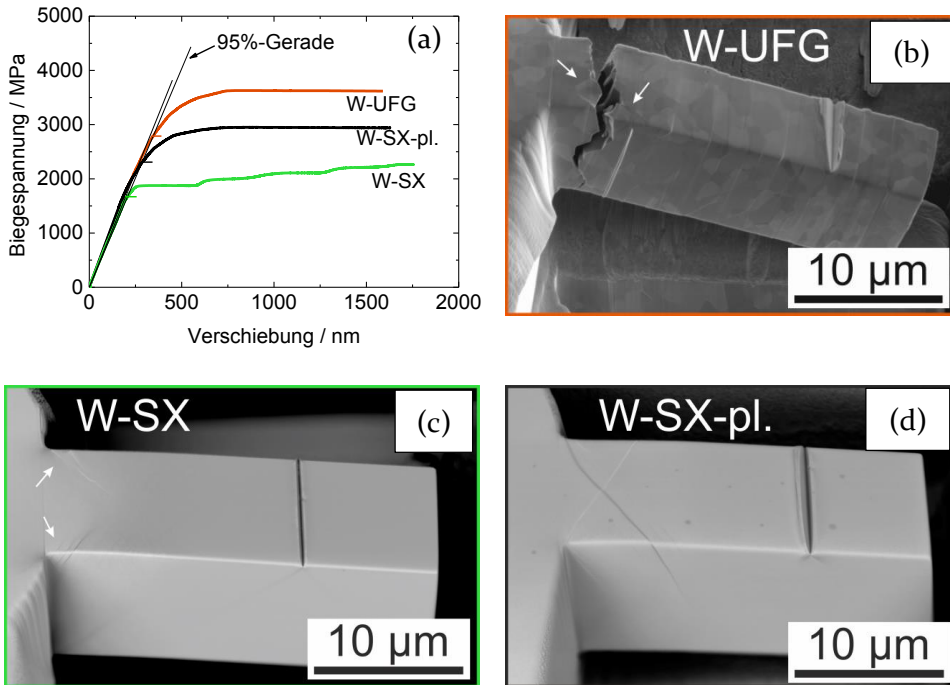


Abbildung 6.1: (a) Biegespannung als Funktion der Verschiebung für die mittels REM-Bilder in (b), (c) und (d) dargestellten *W*-Mikrobiegebalken nach Versuchsende.

Für *W-SX* ist ersichtlich, wie im Anschluss an den linear-elastischen Bereich ein sehr direkter Übergang in ein erstes Kraft-Plateau erfolgt. Das Verformungsverhalten ist bezüglich der Literatur [84], in der eine Streckgrenze von 230 MPa angegeben wird, grundsätzlich verschieden und merklich erhöht. In den makroskopischen Zugproben wird eine äußerst ausgeprägte Verfestigung festgestellt, welche hier nicht beobachtet wird. Das lokale Verformungsverhalten lässt sich nahezu durch ein elastisch-idealplastisches Verhalten frei von Verfestigung charakterisieren. Es ergeben sich mehrere Plateaus. Diese sind darin begründet, dass es abschnittsweise zur Einfachgleitung, bei der die Versetzungen ungehindert

in Richtung der neutralen Faser laufen, kommt. Diese Versetzungen müssen jedoch erst an der Balkenoberseite, dem Ort maximaler Biegespannung, nukleiert werden. Dieser Prozess ist schematisch in Abbildung 6.2 (a) dargestellt. Dies erklärt die sehr hohen gemessenen Spannungen. Durch Ausmessen der Winkel der sich ausbildenden Stufen an der Balkenober- und Balkenaußenseite, wird auf Grund der aus der Literatur bekannten Gleitsysteme [84] das System $\{112\}\langle 111 \rangle$ für die plastische Verformung erwartet. Sobald die Versetzungsdichte auf dem aktiven Gleitsystem zu hoch wird, wird ein neues und auf Grund der Geometrie ungünstiger gelegenes bei einer erhöhten Fließspannung aktiviert. Dies lässt sich an Hand des in Abbildung 6.1 (c) zugehörigen REM-Bildes, auf dem mehrere feine Gleitspuren in unmittelbarer Umgebung der Einspannung sichtbar sind, erkennen (weiße Pfeile).

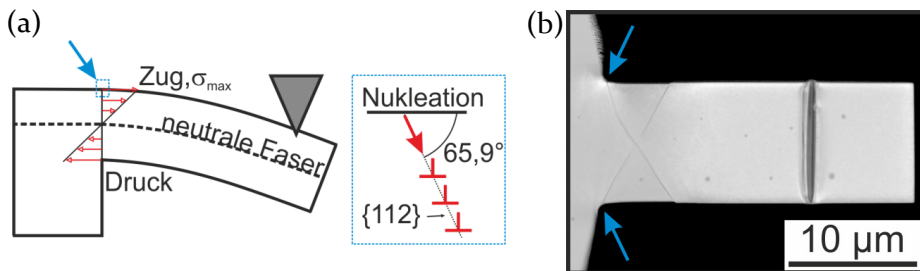


Abbildung 6.2: (a) Schema zur Spannungsverteilung und Versetzungsnukleation im ungekerbten Biegebalken und (b) REM-Bild in Draufsicht des Biegebalkens der W-SX-pl. Probe.

Für die vorverformte Probe W-SX-pl. ist im Bereich der ersten 500 nm starke Verfestigung auszumachen. Dies liegt an der bereits zu Beginn des Experiments erhöhten Versetzungsdichte. Anschließend ergibt sich ein nahezu konstantes Kraft-Plateau, welches zu dem gezeigten konstanten Spannungs-Niveau führt. Die Stufen an den Außenseiten sind, wie im entsprechenden REM-Bild auszumachen ist, im Gegensatz zur W-SX Probe lokal stark konzentriert. Auf Grund der hohen Verfestigung findet im weiteren Verlauf kein Wechsel im Spannungsniveau mehr statt. An Stelle dessen ergeben sich die in Abbildung 6.2 (b) im Topographie-Kontrast des Rückstreuelektronendetektors gut zu erkennenden markanten Stufen an der Oberseite des Balkens.

Für eine kleine Korngröße ist im Sinne der Feinkornhärtung nach den von Hall [127] und Petch [128] angestellten Untersuchungen eine erhöhte

Streckgrenze zu erwarten und ist für UFG-W auch messbar. Bezüglich der W-SX-pl. Probe ist eine noch stärkere Verfestigung für die UFG-Probe feststellbar. Nach einer Verschiebung von ca. $1,5 \mu\text{m}$ versagt der Biegebalken hauptsächlich durch interkristallinen Bruch, wie im REM-Bild in Abbildung 6.1 (b) zu sehen ist. Der Bruch setzt dabei an der Balkenoberseite ein, wo die größten Dehnungen und Spannungen erreicht werden. Einzelne, in der Bruchfläche liegende Körner (weiße Pfeile), zeigen einen stark inhomogenen Orientierungskontrast auf, welcher auf starke plastische Verformung rückschließen lässt.

Der Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich ist mittels Spannungs-Dehnungs-Diagramme für den Biegebalken nicht charakterisierbar. Außerdem sind die Fließspannungen nur Annäherungen, da sie auf der linear-elastischen Theorie des Biegebalkens fundieren. Wahre Fließspannungen sind schwer messbar. Motz et al. [35] schlagen vor, eine Fließspannung zu berechnen, wenn der Querschnitt des Biegebalkens ab einer gewissen Kraft vollständig plastifiziert ist. Unter Annahme einer homogenen Spannungsverteilung im Querschnitt $\sigma_x(z) = \sigma_f$, ist in Formel 6.1 der Faktor 6 durch den Faktor 4 zu ersetzen. Es bleibt jedoch die gleiche Abhängigkeit der Biegespannung von der Kraft und der Geometrie bestehen. Die qualitativen Unterschiede in den Kurvenverläufen gegen Versuchsende sind somit aussagekräftig, wenn auch betragsmäßig zu groß.

6.2 Wolfram-Einkristalle

Alle einkristallinen Proben für die Bruchversuche besitzen das Risssystem $\langle 100 \rangle \{100\}$ zur besseren Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit makroskopischen Daten. Außerdem stellen die $\{100\}$ -Ebenen die Spaltbruchflächen in Wolfram dar. Zur besseren Verständlichkeit wurde folgende farbliche Darstellung zur Unterscheidung der Verformungszustände gewählt:

- **W-SX** $\langle 100 \rangle \{100\}$
- **W-SX-pl.** $\langle 100 \rangle \{100\}$

Die Ergebnisse werden genau wie bei NiAl in die jeweiligen bruchmechanischen Methoden untergliedert. Es werden insgesamt sieben verschiedene Biegebalkengrößen betrachtet, deren mittlere Längenverhältnisse sowie Ligamentlängen in Tabelle 6.1 aufgelistet sind.

Tabelle 6.1: Untersuchte Größendimensionen der W-Mikrobiegebalken.

Längenverhältnis L/W/B in $\mu\text{m}/\mu\text{m}/\mu\text{m}$	3/0,9/0,5	4,5/1,5/1	6/2,5/2	8/5/4,5	20/8/6	24/16/13	72/45/25
Ligamentlänge ($W-a_0$) in μm	0,6	1,0	1,8	2,9	4,8	9,5	28,5

6.2.1 Auswertung nach der LEFM

In Abbildung 6.3 (a) sind für verschieden große Mikrobiegebalken in W-SX die Spannungsintensitätsfaktoren nach LEFM als Funktion der Verschiebung aufgetragen. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind die Kurven versetzt eingezeichnet. Der Abstand zwischen den großen Hilfsstrichen auf der Abszisse beträgt so 500 nm.

Die drei kleinsten Biegebalken stellen mit einer Ligamentlänge von ($W-a_0$) $\leq 1,8 \mu\text{m}$ in-situ Versuche dar. Die anderen Biegebalken wurden ex-situ getestet. Es ist eine deutliche Größenabhängigkeit erkennbar, wobei sich die kleinsten Balken rein spröde verhalten und mit zunehmender Balkengröße mehr plastische Verformung sowie stabiler Rissfortschritt ersichtlich sind. Für die kleinsten Proben sind die niedrigsten Spannungsintensitätsfaktoren mit ca. $1,4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bestimmbar. Über die spezifische Oberflächenenergie γ_0 von $2,92 \text{ J}/\text{m}^2$ für Wolfram [89] auf {100}-Flächen lässt sich der theoretische kritische Spannungsintensitätsfaktor K_G nach Griffith für einen ideal-spröden Bruch bestimmen. Für den EDZ ergibt er sich zu $1,61 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, was nahezu mit den experimentellen Beobachtungen im Einklang ist.

Für die zweitkleinste Größe kann die leicht erhöhte Bruchzähigkeit bereits mit plastischer Verformung an der Risssspitze erklärt werden. Dies ist an den erhöhten Spannungsintensitätsfaktoren erkennbar und an der Abweichung vom linearen Kurvenverlauf. Auch Kohlhoff et al. [89] fanden kritische Spannungsintensitätsfaktoren von $2,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, die in dieser Größenordnung für das untersuchte Rissystem liegen, für den Fall von Spaltbruch mit Versetzungsemission. Für die kleinste Größe gilt hingegen, dass die elastisch gespeicherte Energie ausreicht, um einen vollständigen Spaltbruch zu erzeugen. Für den größten in-situ Balken mit ($W-a_0$) $= 1,8 \mu\text{m}$ ist erkennbar, dass der Spannungsintensitätsfaktor im Anschluss an den linear-elastischen Anfangsbereich weiter ansteigt. Gleichzeitig wird an Hand der in-situ Beobachtungen stabiler Rissfortschritt ab dem Erreichen von ca. $2,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ festgestellt.

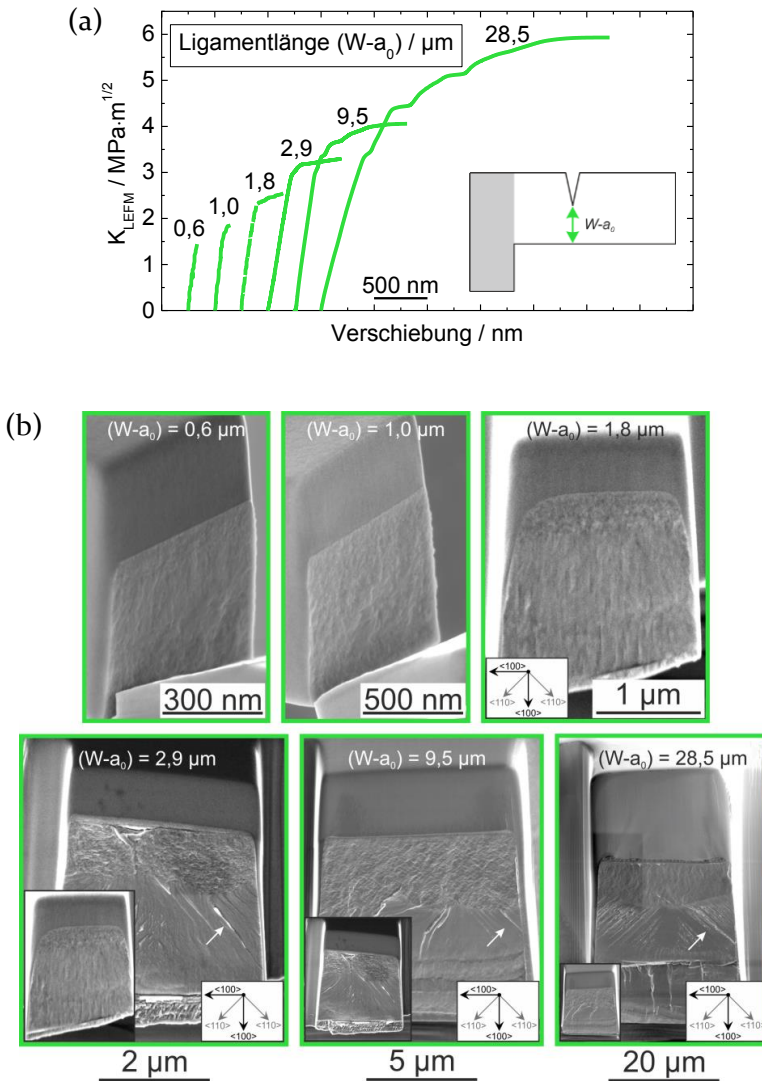


Abbildung 6.3: (a) Spannungsintensitätsfaktoren als Funktion der Verschiebung für unterschiedliche Balkengrößen in W -SX und (b) REM-Bilder der entsprechenden Bruchflächen. Aus Gründen des Kontrasts sind die beiden kleinsten Balken schräg dargestellt. Die restlichen Bruchflächen sind mit Angabe der kristallographischen Orientierung abgebildet. Der jeweils kleinere Balken ist bei entsprechendem Maßstab mit eingefügt. Weiße Pfeile markieren die in $\langle 110 \rangle$ laufenden River-Lines.

Die manuell mit dem Kraftmesssystem nahezu konstant eingestellten Lastraten dF/dt mit ca. 13-17 $\mu\text{N/s}$ für alle Versuche lassen sich in leicht verschiedene Belastungsraten dK/dt überführen. Letztere betragen etwa 0,13 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ für die größten gezeigten Biegebalken und etwa 0,19 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ für die beiden anderen Größen. Ein Versuch dauerte so zwischen 8 s für die kleineren Balken und bis zu 22 s für die größeren. Das unterschiedliche Verhalten im Rissfortschritt kann also auf einen möglichen Belastungsrateneffekt zurückgeführt werden. Er begründet aber nicht die unterschiedlich hohen Spannungsintensitätsfaktoren bei Spaltbruch.

Im Hinblick auf die in Abbildung 6.3 (b) gezeigten Bruchflächen der in-situ Versuche ist kaum ein Unterschied im Bruchverhalten auszumachen. Lediglich bei manchen Experimenten zeigte sich im anrissnahen Bereich der Bruchfläche (ca. 250 nm) ein weniger glattes Bild, das mit der Größe der geschädigten Zone auf Grund der FIB-Präparation übereinstimmt. Der restliche Bereich erscheint äußerst glatt und kontrastarm und ist vom Spaltbruch geprägt. Drei exemplarische Kurven der ex-situ durchgeführten Versuche sind ebenfalls in Abbildung 6.3 (a) gezeigt. Eine Probe mit $(W-a_0) = 4,8 \mu\text{m}$ ist erst später gezeigt, da für sie nur der abgerundete Eindringkörper verwendet wurde. Die hier gezeigten Kurven wurden jedoch alle mit dem spitzen Eindringkörper getestet.

Während das Abknicken vom linear-elastischen Bereich bei allen ex-situ Versuchen bei ca. 3 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ stattfindet, ist das Bruchverhalten grundlegend verschieden. Die kleinste Probe zeigt nur einen geringen Kraft- und somit K_{LEFM} - Anstieg und eine Bruchzähigkeit nach der LEFM von $3,3 \pm 0,3 \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ wird erreicht. Die Probe mit einer Ligamentlänge von 9,5 μm zeigt mehr Verfestigung und deutlich mehr stabilen Rissfortschritt. Dies ist einerseits an den Bruchflächen erkenntlich und andererseits am Kraftabfall in den Experimenten, der zu dem sinkenden Spannungsintensitätsfaktor K_{LEFM} führt. Für diese Balkengröße wird eine Bruchzähigkeit von $4,4 \pm 0,3 \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ erhalten. Der größte Biegebalken zeigt am meisten Verfestigung und folglich auch die höchste Bruchzähigkeit mit 5,9 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Mehrere Sprünge sind im Kurvenverlauf zu erkennen. Diese sind auf separate Gleitprozesse an der Rissspitze, die im Weiteren noch genauer erläutert werden zurückzuführen. Nach Erreichen eines Kraftmaximums wird der zuvor stabil laufende Riss gemäß der Bruchfläche überkritisch lang. Hier versagt die Probe schneller als das Messsystem eine Abnahme in der Kraft registrieren kann.

Für die drei ex-situ Versuche sind die Bruchflächen mit unterschiedlichen Maßstäben in Abbildung 6.3 (b) dargestellt. Zur besseren Vorstellung der

Größenverhältnisse ist der jeweils kleinere Biegebalken bei dem entsprechend Größeren mit eingefügt. Allen Bruchflächen ist gemein, dass sich im Anschluss an den FIB-Anriss eine Zone des stabilen Risswachstums zeigt. Besonders auf der Probe mit $(W-a_0) = 9,5 \mu\text{m}$ zeigt sich, dass der Riss beim Voranschreiten in $\langle 100 \rangle$ -Richtung bevorzugt in den energetisch günstigeren $\langle 110 \rangle$ -Richtungen eine Mikrofacettierung aufzeigt. Ab einer gewissen kritischen Länge, die besonders von der Belastungsrate abhängig ist, kommt es zu Spaltbruch. Hierbei sind nahezu von der Mitte der Bruchfläche ausgehende *River-Lines*, die wiederum in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen laufen, erkennbar. Dass der Riss nicht vollständig durchläuft und eine glatte Restbruchfläche hinterlässt, ist auf Einspannungseffekte zurückzuführen, die dem instabil wachsenden Riss kurz vor Ende entgegenwirken.

6.2.2 Auswertung mittels CTOD

An Hand des CTOD-Verfahrens, für das in Abbildung 6.4 (a) die Kraft-CMOD-Kurven gezeigt sind, sind die Vorgänge an der Risspitze am deutlichsten zu erkennen.

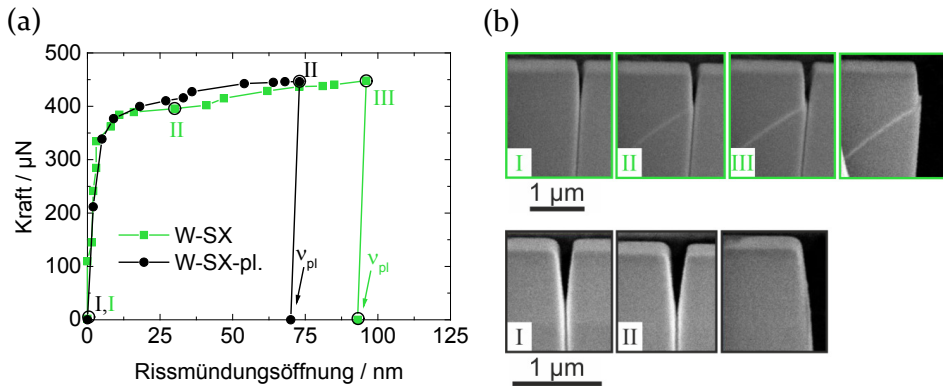


Abbildung 6.4: (a) Kraft-CMOD-Kurven für W-SX und W-SX-pl. und (b) Abfolgen von REM-Bildern für die in (a) mit römischen Buchstaben gekennzeichneten Punkte; die Mikrobalken haben ein Verhältnis von $L/W/B$ von ca. $6/2,5/2$.

Die REM-Bilder zu ausgewählten Zeitpunkten im Experiment sind in Abbildung 6.4 (b) präsentiert. Für beide Proben ist zu Beginn des Experimentes erst bei Erreichen einer Kraft von ca. 400 μN eine erste Öffnung der Rissmündung zu vermerken. Im weiteren Verlauf werden für W-SX

erste Gleitspuren im 45° -Winkel zur $\{100\}$ -Fläche registriert (II) und eine Weitung des Kerbgrunds ist erkennbar. Die Gleitspuren sind hierbei durch einen Vergleich mit der Literatur auf Gleitsysteme vom Typ $\{110\}\langle 111 \rangle$ zurückzuführen [84]. Bei weiterer Durchbiegung intensivieren sich die Gleitspuren und erster Rissfortschritt wird bei einem CMOD von knapp unter 100 nm in dem gezeigten Versuch erzielt (III). An diesem Punkt, der noch nicht das Ende des Bruchexperiments bedeutet, wird die fiktive Entlastung zur Bestimmung des plastischen Anteils von CMOD, v_{pl} , angebracht. Für W-SX-pl., für das hier insgesamt ein kleineres v_{pl} von ca. 70 nm bestimmt wurde, ist ein ähnlicher Kraftverlauf erkennbar. Im Gegensatz zur W-SX Probe werden jedoch keine Gleitspuren an der Balkenaußenseite beobachtet und erster Rissfortschritt ist mit unmittelbarem Versagen der Probe gekoppelt.

Mit einer Streckgrenze von etwa 230 MPa und einer Zugfestigkeit von etwa 900 MPa für W-SX [84] ergibt sich eine effektive Fließspannung $\sigma_Y = 565$ MPa. Für W-SX-pl. wird auf Grund der hohen Vorverformung ein $\sigma_Y = 900$ MPa angenommen. Da für beide Vorverformungszustände kaum Verfestigung in den Experimenten auszumachen ist, wurde wie auch in [27] ein $d_n = 0,78$ nach [24] angenommen. So ergeben sich kritische Rissspitzenöffnungen für W-SX und W-SX-pl. zu 95 nm bzw. 65 nm und in Folge dessen Bruchzähigkeiten von $5,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bzw. $5,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ für je einen gültigen Versuch. Die Bruchzähigkeit ist auf Grund der Annahme einer erhöhten effektiven Fließspannung für W-SX-pl. leicht erhöht. Jedoch wurde neben Testmessungen lediglich ein gültiger Versuch je Probe durchgeführt und so ist aus statistischen Gründen nicht direkt auf eine Erhöhung der Bruchzähigkeit zu schließen. Abschließend ist für das CTOD-Verfahren zu sagen, dass beide Proben in etwa die gleiche Bruchzähigkeit aufweisen.

6.2.3 Auswertung mittels J-Integral

Basismethode

Nur die größten Biegebalken der in-situ Versuche ($L/W/B = 6/2,5/2$) wurden zur Auswertung über die Basismethode des J-Integral-Konzepts herangezogen. Die beiden kleineren Größen zeigten vernachlässigbare plastische Verformung. Wie für NiAl in der harten Orientierung gezeigt, wurde auf Grund von einsetzendem Rissfortschritt nicht die gesamte Fläche unter der Kurve zur Auswertung verwendet. An Hand der in-situ Beobachtungen wurde der Zeitpunkt in den Kraft-Verschiebungs-Kurven

ausgemacht, an dem Rissfortschritt stattfand. Von dem zugehörigen Kraftpunkt wurde durch Kenntnis der Belastungssteigung im Experiment eine gedachte Entlastung mit derselben Steigung eingeführt. Die so entstandene Fläche A_{pl} wurde für nachfolgende Werte als Maß für plastische Verformung bis zum Zeitpunkt des Rissfortschritts verwendet. Für W-SX und W-SX-pl. ergeben sich so aus jeweils vier Messungen Bruchzähigkeiten von $4,5 \pm 0,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bzw. $4,0 \pm 0,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Diese beiden Werte liegen sehr nah beisammen, obwohl das Bruchverhalten recht verschieden ist. Dies zeigt, dass eine signifikante Erhöhung der Versetzungsdichte im Biegebalken keine besonders große Auswirkung auf die Rissinitiierung zu haben scheint.

Risswiderstandsverfahren – Methode mit partiellen Entlastungen

Zwei exemplarische ex-situ getestete Biegebalken ($L/W/B = 20/8/6$) sind gemeinsam zum besseren Vergleich mit zwei von den im letzten Abschnitt genannten in-situ Versuchen in Abbildung 6.5 (a) aufgetragen. Es werden für die etwa um einen Faktor drei größeren ex-situ Balken deutlich größere Spannungsintensitätsfaktoren von bis zu $\sim 4,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ für beide Verformungszustände gefunden. Auch wird nun deutliches Verfestigungsverhalten in beiden Versuchen, für die sich Belastungsraten von $0,025 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ einstellten, beobachtet. Wiederum versagt die vorverformte Probe bei niedrigeren Verschiebungen als die W-SX Probe (in etwa 70-80% der Gesamtverschiebung bis zum Bruch von W-SX).

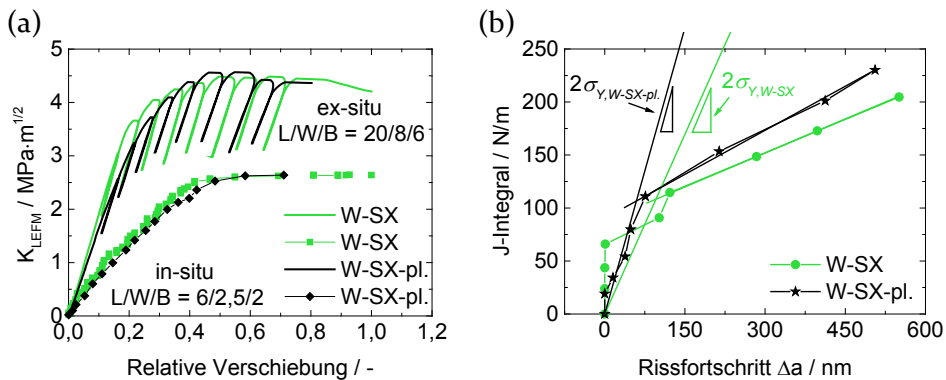


Abbildung 6.5: (a) Spannungsintensitätsfaktoren als Funktion der relativen Verschiebung bis zum Sprödbbruch für je einen kleineren und einen größeren Biegebalken von W-SX und W-SX-pl.; die ex-situ Versuche wurden bei einer Verschiebungsrate von 20 nm/s mit partiellen Entlastungen getestet; (b) Risswiderstandskurven der beiden Kurven aus (a).

Über die Auswertung der partiellen Entlastungen lassen sich die in Abbildung 6.5 (b) dargestellten Risswiderstandskurven bestimmen. Neben den linearen Fit-Kurven über die letzten vier Datenpunkte zur Beschreibung des Rissfortschritts sind zusätzlich die Ursprungsgeraden eingezeichnet. Deren Steigung entspricht der doppelten effektiven Fließspannung. Diese ist für W-SX 1130 MPa (= 2·565 MPa) und für W-SX-pl. 1800 MPa (= 2·900 MPa). Es zeigt sich insbesondere für W-SX-pl., dass der anfängliche Bereich der Rissabstumpfung recht gut widergegeben wird, während für W-SX die Streuung in den Datenpunkten zu Beginn des Experimentes leicht erhöht ist. Über die Schnittpunkte der jeweiligen Geraden werden für W-SX und W-SX-pl. kritische J-Integrale J_Q von 107 N/m bzw. 108 N/m für die beiden gezeigten Versuche erhalten. Aus jeweils zwei Versuchen ist für W-SX und W-SX-pl. eine Bruchzähigkeit von $6,6 \pm 0,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bzw. $6,9 \pm 0,1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bestimmbar. Es zeigt sich diesbezüglich erneut kein bedeutender Unterschied zwischen den beiden Proben mit verschiedenem Verformungszustand.

Risswiderstandsverfahren – Methode mit CSM-Signal

Findet das CSM-Signal Verwendung, so ist wiederum eine kontinuierliche Messung der Biegesteifigkeit möglich. Durch die Tatsache, dass so wieder die aktuelle Risslänge ermittelt werden kann, ist eine Auftragung des korrigierten Spannungsintensitätsfaktors durchführbar, wie in Abbildung 6.6 (a) für W-SX und einen Biegebalken der Größe $L/W/B = 24/16/13$ zu sehen. Partielle Entlastungen liefern ein übereinstimmendes Ergebnis (viereckige Symbole) mit den CSM-Daten. Es ist nun klar ersichtlich, wie mit Überschreiten des linear-elastischen Bereiches ein erster Abfall in der Biegesteifigkeit ab ca. $0,3 \mu\text{m}$ Verschiebung registriert wird. Hier ist für den gezeigten Versuch ein kleiner Ausschlag im Messsignal sichtbar, der auf die in den REM-Untersuchungen (CTOD) gezeigten Gleitaktivitäten hinweist. Im weiteren Verlauf, in dem der Spannungsintensitätsfaktor linear mit der Verschiebung ansteigt, fällt gleichsam die Biegesteifigkeit ab. Ab etwa $2,7 \mu\text{m}$ Verschiebung kommt es zu instabilem Rissfortschritt und der Versuch ist nicht mehr kontrollierbar. In Abbildung 6.6 (b) ist die zugehörige Risswiderstandskurve aufgetragen. Sie zeigt einen wurzelförmigen Verlauf und lässt sich mit einem entsprechenden vom Standard ASTM E 1820 [26] vorgeschlagenen Fit annähern. Wiederum wird zur Bestimmung von J_Q als Kriterium für Rissfortschritt ein $\Delta a = 0,2 \mu\text{m}$ angenommen. Für den Versuch mit anfänglicher Belastungsrate von $0,025 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ ergibt sich so ein Wert von 99 N/m, der einer Bruchzähigkeit von $6,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ entspricht.

migen Verlauf und lässt sich mit einem entsprechenden vom Standard ASTM E 1820 [26] vorgeschlagenen Fit annähern. Wiederum wird zur Bestimmung von J_Q als Kriterium für Rissfortschritt ein $\Delta a = 0,2 \mu\text{m}$ angenommen. Für den Versuch mit anfänglicher Belastungsrate von $0,025 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ ergibt sich so ein Wert von 99 N/m , der einer Bruchzähigkeit von $6,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ entspricht.

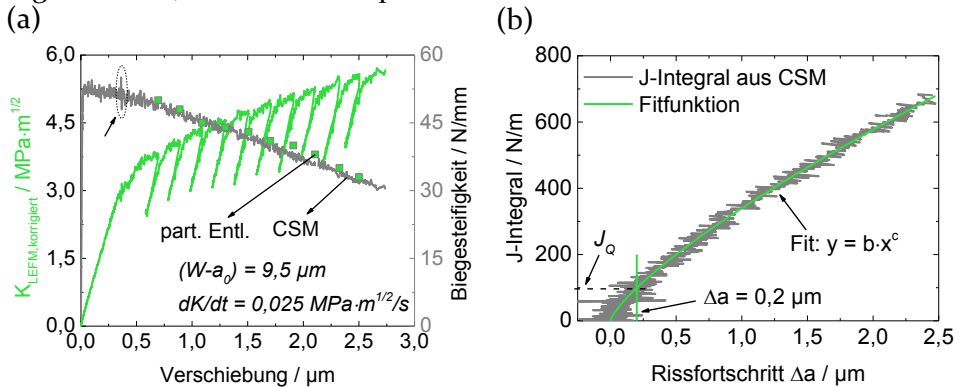


Abbildung 6.6: (a) Nach der Risslänge korrigierter Spannungsintensitätsfaktor und Biegesteifigkeit für den ex-situ Versuch aus kombiniertem CSM-Signal und partiellen Entlastungen bis zum instabilen Bruch an W-SX und (b) zugehörige Risswiderstandskurve mit Fit.

Die Methode mit CSM-Signal zeigt hier erneut ihre Vorteile gegenüber der Methode mit partiellen Entlastungen. So ist ersichtlich, dass der Übergang zwischen den Bereichen der Rissabstumpfung und des stabilen Rissfortschritts nicht so prägnant ist, wie es die Messungen mit partiellen Entlastungen haben vermuten lassen. Der Bereich der Rissabstumpfung ist nur sehr schwach ausgeprägt, da im Anschluss an den elastischen Bereich sofort Rissfortschritt einsetzt. Dies ist auch auf den bereits gezeigten sehr geraden Bruchflächen in Abbildung 6.3 (b) illustriert. Insofern ist die Methode mit CSM-Signal geeignet, um im Folgenden detailliertere Untersuchungen zum Einfluss der Belastungsrate, der Vorverformung sowie der Probengröße bei Wolfram anzustellen.

- Einfluss der Belastungsrate

Wird die zu Beginn aufgebrauchte Belastungsrate dK/dt durch Veränderung der vorgegebenen Verschiebungsrate dh/dt des Eindringkörpers erhöht, so ergibt sich das in Abbildung 6.7 (a) dargestellte Bruchverhalten für W-SX. Mit steigender Belastungsrate nimmt sowohl der Risswider-

stand (niedrigere J-Integrale bei vergleichbarem Rissfortschritt), als auch der Anteil des messbaren stabilen Rissfortschritts am Gesamtrissfortschritt ab. Konsequenterweise werden für die Belastungsraten $0,064 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ (1 Versuch) und $0,122 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ (2 Versuche) leicht erniedrigte Bruchzähigkeiten von $6,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bzw. $5,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ in Bezug auf den oben bereits vorgestellten Versuch bei $0,025 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ gemessen. Die Methode mit CSM-Signal zeigt so trotz des unumgänglichen Rauschens im Messsignal klar die Abhängigkeit des Bruchverhaltens für Wolfram von der Belastungsrate auf. Die Tendenz, dass die Bruchzähigkeit bei Raumtemperatur und fest vorgegebener kristallographischer Orientierung mit steigender Belastungsrate abnimmt, wurde auch von Riedle für makroskopische Biegeproben gefunden [65]. Zurückzuführen ist dies auf den Prozess der thermisch aktivierten Versetzungsbeweglichkeit, welcher belastungsratenabhängig ist. Somit wird für größere Belastungsraten ein spröderes Verhalten erwartet.

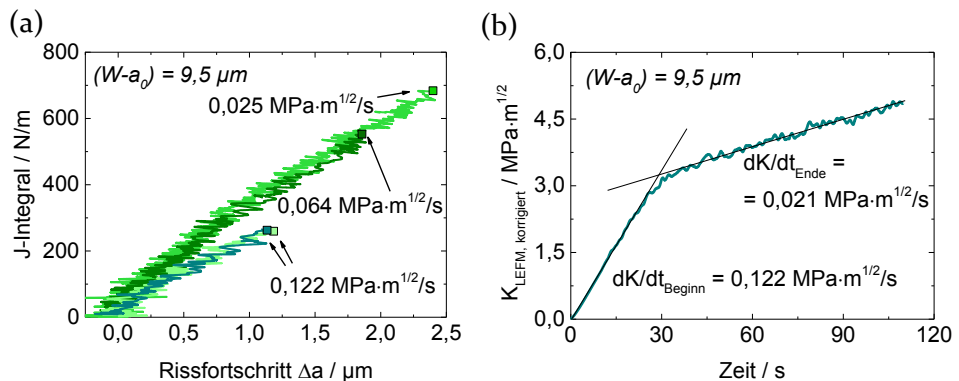


Abbildung 6.7: (a) Risswiderstandskurven von W-SX für dieselbe Geometrie bei unterschiedlichen Belastungsraten und (b) Wechsel der effektiven Belastungsrate im Experiment bei konstant gehaltener Verschiebungsrate dh/dt exemplarisch für einen Versuch.

Jedoch ist die eingestellte Belastungsrate zu Beginn des Experimentes im linear-elastischen Bereich deutlich höher als gegen Ende, wie in Abbildung 6.7 (b) für einen Versuch aus (a) dargestellt ist. Dieser Übergang findet bei allen Balken statt. Deshalb wird aus Gründen der Übersichtlichkeit stets die anfängliche Belastungsrate in den Graphen angegeben. Alle Belastungsraten sind bei der Zusammenfassung der Ergebnisse von Wolfram im späteren Verlauf mit in Tabelle 6.2 angegeben. Anders als für NiAl in der harten Orientierung zeigt sich für Wolfram keine Auswirkung

dieses spontanen Wechsels der Belastungsrate auf das R-Kurvenverhalten. Dies ist darin begründet, dass der Übergang sehr schnell abläuft und nahezu alle J-Integrale erst nach dem Wechsel der Belastungsrate bestimmt wurden. Allgemein nimmt die Belastungsrate mit dem Beginn der plastischen Verformung an der Risspitze ab.

- Einfluss der Vorverformung

In Abbildung 6.8 (a) sind zwei Mikrobalken mit $(W-a_0) = 9,5 \mu\text{m}$ von W-SX und W-SX-pl. dargestellt. Bei vergleichbarer Belastungsrate ist erkennbar, dass beide Proben bis zu einem Rissfortschritt von knapp unter $1,5 \mu\text{m}$ das gleiche Verhalten im Risswiderstand aufweisen.

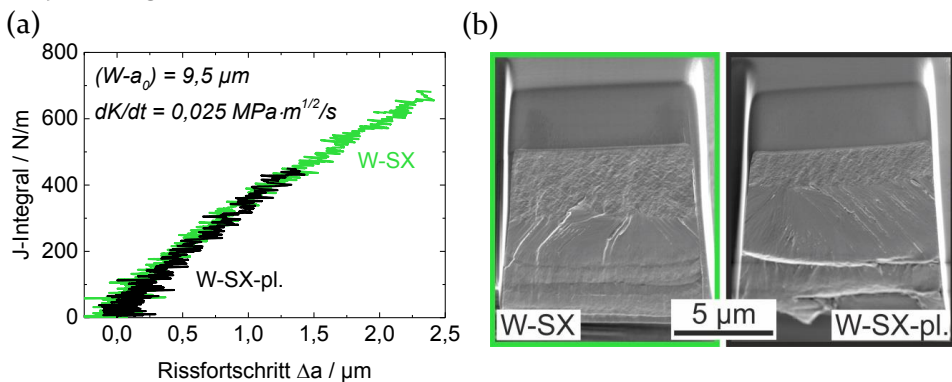


Abbildung 6.8: (a) Kontinuierliche Risswiderstandskurven für W-SX und W-SX-pl. und (b) REM-Bilder zu den dazugehörigen Bruchflächen mit erkennbaren Bereichen des stabilen Rissfortschritts.

Während das Risswachstum der vorverformten Probe an dieser Stelle nicht mehr kontrollierbar ist und sie unmittelbar danach per Spaltbruch versagt, steigt der Risswiderstand von W-SX weiter an. Erst ab knapp unter $2,5 \mu\text{m}$ stabilen Rissfortschritts und einem deutlich höheren J-Integral beginnt die Probe durch instabilen Rissfortschritt zu versagen. Somit wird erneut klar, dass die Vorverformung kaum eine Auswirkung auf die Rissinitiierung hat. Die Bruchzähigkeit liegt mit $6,5 \pm 0,4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (vier Versuche) nur geringfügig unter der von W-SX mit $6,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Die Tatsache, dass sich eine erhöhte Versetzungsdichte nicht auf die Rissinitiierung und somit ebenfalls nicht auf die Bruchzähigkeit auswirkt, erklärt, warum allgemein kein FIB-Einfluss in den Bruchexperimenten festgestellt wird. Eine Auswirkung könnte die amorphe Randschicht haben. Diese ist aber

gang von stabilem Rissfortschritt zu Spaltbruch nicht direkt erfolgt, sondern der Riss zuerst bei erhöhter Belastungsrate beschleunigt. Dieser Abschnitt, der auf Grund der veränderten Lastrate nicht in der Auswertung berücksichtigt wird, macht sich auf der Bruchfläche jedoch noch als stabiler Rissfortschritt erkenntlich.

- Einfluss der Probengröße

Für die nachfolgenden Untersuchungen werden die Biegebalken mit einer Ligamentlänge von $(W-a_0) = 9,5 \mu\text{m}$ als Referenz verwendet. Für einen ersten Vergleich, der in Abbildung 6.9 (a) gezeigt ist, wird ein ca. dreimal größerer Balken bei einer vergleichbaren Belastungsrate von etwa $0,13 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ getestet. Bezüglich des getesteten Volumens wird ein unterschiedlicher Energiebeitrag, der sich auf das J-Integral auswirkt, gemessen. Deshalb wird ein auf die Ligamentlänge bezogenes J-Integral angegeben, wie in Abbildung 6.9 (b) dargestellt ist. Auch auf Grund der verschieden großen Bruchflächen ist bei der Betrachtung absoluter Größen ein größerer stabiler Rissfortschritt für den größeren Balken zu erwarten. Deshalb wird der Rissfortschritt ebenfalls auf die Ligamentlänge bezogen. Die beiden unterschiedlichen Größen zeigen im Rahmen des Messrauschens das gleiche Bruchverhalten. Für den großen Balken mit $(W-a_0) = 28,5 \mu\text{m}$ wird so eine Bruchzähigkeit von $5,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ gemessen, die in guter Übereinstimmung mit der des kleineren Balkens für die entsprechende Belastungsrate ist.

Beim in Abbildung 6.9 (c) gezeigten Vergleich der Referenzgröße mit einem um einen Faktor drei kleineren Mikrobiegebalken sind wieder relative Werte für das J-Integral und den Rissfortschritt aufgetragen. Es ist zu erkennen, dass sich lediglich zu Beginn des Bruchvorgangs die Kurven überschneiden. Im Anschluss nimmt der Risswiderstand in der kleineren Probe aber ab ca. $0,025$ relativem Rissfortschritt stärker zu als für die größere. Die diesmal zu Beginn aufgeprägte Belastungsrate von $0,025 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ wird für beide Versuche mit einsetzendem Verfestigungsverhalten, das hier nicht gezeigt ist, auf $0,012 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ herabgesetzt. Somit bleiben beide gezeigten Versuche hinsichtlich der Belastungsrate vergleichbar. Es ergibt sich folglich eine leicht erhöhte Bruchzähigkeit für die kleinere Balkengröße von $7,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (für zwei Versuche, die beide ein J_Q von 112 N/m ergaben).

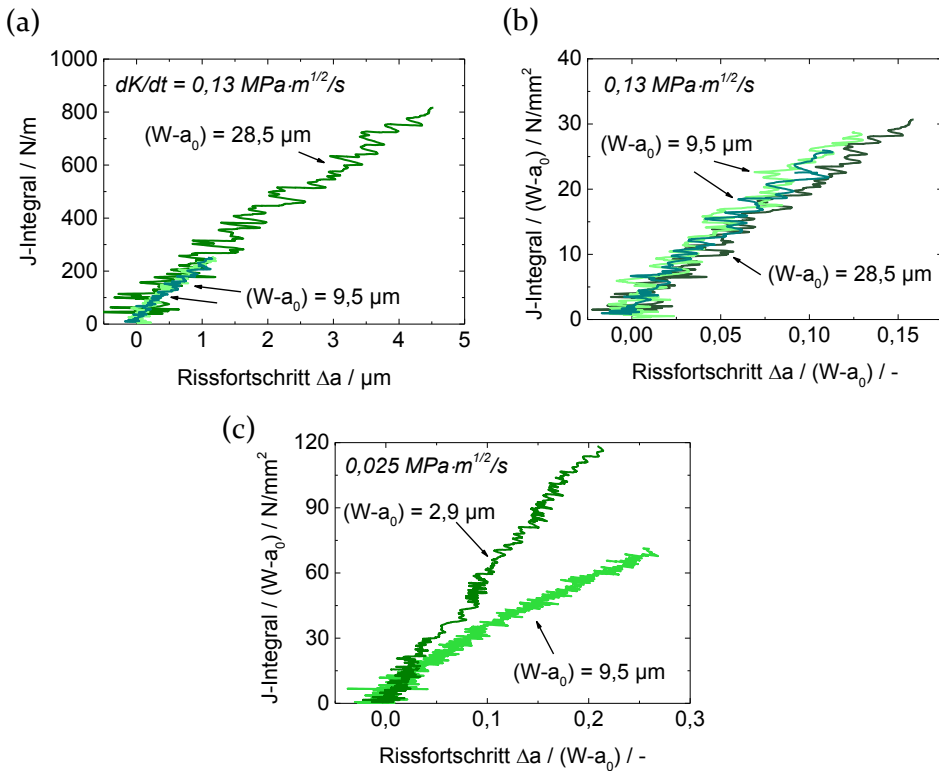


Abbildung 6.9: (a) Risswiderstandskurven von W-SX für die beiden größten Probengrößen. (b) und (c) auf die Ligamentlänge $(W-a_0)$ bezogene Risswiderstandskurven zur Darstellung des größenabhängigen Bruchverhaltens bei jeweils gleichen Belastungsraten.

6.2.4 Vergleich der Ergebnisse

In Abbildung 6.10 sind die in den vorangegangenen Kapiteln vorgestellten Ergebnisse zur Bruchzähigkeit von W-SX dargestellt. Die mittels Vorverformung erhöhte Versetzungsdichte wirkt sich auf den Rissfortschritt aus. Im Rahmen der Messgenauigkeit wird aber kein Einfluss auf die Bruchzähigkeit gefunden. Wie bereits für NiAl erläutert, ist der Vergleich mit den Daten aus der Literatur für makroskopische Proben auf Grund des Mangels einer standardisierten lokalen Prüfmethodik erschwert. Die Daten von Riedle [65] für dasselbe Rissystem und eine Belastungsrate von $0,10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ wurden nach der Basismethode bezüglich des J-Integral-Konzepts bestimmt. Deshalb soll an dieser Stelle auch nur der Vergleich

mit den in dieser Arbeit über das J-Integral ermittelten Werten erfolgen. Die für die jeweils größten Balken der beiden J-Integral-Methoden ermittelten Werte bei einer Belastungsrate von $0,12 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$, die nahezu der aus der Literatur entspricht, ergeben dabei $6,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bzw. $5,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Sie liegen somit leicht unterhalb des makroskopischen Wertes von $8,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Jedoch wurde bei Riedle [65] auf Grund der Basismethode auch die komplette Bruchenergie, was zu einer potentiellen Überschätzung der Bruchzähigkeit führen kann, berücksichtigt. Für die lokalen Auswertemethoden nach der EPFM, wird also je nach Größe und Belastungsrate eine Bruchzähigkeit von ca. $5\text{-}7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ erzielt.

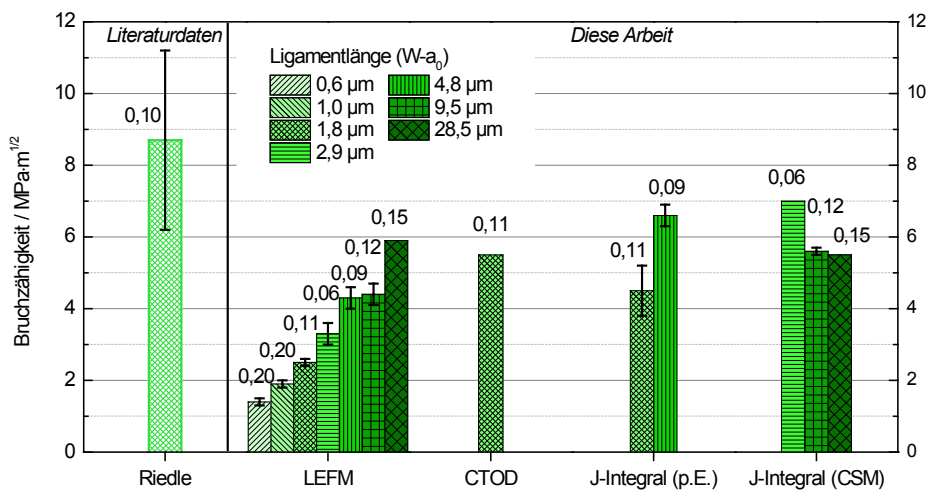


Abbildung 6.10: Die mit den unterschiedlichen Methoden für die verschiedenen Größen (charakterisiert mittels der Ligamentlänge $W-a_0$) berechneten Bruchzähigkeiten für W-SX sind zusammen mit Literaturdaten von Riedle [65] dargestellt; zusätzlich sind über den Balken die mittleren Belastungsraten in $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ angegeben. Dieser Graph zeigt nicht alle Daten für W-SX.

Interessanterweise ist bei der Betrachtung der Bruchzähigkeit rein nach der LEFM ein deutlicher Trend zu erkennen, selbst wenn die Belastungsraten nicht die gleichen sind. Je größer der Balken, desto größer ist der maximale Spannungsintensitätsfaktor. Dieser wird hier als Maß für die Bruchzähigkeit herangezogen, auch wenn ein möglicher vorheriger Rissfortschritt in den Messdaten keine Beachtung in der Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors fand. Die Begründung liegt in der Ausbildung einer plastischen Zone bzw. in der plastischen Verformung der

Probe ausgehend von der Rissspitze. Je größer das Probenvolumen ist, desto bedeutender wird die Verfestigung und in Folge dessen die so bestimmte Bruchzähigkeit. Für die kleinste Probe wird der rein nach dem Griffith-Kriterium bestimmte Wert gefunden. Es findet deshalb vermutlich auch unterhalb dieser Größe keine plastische Verformung mehr statt.

6.2.5 Plastische Zone um die Rissspitze

In diesem Abschnitt geht es darum, die im Kapitel 6.2, gezeigten Ergebnisse mittels EBSD-Messungen und STEM-Aufnahmen (engl. *scanning transmission electron microscopy*) zu erklären. Zuerst erfolgt eine generelle Beschreibung der Entwicklung der plastischen Zone in einem Mikrobiegebalken mit einer Ligamentlänge ($W-a_0$) = 9,5 μm . Im Anschluss wird der ebenfalls für diese Balkengröße gefundene Einfluss der anfänglichen Versetzungsdichte auf das Bruchverhalten diskutiert. Schließlich wird der in den Risswiderstandskurven in Abbildung 6.9 (c) gefundene Effekt, bei dem die kleineren Biegebalken einen erhöhten Risswiderstand zeigten, genauer analysiert.

Entwicklung der plastischen Zone im Biegebalken mit $(W-a_0) = 9,5 \mu\text{m}$

In Abbildung 6.11 (a) ist für W-SX ein Mikrobiegebalken vor dem Versagen durch Spaltbruch dargestellt. Hierfür ist lediglich der Bereich um die Rissspitze vergrößert gezeigt. Ein gezielter Abbruch des Experiments wurde unternommen, um im Anschluss eine Analyse der plastischen Verformung an der Rissspitze durchführen zu können. Neben den charakteristischen Gleitspuren an der Balkenaußenseite ist bereits stabiler Rissfortschritt zu erkennen. Die Zielpräparation mittels FIB, die in Abbildung 6.11 (b) für den Balken aus (a) präsentiert ist, zeigt eine ~ 80 nm dünne Lamelle, welche der Balkenmitte entnommen wurde. Durch die Verwendung des Dunkelfeld-Modus für das im REM bei 30 kV aufgenommene STEM-Bild sind die Versetzungen als dunkle Stellen auszumachen. Es ist außerdem der Rissfortschritt in der Probe erkennbar. Der helle Bereich unterhalb des Risses ist ein unerwünschtes aber unvermeidliches Präparationsartefakt.

Außerhalb der gekennzeichneten plastischen Zone ist die Versetzungsdichte deutlich niedriger und entspricht näherungsweise der Versetzungsdichte zu Beginn des Experimentes. Die erhöhte Versetzungsdichte unterhalb des Risses ist auf Nukleationsprozesse während des Rissfortschritts zurückzuführen. Dieser Bereich stellt die plastische Zone, welche

eine Dimension von $r_{pl} \approx 5 \mu\text{m}$ besitzt, in der Probe dar. Jedoch stellt diese Aufnahme bereits das Ende des Experimentes dar, da der Riss bereits ca. $1 \mu\text{m}$ fortgeschritten ist. Für die theoretische Abschätzung der Größe der plastischen Zone zum Zeitpunkt des ersten Rissfortschrittes ergibt sich nach Formel 2.7 für den EDZ ein $r_{pl} \approx 63 \mu\text{m}$ bei einer verwendeten Fließspannung von 230 MPa und einer Bruchzähigkeit von $5,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ für den vorliegenden Versuch. Dieser Wert scheint mit Hinsicht auf die STEM-Untersuchungen deutlich zu groß zu sein. Bei Verwendung einer mittels ungekerbten Biegebalken ermittelten lokalen Streckgrenze von $\sim 1650 \text{ MPa}$ – siehe Abbildung 6.1 (a) – wird ein $r_{pl} \approx 1,2 \mu\text{m}$ berechnet. Dieser Wert ist deutlich kleiner als die Dimensionen des untersuchten Biegebalkens. In dem in Abbildung 6.9 (a) gezeigten Vergleich der größten Biegebalken in W-SX war kein Unterschied im R-Kurvenverhalten zu erkennen. Es wird daraus gefolgert, dass die plastische Zone zu Beginn des Experiments, wenn die Bestimmung der Bruchzähigkeit erfolgt, klein genug im Verhältnis zu den Probendimensionen dieser Biegebalken ist. Es ist in Folge dessen kein Größeneffekt zu erwarten.

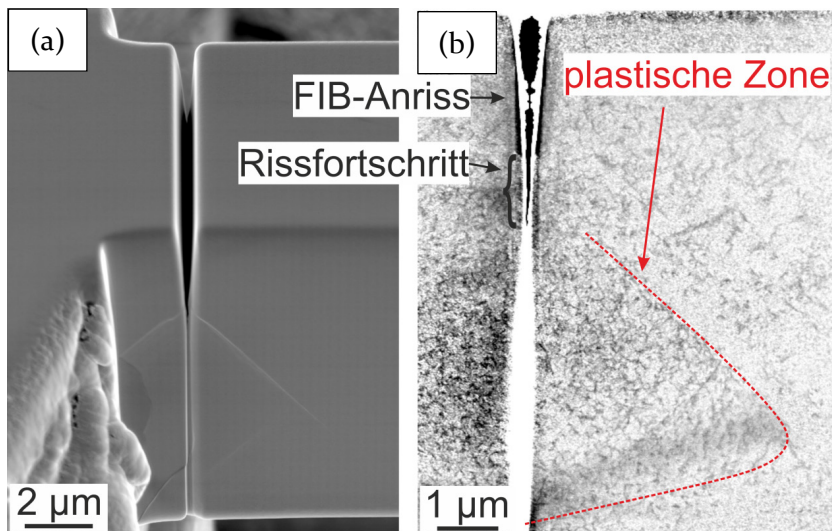


Abbildung 6.11: Biegebalken mit Ligamentlänge ($W-a_0$) $\approx 9,5 \mu\text{m}$. (a) REM-Bild im SE-Kontrast eines Mikrobiegebalkens in W-SX von einem vor dem Spaltbruch unterbrochenen Experiment und (b) REM-Bild im STEM-Modus (Dunkelfeld) des gleichen Balkens nach erfolgter Zielpräparation aus der Mitte des Biegebalkens.

Dieses Ergebnis wird zudem von der Länge der ausgemessenen Gleitspuren an der Außenseite des Biegebalkens gestützt. In Abbildung 6.12 ist ein weiterer Mikrobiegebalken der gleichen Größenordnung wie in Abbildung 6.11 (a) gezeigt.

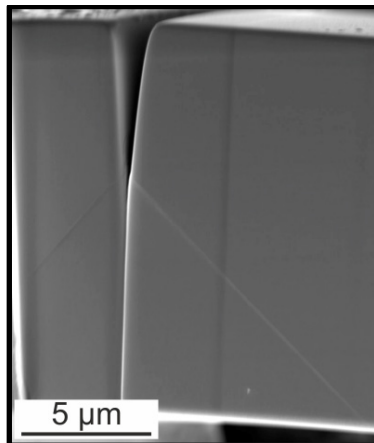


Abbildung 6.12: REM-Bild in leicht verkippter Ansicht eines bis kurz vor Spaltbruch getesteten Mikrobiegebalkens; die Gleitspuren ($\{110\}$ -Flächen) gehen durch die ganze Probe.

Dieses Mal wurde das Experiment noch später abgebrochen, was zu einer leichten verbleibenden Biegung des Balkens führte und außerdem zu Gleitlinien, die bis zur Balkenunterseite reichen. Das zeigt zum einen, dass sich die plastische Zone kontinuierlich ausdehnt, bis sie den gesamten Querschnitt ausfüllt. Außerdem zeigt es, dass – wie bereits aus den Simulationen in Abbildung 4.16 zu erkennen ist – kein eindeutiger Verlauf der neutralen Faser, an welcher sich die Versetzungen aufstauen, im gekerbten Biegebalken vorliegt.

Einfluss der anfänglichen Versetzungsdichte auf das Bruchverhalten

In Abbildung 6.13 (a) ist eine EBSD-Messung des in Abbildung 6.11 (a) gezeigten Balkens präsentiert. Diese wurde unmittelbar vor der Zielpräparation und ebenfalls in der Nähe der Balkenmitte durchgeführt. Für die Analyse des drittnächsten Nachbarn (7×7 Feld), ist die entsprechende KAM-Auswertung zur Quantifizierung von Versetzungsdichten vorgestellt. So ist deutlich erkennbar, dass die im STEM-Bild in Abbildung 6.11 (b) ersichtlichen Versetzungen im Messrauschen ($\leq 0,2^\circ$) untergehen. Dies bedeutet, dass es sich bei ihnen nicht um GNDs, sondern um SSDs

handelt. Lediglich um den fortgeschrittenen Riss herum ist ρ_{GND} lokal erhöht (ca. $4 \cdot 10^{14}/m^2$). Das bereits beschriebene Messartefakt unterhalb der Risspitze führt zu den verfälschten Werten für die Misorientierung (3). Die in Richtung der Unterseite des Biegebalkens leicht erhöhte Versetzungsdichte (1) ist bezüglich des gemessenen Winkels von $65,9^\circ$ im Einklang mit dem auch in den makroskopischen Bruchversuchen [65] gefundenen $\{112\}$ -Gleitebenentyp. Jedoch scheint sich diese lokale Erhöhung der Versetzungsdichte nicht auf das Bruchverhalten im Sinne von plastischen Dehngradienten auszuwirken.

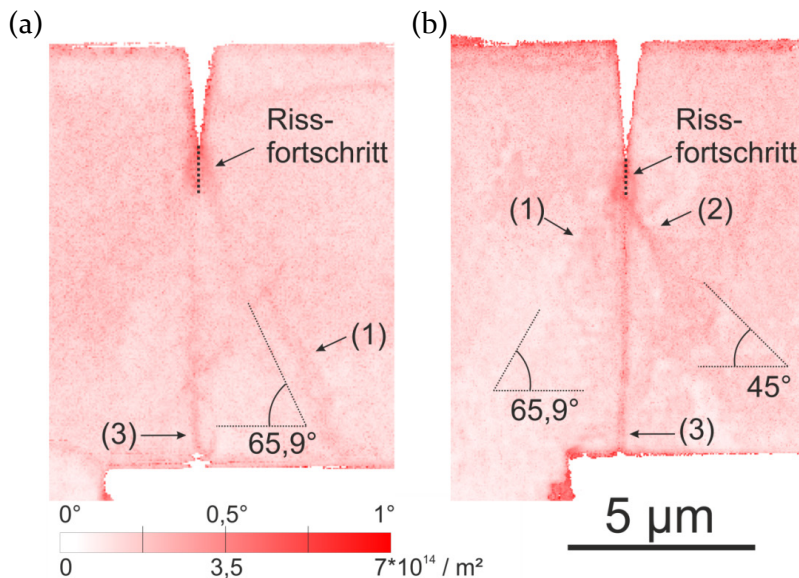


Abbildung 6.13: Biegebalken mit Ligamentlänge ($W-a_0$) = $9,5 \mu m$. EBSD-Messungen von (a) W-SX und (b) W-SX-pl., dargestellt in der KAM-Analyse des 3. Nachbarn; 1° Misorientierung entspricht einer Versetzungsdichte von $7 \cdot 10^{14} / m^2$.

Eine sehr ähnliche charakteristische KAM-Auswertung erhält man bei gleicher Auftragungsart für die vorverformte Probe W-SX-pl., die in Abbildung 6.13 (b) gezeigt ist. Zusätzlich zu den $\{112\}$ -Gleitebenen werden dieses Mal auch für die $\{110\}$ -Gleitebenen (2), die im 45° -Winkel erscheinen, lokal erhöhte Versetzungsdichten gemessen (ca. $4 \cdot 10^{14}/m^2$). Auf den REM-Bildern der W-SX-pl. Proben waren im Gegensatz zu den W-SX Proben nie seitliche Gleitspuren im 45° -Winkel an den Außenseiten der Balken sichtbar. Dies lässt sich mit den EBSD-Messungen gut in Einklang

bringen. Die an der Rissspitze erzeugten Versetzungen werden auf Grund der starken Kaltverfestigung zu Versuchsbeginn in ihrer Mobilität beeinträchtigt und stauen sich auf. Sie sind so in den KAM-Messungen erkennbar. Mit ihren erzeugten Spannungsfeldern begünstigen sie die auf den Riss wirkenden Zugspannungen. Dies ist aus den Experimenten abgeleitet, in denen die vorverformten Proben, wie beispielsweise in Abbildung 6.8 aufgezeigt, bei einem niedrigeren J-Integral sowie einem kleineren Rissfortschritt durch Spaltbruch versagen. Es ist außerdem aus der Literatur [11] bekannt, dass ein Material, auf welches ein höherer dreiachsiger Spannungszustand an der Rissspitze wirkt, eher durch Sprödbruch versagt. Die nahezu geraden Rissfronten, die in Abbildung 6.8 (b) gezeigt sind, lassen auf einen EDZ über fast die gesamte Breite des Balkens schließen. Die Bereiche des ESZ an den Außenseiten sind somit vernachlässigbar. Der erhöhte dreiachsige Spannungszustand ist auch über die ungekerbten Biegebalken in W-SX-pl. abzuleiten. In diesen wurde eine erhöhte Streckgrenze für die vorverformte Probe gefunden. Diese beschränkt die plastische Zone noch weiter und begünstigt den Spaltbruch. Wie für W-SX und W-SX-pl. erkennbar, ergeben sich keine signifikanten Bereiche erhöhter Versetzungsdichten ρ_{GND} über den Balkenlängsschnitt hinweg. Bedeutende Dehngradienten auf Grund einer Rotation des Kristallgitters sind zudem nicht zu erwarten, da die Biegebalken vor dem Spaltbruch nahezu keine verbleibende Durchbiegung aufweisen.

Einfluss der Probengröße

Die EBSD- und STEM-Untersuchungen zur plastischen Verformung an der Rissspitze der Biegebalken in W-SX mit einer Ligamentlänge von $2,9 \mu\text{m}$ sind in diesem Abschnitt zusätzlich aufgezeigt. In Abbildung 6.14 ist eine detaillierte Untersuchung des entsprechenden Biegebalkens dargestellt. Im STEM-Bild ist wiederum deutlich die plastische Zone ausgehend von der Rissspitze zu erkennen. Dieses Mal sind signifikante Unterschiede aus der KAM-Analyse zum oben beschriebenen Verhalten der größeren Balken zu erkennen. Es finden sich nun Bereiche mit erhöhter Versetzungsdichte ρ_{GND} im Balkenlängsschnitt. Die Werte sind in gutem Einklang mit der nach dem Experiment verbleibenden Durchbiegung des Balkens von $\omega \approx 4^\circ$. Unter Verwendung von Formel 4.6 und einem Betrag des Burgersvektors für Wolfram von $0,274 \text{ nm}$ lässt sich die für eine entsprechende Rotation des Kristalls benötigte Versetzungsdichte ρ_{GND} berechnen. Der an der Rissspitze derart gemessene Gradient beträgt gemäß der EBSD-Messung $\omega/x \approx 3,1^\circ/\mu\text{m}$, wie in Abbildung 6.14 (d) näher erläutert ist. Analytisch ergibt sich somit $\rho_{GND} \approx 2,0 \cdot 10^{14}/\text{m}^2$. Dies ist indirekt

eine Überprüfung der lediglich zweidimensionalen KAM-Analyse. Letztere spiegelt somit sowohl quantitativ als auch qualitativ die berechneten ρ_{GND} recht gut wider.

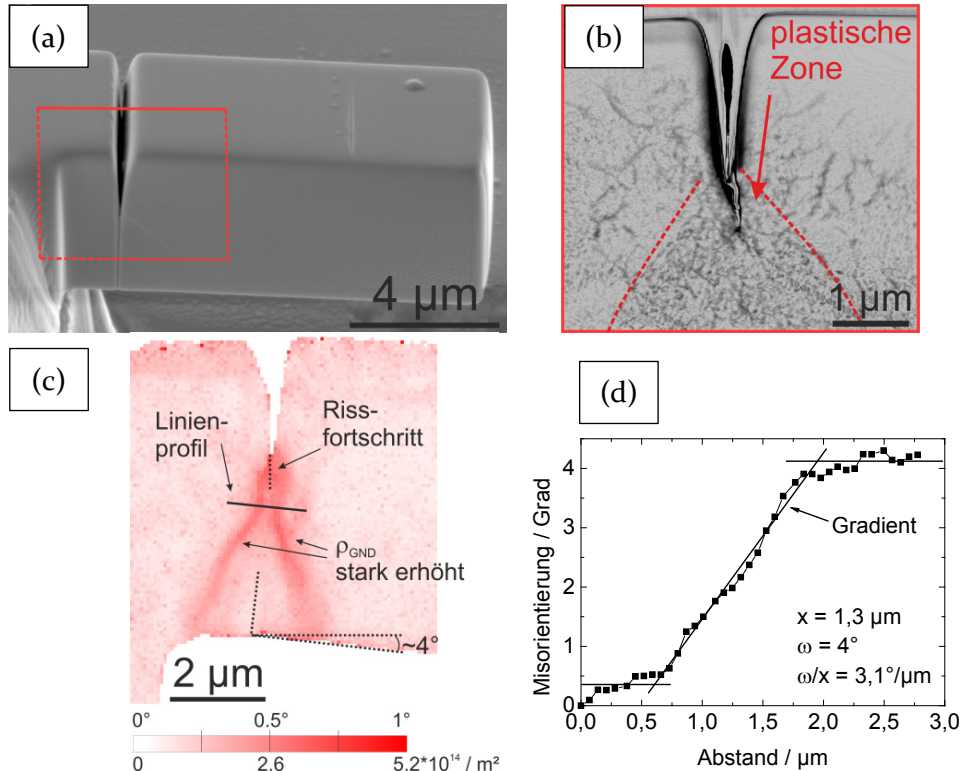


Abbildung 6.14: (a) Biegebalken mit Ligamentlänge ($W-a_0$) = $2,9 \mu\text{m}$, (b) REM-Bild im STEM-Modus (Dunkelfeld) des gleichen Balkens nach erfolgter Zielpräparation, (c) EBSD-Messung dargestellt in der KAM-Analyse des 3. Nachbarn, wobei 1° Misorientierung einer Versetzungsdichte von $5,2 \cdot 10^{14} / \text{m}^2$ entspricht und (d) Berechnung der Kristallgitterverkipfung an der Risspitze an Hand des in (c) eingezeichneten Linienprofils.

Die lokale Erhöhung der Versetzungsdichte an der Risspitze vergrößert gleichsam die lokale Fließspannung σ_f :

$$\Delta\sigma_f = \alpha Gb \sqrt{\frac{\omega}{xb}} \quad 6.2$$

Diese Erhöhung ergibt sich für $\alpha \approx 0,3$ und $G = 161$ GPa für Wolfram zu ~ 185 MPa. In Folge dessen werden auf Grund des zusätzlichen Verfestigungsbeitrags der GNDs deutlich höhere Kräfte zur Erzielung von Rissfortschritt benötigt. Dies spiegelt sich in einem erhöhten Risswiderstandsverhalten, wie es in Abbildung 6.9 (b) gezeigt ist, wider. Aus dem REM-Bild im STEM-Modus in Abbildung 6.14 (b) ist klar ersichtlich, wie sich die plastische Zone über den gesamten Längsschnitt der Probe entwickelt. Wiederum im 45° -Winkel befinden sich die Versetzungen unterhalb der Rissspitze. Jedoch ist aus dieser rein qualitativen Betrachtungsweise keine Unterteilung in GNDs bzw. SSDs möglich.

Inwiefern sich die SSDs auf den Bruchvorgang auswirken, ist schwierig einzuschätzen. Die beiden Versuchsreihen mit den größten Balkendimensionen zeigten das gleiche Risswiderstandsverhalten auf. Die Größe der plastischen Zone im EDZ ist auch in etwa gleich groß, wenn für beide Balkengrößen dieselbe Streckgrenze von 1650 MPa verwendet wird, da die Bruchzähigkeiten nahezu die gleichen sind. Jedoch fällt die plastische Zone in Bezug auf die Probengröße für beide gezeigten Größen bei einer lokal gleichermaßen erhöhten Streckgrenze von ca. 1650 MPa unterschiedlich groß aus. Für den größten getesteten Biegebalken ($L/W/B = 72/45/25$) ergibt sich nach Formel 2.8 für die Mindestgröße der kleinsten Balkendimension – für die bestimmte Bruchzähigkeit von $5,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ und die genannte Streckgrenze – ein Wert von $\sim 28 \mu\text{m}$. Dieser liegt nur unwesentlich über der kleinsten Dimension, nämlich der Balkendicke von $25 \mu\text{m}$. Die von der ASTM-Norm [26] aufgestellte konservative Bedingung wird daher auf Grund der lokal erhöhten Streckgrenze nahezu eingehalten. Jedoch wird diese Bedingung von dem ca. Faktor 3 kleineren Biegebalken, der jedoch dasselbe Risswiderstandsverhalten in Abbildung 6.9 (a) aufzeigt, nicht eingehalten. Es wird hieraus gefolgert, dass die plastische Zone größer als die von der ASTM-Norm [26] aufgestellte konservative Bedingung sein kann, solange keine Dehngradienten das Risswiderstandsverhalten beeinflussen. Auch die Bruchflächen der großen Balken zeigen ein sehr ähnliches Bild, wenn sie mit den makroskopischen Bruchflächen von Riedle [65] verglichen werden. Es ist daher auszugehen, dass die Biegebalken in dieser Arbeit, deren Ligamentlänge ($W-a_0$) $\geq 9,5 \mu\text{m}$ ist, keine Größeneffekte zeigen. Bei den Biegebalken mit einer Ligamentlänge ($W-a_0$) = $2,9 \mu\text{m}$ führen die Dehngradienten zu einem erhöhten Risswiderstandsverhalten und folglich einer leicht erhöhten Bruchzähigkeit von $7,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Die Größe der Balken hat so einen merklichen Einfluss auf das Bruchverhalten. Sobald die Balkengröße noch kleiner gewählt wird, fällt die Bruchzähigkeit stetig ab, bis schließlich für

den untersten Wert das Griffith-Kriterium für den rein spröden Bruch anwendbar ist. Die plastische Zone wird somit durch die Probengröße zunehmend beschränkt und bildet sich für die kleinsten Balken schließlich gar nicht mehr aus. Diese Schlussfolgerung geht auch einher mit der Tatsache, dass die Spannungsintensitätsfaktoren K_{LEFM} stetig mit kleiner werdender Balkengröße fallen. Je größer der Biegebalken ist, desto größer kann sich die plastische Zone im Laufe des Versuchs ausbilden, und desto mehr Verfestigung wird erreicht. Für NiAl, für das nur zwei verschiedene Größen untersucht wurden, ist dieser Umstand weder für die weiche, noch für die harte Orientierung beobachtet worden. Es wird jedoch angenommen, dass auch hier für kleiner werdende Biegebalken ein spröderes Bruchverhalten vorzufinden ist. Vor allen Dingen für die weiche Orientierung von NiAl wird wie auch für Wolfram vermutet, dass das Bruchverhalten unterhalb einer gewissen Balkengröße über das Griffith-Kriterium erklärt werden kann.

6.3 Wolfram-Polykristall

Ziel der Mikrobiegebalkenversuche an den polykristallinen Proben war es, den Einfluss von Korngrenzen in nahezu untexturierten Bereichen auf das Bruchverhalten bei Wolfram zu untersuchen. Des Weiteren wird erwartet, dass sich die Mikrostruktur auf die plastische Zone vor der Risspitze auswirkt. Auch die von bzw. nahe der Risspitze emittierten Versetzungen werden durch die Korngrenzen daran gehindert, das Material an der Oberfläche zu verlassen. Letzteres wurde beispielsweise bei der einkristallinen Probe gesehen. Im Folgenden sind ausschließlich ex-situ Versuche an größeren Proben ($L/W/B \approx 24/16/13$) gezeigt. Gewisse Mindestgrößen waren notwendig, um eine möglichst große Anzahl von Körnern in der unmittelbaren Rissspitzenumgebung vorzufinden. Der Median der Korngröße beträgt bei der polykristallinen Probe ca. 790 nm. Waren zu wenige Körner in der Rissebene, so zeigte sich, dass eine Auswertung auf Grund von zu starker Streuung nicht möglich war.

Risswiderstandsverfahren – Methode mit CSM-Signal

Drei der insgesamt fünf ausgewerteten Mikrobiegebalken mit FIB-Anriss zur Bestimmung der Bruchzähigkeit sind in Abbildung 6.15 (a) aufgezeigt. Bei einer Balkenbreite von ca. 13 μm ist bei der genannten Korngröße davon auszugehen, dass etwa 16 Körner an der Rissfront liegen. Bei Betrachtung der Spannungsintensitätsfaktoren zeigt sich, dass im Anschluss an

den elastischen Bereich bei leicht unterschiedlichen Werten zwischen $3,8\text{--}5,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ein erstes Abknicken der Kurven zu verzeichnen ist. Unmittelbar danach erfolgt, wie für eine Probe zu erkennen ist, der vollständige Bruch. Bei den anderen beiden gezeigten Proben wird der Riss abgefangen und es erfolgt nach einer Verschiebung von ca. $0,5 \mu\text{m}$ leichte Verfestigung gefolgt von einem nahezu konstanten Plateau. Nach einer Verschiebung von ca. $1,2 \mu\text{m}$ versagen schließlich auch diese Proben. Es wurden drei ähnliche Belastungsraten untersucht, die sich jedoch nicht entscheidend auf das Bruchverhalten auswirkten.

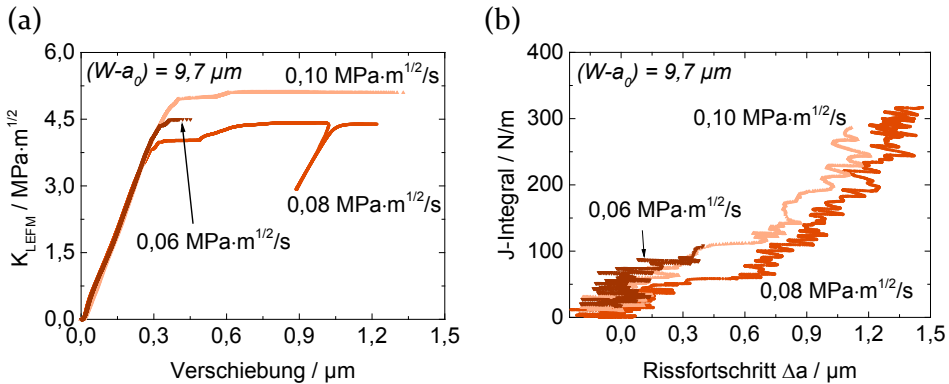


Abbildung 6.15: W-UFG Probe: (a) Spannungsintensitätsfaktoren als Funktion der Verschiebung bis zum instabilen Rissfortschritt und (b) die zugehörigen Risswiderstandskurven.

Die in Abbildung 6.15 (b) gezeigten Risswiderstandskurven geben in den ersten 300 nm das Abstumpfungsverhalten der Risspitze wider. Während die eine Probe bei einem J-Integral von 106 N/m versagte, ergaben sich für die anderen beiden dargestellten Proben deutliche Sprünge bei 58 N/m bzw. 111 N/m . Da diese Sprünge eindeutig auf einen Rissfortschritt hinweisen, wurde für diese kritischen Werte die Bruchzähigkeit bestimmt. Aus den insgesamt fünf gültigen Versuchen ergab sich so eine gemittelte Bruchzähigkeit von $6,3 \pm 0,8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Bei der Einschätzung dieser Daten ist jedoch auf das Problem der Annahme eines homogenen Rissfortschritts in den FE-Simulationen, über die die Bestimmung des Rissfortschritts läuft, zu achten. Der in den Daten durch den Sprung charakterisierte Rissfortschritt findet nicht an der gesamten Rissfront statt. Vermutlich verläuft er vielmehr durch ein oder zwei günstig orientierte Körner bzw. entlang einer Korngrenze. Die in Folge des partiellen Voranschreitens der Rissfront erhöhte Spannungsintensität kann im Anschluss ent-

weder abgefangen werden oder der Riss wird überkritisch und die Probe versagt über die gesamte Risslänge hinweg.

Es zeigte sich aus den Versuchen, dass die Proben einer merklichen Streuung unterliegen. Diese ist mit der entsprechenden kristallographischen Lage der einzelnen Körner sowie den in der Nähe der Risspitze befindlichen Korngrenzen zu erklären. Der Bruchvorgang ist am besten an den Bruchflächen, von denen eine in Abbildung 6.16 gezeigt ist, zu verstehen.

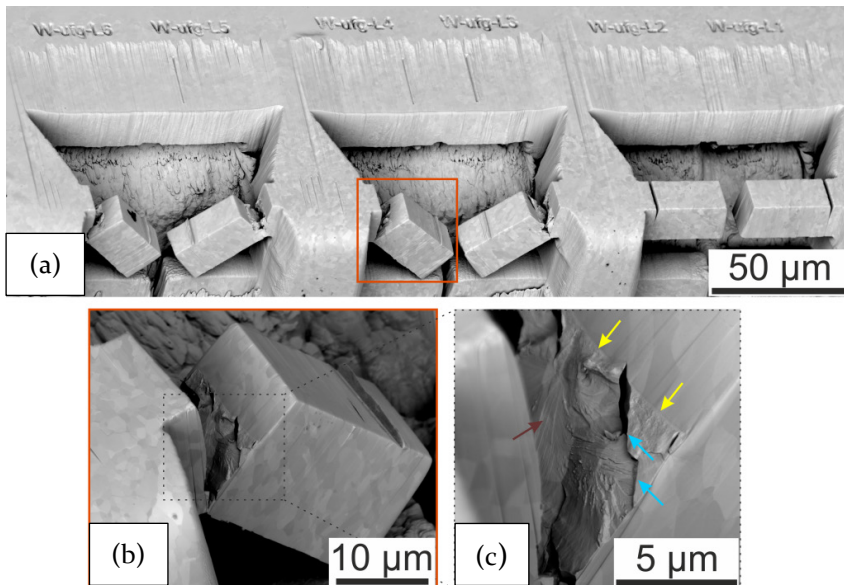


Abbildung 6.16: REM-Bilder von Biegebalken in W-UFG: (a) Übersichtsbild von Balken vor (rechts) und nach dem Experiment (links), (b) vergrößerte Darstellung eines getesteten Biegebalkens und (c) dessen Bruchfläche.

Bei der vergrößerten Ansicht der Bruchfläche ist erkennbar, wie der Anriss zu Beginn des Bruches nicht homogen wie bei den einkristallinen Proben verläuft, sondern nur in gewissen Bereichen (gelbe Pfeile). Es wird außerdem je nach Biegebalken sowohl transkristalliner Bruch (brauner Pfeil) über mehrere Körner hinweg als auch interkristalliner Bruch (blaue Pfeile) beobachtet. Dieses Erscheinungsbild stimmt gut mit dem in der Literatur gefundenen überein. Vergleicht man die REM-Bilder mit denen von Margevicius et al. [94], so fanden diese Autoren ebenfalls abhängig von der Kornausrichtung beide Bruchvorgänge für polykristallines Wolfram. Jedoch liegt die in dieser Arbeit gemessene Bruchzähigkeit teils

deutlich unter den in der Literatur zu findenden Daten [94–96]. Allerdings ermittelten Gludovatz et al. [97] und auch Faleschini et al. [98] je nach eingestellter Mikrostruktur auch sehr niedrige Werte, die sich im Bereich der hier gemessenen befinden. Konträr zu den Ergebnissen von Faleschini steht jedoch die Tatsache, dass mit zunehmendem Umformgrad, also mit abnehmender Korngröße ein Anstieg in der Bruchzähigkeit erkannt wird. Der Vergleich sollte aber auch nicht zu direkt ausfallen, da bei der Bestimmung der Bruchzähigkeit viele Parameter wie die Textur, die eingestellte Mikrostruktur, die Reinheit der Proben, das Herstellungsverfahren oder auch die Belastungsrate von Bedeutung sind.

Beim Vergleich der Bruchzähigkeiten zwischen der polykristallinen und den beiden einkristallinen Proben ist interessanterweise kein großer Unterschied zu vermerken. Für die einkristallinen Proben besteht das Rissystem stets aus der Spaltbruchfläche, weshalb entsprechend niedrige Bruchzähigkeiten erwartet werden. Für die polykristalline Probe jedoch liegen viele unterschiedlich orientierte Körner sowie Korngrenzen an der Rissfront. Das Bruchverhalten ist in Folge dessen deutlich verschieden, was an den Risswiderstandskurven auszumachen ist. Jedoch sind die Werte für die Bruchzähigkeit vergleichbar mit den Einkristallen und nicht erhöht, wie bei den makroskopischen Bruchproben. Dies liegt vermutlich daran, dass zumindest ein Korn in der Rissfront nahe an den Spaltbruchbedingungen für Wolfram liegt. Dieses versagt bei einer kritischen Last als erstes und definiert im Experiment den Punkt, an dem die Bruchzähigkeit definiert wird. Im weiteren Verlauf versagt die Probe dann vollständig oder der Riss läuft entlang von benachbarten Körnern bzw. Korngrenzen weiter, wobei der Risswiderstand noch ein wenig ansteigt. In den makroskopischen Proben ist ein derart schnelles Versagen nicht zu beobachten. Dies liegt daran, dass der Riss durch die Mikrostruktur am Fortschreiten gehindert wird. Entsprechend werden makroskopisch deutlich größere Bruchzähigkeiten berechnet [95,98,129].

Alle in dieser Arbeit bestimmten Bruchzähigkeiten der verschiedenen Wolfram-Proben sind in Tabelle 6.2 zusammengefasst. Für die vorverformte und die UFG-Probe sind keine Literaturdaten zum Vergleich mit angegeben. Riedle [65] untersuchte zwar die Vorverformung bei Einkristallen aber für ein anderes Rissystem. Wegen der kristallographischen Abhängigkeit der Bruchzähigkeit bei Wolfram sind jedoch daraus keine Rückschlüsse für das hier verwendete Rissystem zu gewinnen. Die große Streuung der Literaturdaten für die UFG-Probe, die bereits diskutiert wurde, macht ebenfalls einen Vergleich zu den hier gezeigten Daten schwierig.

Tabelle 6.2: Ergebnisse der Mikrobiegebalkenversuche an Wolfram.

Durchführung	Größe ($W-a_0$) μm	An- zahl	Belastungsrate dK/dt $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$	$K_{IQ,LEFM}$ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	J_Q N/m	$K_{IQ,I}$ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	$K_{IQ,\delta}$ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	K_{Ic} Literatur $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
in- situ	Basis	2	0,20	$1,4 \pm 0,1$	-	-	-	$8,7 \pm 2,5$ [65]	
	Basis	2	0,19	$1,8 \pm 0,1$	-	-	-		
	Basis	4	$0,11 \pm 0,03$	$2,5 \pm 0,1$	47 ± 16	$4,5 \pm 0,7$	5,5		
	CTOD	1							
	CSM	1/1	$0,03 / 0,06^*$; $0,01 / 0,02^{**}$	$3,3 \pm 0,3$	112 ± 2	7,0	-		
	Part. Entl.	2	0,09	$4,3 \pm 0,3$	99 ± 8	$6,6 \pm 0,3$	-		
	CSM	1/1/2	$0,03 / 0,06 / 0,12^*$; $0,01 / 0,01 / 0,02^{**}$	$4,4 \pm 0,3$	$99 / 96 / 71$	$6,6 / 6,5 / 5,6$	-		
	CSM	1	$0,15^*$; $0,03^{**}$	5,9	69	5,5	-		
	Basis	1,8	4	$0,12 \pm 0,02$	$2,5 \pm 0,1$	36 ± 11	$4,0 \pm 0,6$		5,7
	CTOD	1							
in- situ	Part. Entl.	2	0,09	$4,5 \pm 0,2$	110 ± 2	$6,9 \pm 0,1$	-		
	CSM	4	$0,03^*$; $0,01^{**}$	$4,7 \pm 0,6$	97 ± 11	$6,5 \pm 0,4$	-		
	ex- situ	5	$0,06 / 0,08 / 0,10^*$	2 / 2 / 1	94 ± 22 (alle gemittelt)	$6,3 \pm 0,8$ (alle gemittelt)	-		
ex- situ	CSM	5	$0,06 / 0,08 / 0,10^*$	2 / 2 / 1	94 ± 22 (alle gemittelt)	$6,3 \pm 0,8$ (alle gemittelt)	-		

* Belastungsrate dK/dt_{Beginn} (Beginn des Experiments) ; ** Belastungsrate dK/dt_{Ende} (Ende des Experiments)

7 Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit war eine detaillierte Bestimmung des Bruchverhaltens sowie der Bruchzähigkeit auf der Mikroskala von Materialien mit elastisch-plastischem Verformungsverhalten. Hierfür wurden Versuche an FIB präparierten Mikrobiegebalken, für welche eine Technik zur Erzeugung möglichst scharfer und homogener Kerben präsentiert ist, durchgeführt. Als Modellmaterialien für die Versuche wurden NiAl und Wolfram verwendet, da diese beiden Materialien charakteristische Spröd-Duktil-Übergänge, die oberhalb der Raumtemperatur liegen, besitzen.

Die Mikrobiegebalken wurden zum einen in-situ im REM und mit Hilfe eines Kraftmesssystems getestet. Dies ermöglichte die Beobachtung von Bruchvorgängen wie Rissinitiierung und -fortschritt und plastischer Verformung an der Risspitze. Zum anderen wurden Mikrobiegebalkenversuche ex-situ in einem Nanoindentierungssystem durchgeführt. Dies erlaubte neben dem Testen von größeren Biegebalken eine kontrollierbarere Versuchsdurchführung, wodurch auch verschiedene Belastungsraten einstellbar waren.

Ein Kernpunkt dieser Arbeit stellte die Methodenentwicklung dar. Die konventionellen bruchmechanischen Untersuchungen nach den verschiedenen Normen sind auf der Mikroskala nicht bzw. nur teilweise anwendbar. Zur Bestimmung der Bruchzähigkeit nach den Methoden der elastisch-plastischen Bruchmechanik wurde für die in-situ Versuche das Risspitzenöffnungsverfahren angepasst. Hierfür wurden kritische, mittels digitaler Bildkorrelation bestimmte Rissmündungsöffnungen aus REM-Bildern vermessen. Für das J-Integral-Konzept wurde zum einen die Basismethode als Näherungsverfahren angewendet. Zum anderen wurden darüber hinaus neue Methoden entwickelt, die eine Berechnung des Rissfortschritts über die experimentell gemessenen Steifigkeiten ermöglichten. Über diese Methoden wurden mit partiellen Entlastungen in den Versuchen und auch mit der harmonischen Kontaktsteifigkeit diskontinuierliche bzw. kontinuierliche Risswiderstandskurven aufgezeichnet. Zur Korrelation zwischen den Steifigkeitsmessungen und dem Risswachstum in den Proben wurden FE-Simulationen durchgeführt.

NiAl Einkristalle erlaubten es, auf Grund ihrer stark anisotropen plastischen Verformung bei Raumtemperatur, lokale Untersuchungen zum Bruchverhalten der *weichen* und *harten* Orientierung anzustellen. Für beide untersuchten Rissysteme war eine Beschreibung mit Methoden der elastisch-plastischen Bruchmechanik bei weitem genauer als mit der linear-elastischen Bruchmechanik. Die aus den Mikrobiegebalkenversuchen bestimmten Bruchzähigkeiten von $\sim 4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bzw. $\sim 8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ sind bezüglich Literaturdaten jeweils leicht erhöht. Im Hinblick auf die veränderte Auswertetechnik sind sie jedoch gut vergleichbar und ein Größeneffekt ist nicht nachweisbar. Der durch die Zugabe von Eisen gefundene duktilisierende Effekt auf das Materialverhalten wirkte sich vor allem auf das Risswachstum aus. Die Rissinitiierung wurde hiervon nur unmerklich beeinträchtigt, weshalb die Bruchzähigkeiten der Proben mit Eisen im Rahmen des Messfehlers die gleichen wie die von reinem NiAl sind.

Für Wolfram wurden Bruchversuche an Einkristallen und an einem ultrafeinkörnigen Polykristall durchgeführt. Ziel der Untersuchungen an den Einkristallen war es, durch eine Variation der Größe der Mikrobiegebalken Größeneffekte an Hand des Rissystems $\langle 100 \rangle \{100\}$ zu untersuchen. Es zeigte sich hierbei, dass die größten Biegebalken bei gleichen Belastungsraten das gleiche Risswiderstandsverhalten aufzeigten. Eine Erhöhung der Belastungsrate ergab eine Erniedrigung des Risswiderstands sowie geringeren Rissfortschritt in den Experimenten. Dies liegt in der thermisch aktivierten Versetzungsbeweglichkeit begründet, welche sich gerade für kubisch-raumzentrierte Metalle stark bemerkbar macht. In Folge dessen wurden über das J-Integral in Abhängigkeit von der Belastungsrate Bruchzähigkeiten zwischen $5,5 - 6,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ berechnet. Mit abnehmender Balkengröße wurde eine sukzessive Abnahme des Verfestigungsverhaltens und der plastischen Verformung gefunden. Die kleinsten untersuchten Biegebalken mit Dimensionen im Submikrometerbereich versagten schließlich rein spröde, selbst wenn die Belastungsraten bezüglich der größeren Biegebalken leicht erhöht waren. Die experimentell bestimmte Bruchzähigkeit lag nahe an der theoretisch über das Griffith-Kriterium bestimmten mit $\sim 1,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Eine Zwischengröße zeigte hierbei den größten Risswiderstand auf. Das wurde mit den an der Risspitze gefundenen Dehngradienten, die über die KAM-Analyse quantifiziert wurden, erklärt. Die Probengröße beeinflusst auf dieser Skala die plastische Zone und folglich das Bruchverhalten. Je kleiner die Proben werden, desto geringer wird der Einfluss der plastischen Zone. Unterhalb einer kritischen Balkengröße tritt direkt Spaltbruch ein, da die elastisch in

den Proben gespeicherte Energie bereits zur Erzeugung der für den Bruchvorgang benötigten Oberflächenenergie ausreicht.

Durch gezielte homogene plastische Vorverformung der Einkristalle war außerdem der Einfluss unterschiedlicher Versetzungsdichten auf das lokale Bruchverhalten bestimmbar. Es zeigte sich, dass bei Erhöhung der Versetzungsdichte das gleiche Risswiderstandsverhalten eingestellt und auch die gleiche Bruchzähigkeit bestimmt wurde. Jedoch versagten die vorverformten Proben bei niedrigeren J-Integralen frühzeitiger, da sich die an der Rissspitze erzeugten Versetzungen auf Grund der starken Kaltverfestigung aufstauten und so mit ihren Spannungsfeldern die Rissöffnung begünstigten.

An Hand der Wolfram-Polykristalle wurde das Zusammenspiel zwischen Mikrostruktur und Rissfortschritt in den Mikrobiegebalken genauer erörtert sowie ein Vergleich zu den Einkristallen angestellt. Es zeigte sich hier, dass die Proben spröder als erwartet bei $\sim 6,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ versagten. Dies ist darauf zurückzuführen, dass ein an der Rissfront günstig für Spaltbruch liegendes Korn als erstes versagt und somit den Bruchprozess auf dieser Skala dominiert.

8 Anhang

8.1 Fehlerrechnung

Die Auswertungen der Mikrobiegebalken ergeben, dass die Versuche hinsichtlich der berechneten Bruchzähigkeiten sehr reproduzierbar sind. Dies liegt am Umstand, dass die in die jeweiligen Formeln eingehenden Messgrößen stets auf die gleiche Weise und ohne die Berücksichtigung von Messfehlern ermittelt wurden. Jedoch sind Messunsicherheiten, welche im Folgenden abgeschätzt sind, für diese Größen zu erwarten. Dadurch, dass die Messgrößen je nach Methode unterschiedlich bestimmt wurden, wird eine Unterteilung in die in-situ bzw. ex-situ Versuche und in die jeweiligen bruchmechanischen Methoden vorgenommen. Die Vorgehensweise wird exemplarisch für NiAl aufgeführt. Die eingehenden Einzelfehler der Messgrößen in den in der Arbeit verwendeten Formeln beruhen auf keinen statistischen Grundlagen. Deshalb findet die lineare Fehlerfortpflanzung Anwendung:

$$\Delta f = \left| \frac{\partial f}{\partial x} \right| \Delta x + \left| \frac{\partial f}{\partial y} \right| \Delta y + \left| \frac{\partial f}{\partial z} \right| \Delta z + \dots \quad 8.1$$

In-situ Versuche

Die Messfehler der Messgrößen, die den in-situ Versuchen entnommen sind, werden wie in Tabelle 8.1 dargestellt abgeschätzt. Sie beruhen auf dem Kraftmesssystem sowie den unterschiedlich vergrößerten und qualitativen REM-Aufnahmen.

Tabelle 8.1: Verwendete Abschätzungen der Messfehler der einzelnen Messgrößen.

Messgröße	ΔF μN	ΔL nm	ΔB nm	ΔW nm	Δa nm	$\Delta(a/W)$ --	$\Delta(W - a_0)$ nm	Δv_{pl} nm	ΔA_{pl} $\mu\text{N}\cdot\mu\text{m}$
Messfehler	10	100	100	100	50	0,03	100	10	10

- *LEFM*

Zur Bestimmung des Gesamtfehlers Δf , der die Summe aus allen Einzelfehlern darstellt, wird Formel 8.1 auf Formel 2.3 angewendet. Dieser Fehler soll am Beispiel der in-situ getesteten Mikrobiegebalken für NiAl in der weichen und harten Orientierung berechnet werden. Er ergibt sich zu $0,8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bzw. $1,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. In Hinsicht auf den in Kapitel 5.1.1

berechneten Wert der Standardabweichung von $0,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ aus den jeweils fünf Experimenten ist er ca. 3 Mal größer. Die Begründung hierfür liegt in der Aufsummierung der einzelnen Messfehler. Hauptsächlich die beiden Messgrößen a und W wirken sich bedeutend aus. Aus diesem Grund sind beide mit großer Sorgfalt zu bestimmen. Nachdem dies mittels hochaufgelöster REM-Bilder der Bruchflächen gelang, stellt der theoretisch bestimmte Wert eine Obergrenze dar.

- *CTOD*

Für die Fehlerberechnung wird Formel 8.1 auf Formel 2.9 zur Bestimmung der Rissspitzenöffnung δ angewendet. Einige der in die letztgenannte Formel eingehende Größen wie d_n , ν , E , σ_Y und auch r_{pl} werden dabei in vereinfachender Weise als nicht fehlerbehaftet angenommen. Für K_{Iq} wird ein Fehler von $0,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bestimmt. Unter Berücksichtigung der Messfehler der einzelnen Messgrößen in Tabelle 8.1 ergibt sich somit im Mittel ein theoretischer Fehler für δ von 18 nm und 11 nm für die weiche bzw. harte Orientierung. Dieser Fehler führt für beide Orientierungen auf Grund der vielen Einflussgrößen zu einem theoretischen Fehler für die Bruchzähigkeit von $0,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Dieser Wert stimmt gut mit den Standardabweichungen, welche in Kapitel 5.1.2 präsentiert sind, überein. Der statistische und der theoretische Fehler sind hier also in etwa gleich.

- *J-Integral (Basismethode)*

Für die theoretische Fehlerberechnung werden die Größen E , ν und η wiederum als nicht fehlerbehaftet angenommen. Somit sind die Faktoren K_{Iq} , A_{pl} , B und $(W - a_0)$ als Messfehler bei der Bestimmung des J-Integrals nach Formel 2.12 zu betrachten. Es ergeben sich so theoretische Messfehler für das J-Integral von 19 N/m und 56 N/m für die weiche bzw. harte Orientierung. Dies führt bei der Berechnung von $K_{IQ,J}$ in Formel 2.13 zu einem theoretischen Fehler in den Bruchzähigkeiten von $0,4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bzw. $0,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ für die beiden Orientierungen. Die berechneten Standardabweichungen von $0,2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bzw. $0,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ liegen erneut nahe an den jeweiligen theoretischen Messfehlern.

Ex-situ Versuche

Die Messfehler, die sich aus der Vermessung der REM-Bilder ergeben, werden wie in Tabelle 8.1 für die in-situ Versuche gezeigt ist, behandelt. Lediglich die Größen ΔL und folglich ΔA_{pl} werden in den ex-situ Versuchen anders als oben gezeigt abgeschätzt. Auf Grund der schwierigeren

Bestimmung des Hebelarms L , die sich folglich auch auf die Berechnung von A_{pl} auswirkt, werden folgende Abschätzungen für die Messfehler vorgenommen: $\Delta L = 1 \mu\text{m}$ und $\Delta A_{pl} = 200 \mu\text{N}\cdot\mu\text{m}$.

- *LEFM*

Der Messfehler ergibt sich zu $0,9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bzw. $1,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ für die weiche bzw. harte Orientierung. Er ist somit nahezu identisch mit dem für die in-situ Versuche angegebenen Messfehler. Die Auswirkung des schwieriger zu bestimmenden Hebelarms fällt auf Grund des deutlich größeren Hebelarms in den ex-situ Versuchen somit nicht besonders ins Gewicht. Wie auch für die in-situ Versuche ist die größte Fehlerquelle der Geometriefaktor, welcher von den beiden Größen a und W abhängig ist. Die in Kapitel 5.1.1 berechneten Werte für die Standardabweichung von jeweils $0,1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ aus den jeweils vier Experimenten fallen erneut deutlich niedriger aus. Sinnvoll erscheint ein Messfehler von ca. $0,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, welcher sich so zwischen statistischem und theoretischem Messfehler befindet.

- *J-Integral (Basismethode)*

Auf Grund der komplizierten Bestimmung des J-Integrals über die Methoden mit partiellen Entlastungen und dem CSM-Signal, wird lediglich die Basismethode in Betracht gezogen. Die Messgrößen E , ν und η werden wiederum als nicht fehlerbehaftet angenommen. Die Basismethode wurde nur auf die weiche Orientierung angewendet, da für die harte Orientierung die anderen beiden Methoden, die bezüglich der Fehlerberechnung keine Beachtung finden, bessere Ergebnisse erzielt wurden. Es ergibt sich so für die weiche Orientierung ein Messfehler für das J-Integral von $\Delta J = 15 \text{ N/m}$, welcher zu einem theoretischen Fehler in der Bruchzähigkeit von $\Delta K_{IQ,J} = 0,4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ führt. Dieser stimmt mit dem theoretischen Fehler aus den kleineren Biegebalken der in-situ Versuche überein. Es wird deshalb darüber hinaus angenommen, dass auch für die harte Orientierung der Fehler gemäß der in-situ Versuche bei etwa $0,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ liegt.

8.2 Anisotropie

Die elastische Anisotropie wirkt sich, wie in den Formeln in Kapitel 2 zu erkennen ist, hinsichtlich der verwendeten Werte für E-Modul und Querkontraktionszahl auf die Bruchzähigkeit aus. Diese Anisotropie ist im Falle von NiAl stark ausgeprägt mit einem Anisotropiefaktor von ca. 3,74. Für Wolfram ergibt sich ein Anisotropiefaktor von nahezu 1.

Die Auswirkung der elastischen Anisotropie auf die Bruchzähigkeit soll im Folgenden an Hand der in dieser Arbeit untersuchten Rissysteme für beide Materialien dargestellt werden. Das jeweilige Rissystem ist dabei einerseits durch die Rissfortschrittsrichtung x und andererseits durch die Richtung der Bruchflächennormalen y eindeutig charakterisiert, wie in Abbildung 8.1 aufgezeigt ist.

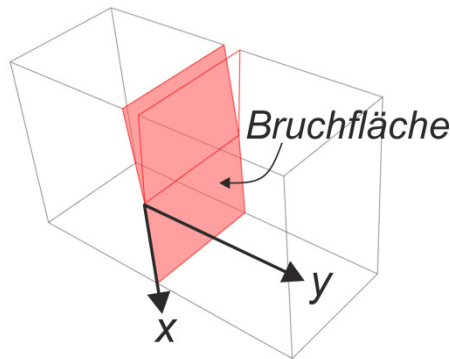


Abbildung 8.1: Darstellung zur Charakterisierung des Rissystems.

Dabei soll gezeigt werden, dass es im Falle von NiAl von großer Bedeutung ist, die elastische Anisotropie zu berücksichtigen, während für Wolfram kein besonderer Einfluss zu erkennen ist. Im Folgenden stellt E den (richtungsunabhängigen) Elastizitätsmodul und ν die Querkontraktionszahl dar. Für NiAl wurden sie dabei mittels der elastischen Konstanten und an Hand der Berechnungen von Hashin und Shtrikman [130] zu 180,4 GPa bzw. 0,31 bestimmt. Für das elastisch isotrope Wolfram wurden die Werte für E und ν aus den elastischen Konstanten bestimmt, welche [131] entnommen sind. Die Größen E_{EDZ}^* bzw. E_{ESZ}^* stellen den hinsichtlich des entsprechenden Rissystems korrigierten Elastizitätsmodul im Falle eines EDZ bzw. ESZ dar.

In Anlehnung an die Berechnungen von Lieberman und Zirinsky [132] werden die Größen E_{EDZ}^* bzw. E_{ESZ}^* in einem rotierten Koordinatensystem ausgedrückt. Die Transformationen geschehen bezüglich eines orthogonalen Referenzsystems, dessen Orientierungen mit den Einheitsrichtungen $\langle 100 \rangle$ des untersuchten kubischen Kristallsystems übereinstimmen. Die numerische Umsetzung für diese Berechnungen wurde in der Arbeit von Möller vorgestellt [133]. Die darin beschriebenen Skripte dienen für die Berechnung der für die entsprechenden Rissysteme bestimmten Elastizitätsmoduli E^* , die in Tabelle 8.2 aufgelistet sind.

Tabelle 8.2: Übersicht der verwendeten Rissysteme, elastischen Konstanten sowie berechneten Elastizitätsmoduli.

Rissystem $[x_1, x_2, x_3](y_1, y_2, y_3)$	C_{11} /GPa	C_{12} /GPa	C_{44} /GPa	E_{EDZ}^* /GPa	$E/(1-\nu^2)$ /GPa	E_{ESZ}^* /GPa	E /GPa
NiAl [011](100)	199	137	116	195,2	199,6	151,4	180,4
NiAl [1-10](110)				169,5		125,4	
W [001](100)	501	198	151,4	422,7	422,7	388,7	388,8
W [312](1-30)				422,6		388,7	

Für NiAl ist so klar ersichtlich, dass die Ergebnisse für E_{EDZ}^* bzw. E_{ESZ}^* deutlich von den gemittelten Werten nach [130] abweichen. Es wird am Beispiel von NiAl deutlich, dass eine nicht vernachlässigbare Auswirkung der Anisotropie in den elastischen Eigenschaften auf das Bruchverhalten möglich ist. Für das elastisch isotrope Wolfram hingegen stimmen die Werte gut überein. Zur Überprüfung der Transformationen wurde zusätzlich ein beliebig gewähltes höher indiziertes Rissystem ausgewählt. Auch hierfür stimmen die Werte bis zur ersten Nachkommastelle überein, was durch die minimale elastische Anisotropie erklärbar ist.

Literaturverzeichnis

1. Arzt, E. (1998) Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review. *Acta Materialia*, **46** (16), 5611–5626.
2. Webler, R. (2015) Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf die mechanischen Eigenschaften von Oxidationsschutzschichten und Nickel-Aluminium. *Dissertation*.
3. Griffith, A.A. (1921) The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, **221** (582-593), 163–198.
4. Irwin, G.R. (1957) Analysis of stresses and strains near the end of cracking traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, **24**, 361–364.
5. Westergaard, H.M. (1939) Bearing Pressures and Cracks. *Journal of Applied Mechanics*, **6**, A49–A53.
6. Gross, D., and Seelig, T. (eds.) (2007) *Bruchmechanik: Mit einer Einführung in die Mikromechanik*, 5. Auflage, Springer-Verlag, Berlin.
7. Tada, H., Paris, P.C., and Irwin, G.R. (eds.) (1985) *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, 2. Auflage, Paris Productions.
8. Murakami, Y. (ed.) (1987) *Stress Intensity Factors Handbook*, Pergamon Press, New York.
9. ASTM International (1997) *ASTM E399-90 Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials*, West Conshohocken, PA, USA.
10. Matoy, K., Schönherr, H., Detzel, T., et al. (2009) A comparative micro-cantilever study of the mechanical behavior of silicon based passivation films. *Thin Solid Films*, **518** (1), 247–256.
11. Anderson, T.L. (ed.) (2005) *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*, 3. Auflage, CRC Press, Boca Raton.
12. Sih, G.C., and Liebowitz, H. (eds.) (1968) *Fracture - An Advanced Treatise*, Academic Press, New York.
13. Drugan, W.J., Rice, J.R., and Sham, T.-L. (1982) Asymptotic analysis of growing plane strain tensile cracks in elastic-ideally plastic solids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **30** (6), 447–473.

14. Wei, Y., and Hutchinson, J.W. (1997) Steady-state crack growth and work of fracture for solids characterized by strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **45** (8), 1253–1273.
15. Fleck, N.A., Muller, G.M., Ashby, M.F., and Hutchinson, J.W. (1994) Strain gradient plasticity: Theory and experiment. *Acta Metallurgica et Materialia*, **42** (2), 475–487.
16. Fleck, N.A., and Hutchinson, J.W. (1997) Strain Gradient Plasticity. *Advances in Applied Mechanics*, **33**, 295–361.
17. Fleck, N.A., and Hutchinson, J.W. (2001) A reformulation of strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **49**, 2245–2271.
18. Nix, W.D., and Gao, H. (1998) Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **46** (3), 411–425.
19. Durst, K., Backes, B., Franke, O., and Göken, M. (2006) Indentation size effect in metallic materials: Modeling strength from pop-in to macroscopic hardness using geometrically necessary dislocations. *Acta Materialia*, **54** (9), 2547–2555.
20. Stölken, J.S., and Evans, A.G. (1998) A microbend test method for measuring the plasticity length scale. *Acta Materialia*, **46** (14), 5109–5115.
21. Broek, D., and Vlieger, H. (1974) *The thickness effect in plane stress fracture toughness*, National Aerospace Institute, National Aerospace Institute, Amsterdam, Bericht 74032.
22. ASTM International (2002) *ASTM E1290-02 Standard Test Method for Crack-Tip Opening Displacement (CTOD) Fracture Toughness Measurement*, West Conshohocken, PA, USA.
23. British Standards (1979) *BS 5762 Methods for Crack Opening Displacement (COD) Testing*, London, UK.
24. Shih, C.F. (1981) Relationships between the J-integral and the crack opening displacement for stationary and extending cracks. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **29** (4), 305–326.
25. Rice, J.R. (1968) A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *Journal of Applied Mechanics*, **35** (2), 379–386.
26. ASTM International (2013) *ASTM E1820-13 Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness*, West Conshohocken, PA, USA.
27. Wurster, S., Motz, C., and Pippin, R. (2012) Characterization of the fracture toughness of micro-sized tungsten single crystal notched specimens. *Philosophical Magazine*, **92** (14), 1803–1825.

28. Oliver, W.C., and Pharr, G.M. (1992) An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, **7** (6), 1564–1583.
29. Hemker, K.J., and Sharpe, W.N. (2007) Microscale Characterization of Mechanical Properties. *Annual Review of Materials Research*, **37** (1), 93–126.
30. Kiener, D., Grosinger, W., Dehm, G., and Pippan, R. (2008) A further step towards an understanding of size-dependent crystal plasticity: In situ tension experiments of miniaturized single-crystal copper samples. *Acta Materialia*, **56** (3), 580–592.
31. Uchic, M.D., Dimiduk, D.M., Florando, J.N., and Nix, W.D. (2004) Sample dimensions influence strength and crystal plasticity. *Science*, **305** (5686), 986–989.
32. Gong, J., and Wilkinson, A.J. (2009) Anisotropy in the plastic flow properties of single-crystal α titanium determined from microcantilever beams. *Acta Materialia*, **57** (19), 5693–5705.
33. Demir, E., Roters, F., and Raabe, D. (2010) Bending of single crystal microcantilever beams of cube orientation: Finite element model and experiments. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **58** (10), 1599–1612.
34. McCarthy, J., Pei, Z., Becker, M., and Atteridge, D. (2000) FIB micromachined submicron thickness cantilevers for the study of thin film properties. *Thin Solid Films*, **358** (1–2), 146–151.
35. Motz, C., Schöberl, T., and Pippan, R. (2005) Mechanical properties of micro-sized copper bending beams machined by the focused ion beam technique. *Acta Materialia*, **53** (15), 4269–4279.
36. Motz, C., Weygand, D., Senger, J., and Gumbsch, P. (2008) Microbending tests: A comparison between three-dimensional discrete dislocation dynamics simulations and experiments. *Acta Materialia*, **56** (9), 1942–1955.
37. Pharr, G.M. (1998) Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. *Materials Science and Engineering: A*, **253** (1–2), 151–159.
38. Schiffmann, K.I. (2011) Determination of fracture toughness of bulk materials and thin films by nanoindentation: comparison of different models. *Philosophical Magazine*, **91** (7–9), 1163–1178.
39. Sebastiani, M., Johanns, K.E., Herbert, E.G., et al. (2015) A novel pillar indentation splitting test for measuring fracture toughness of thin ceramic coatings. *Philosophical Magazine*, **95** (16–18), 1928–1944.

40. Merle, B., and Göken, M. (2011) Fracture toughness of silicon nitride thin films of different thicknesses as measured by bulge tests. *Acta Materialia*, **59** (4), 1772–1779.
41. Xiang, Y., McKinnell, J., Ang, W.-M., and Vlassak, J.J. (2007) Measuring the fracture toughness of ultra-thin films with application to Al-Ta coatings. *International Journal of Fracture*, **144** (3), 173–179.
42. Liu, S., Wheeler, J.M., Howie, P.R., et al. (2013) Measuring the fracture resistance of hard coatings. *Applied Physics Letters*, **102**, 171907.
43. Kiener, D., Motz, C., Rester, M., et al. (2007) FIB damage of Cu and possible consequences for miniaturized mechanical tests. *Materials Science and Engineering: A*, **459** (1-2), 262–272.
44. Kupka, D., and Lilleodden, E.T. (2012) Mechanical Testing of Solid-Solid Interfaces at the Microscale. *Experimental Mechanics*, **52** (6), 649–658.
45. Kupka, D., Huber, N., and Lilleodden, E.T. (2014) A combined experimental-numerical approach for elasto-plastic fracture of individual grain boundaries. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **64**, 455–467.
46. Iqbal, F., Ast, J., Göken, M., and Durst, K. (2012) In situ micro-cantilever tests to study fracture properties of NiAl single crystals. *Acta Materialia*, **60** (3), 1193–1200.
47. Jaya, B.N., Kirchlechner, C., and Dehm, G. (2015) Can microscale fracture tests provide reliable fracture toughness values? A case study in silicon. *Journal of Materials Research*, **30** (5), 686–698.
48. Mueller, M.G., Pejchal, V., Žagar, G., et al. (2015) Fracture toughness testing of nanocrystalline alumina and fused quartz using chevron-notched microbeams. *Acta Materialia*, **86**, 385–395.
49. Takashima, K., and Higo, Y. (2005) Fatigue and fracture of a Ni-P amorphous alloy thin film on the micrometer scale. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, **28** (8), 703 – 710.
50. Di Maio, D., and Roberts, S.G. (2005) Measuring fracture toughness of coatings using focused-ion-beam-machined microbeams. *Journal of Materials Research*, **20** (2), 299–302.
51. Weihs, T.P., Hong, S., Bravman, J.C., and Nix, W.D. (1988) Mechanical deflection of cantilever microbeams: A new technique for testing the mechanical properties of thin films. *Journal of Materials Research*, **3** (5), 931–942.
52. Armstrong, D.E.J., Haseeb, A.S.M.A., Roberts, S.G., et al. (2012) Nanoindentation and micro-mechanical fracture toughness of elec-

- trodeposited nanocrystalline Ni-W alloy films. *Thin Solid Films*, **520** (13), 4369-4372.
53. Massl, S., Thomma, W., Keckes, J., and Pippan, R. (2009) Investigation of fracture properties of magnetron-sputtered TiN films by means of a FIB-based cantilever bending technique. *Acta Materialia*, **57** (6), 1768-1776.
 54. Jaya, B.N., Jayaram, V., and Biswas, S.K. (2012) A new method for fracture toughness determination of graded (Pt,Ni)Al bond coats by microbeam bend tests. *Philosophical Magazine*, **92** (25-27), 3326-3345.
 55. Armstrong, D.E.J., Rogers, M.E., and Roberts, S.G. (2009) Micromechanical testing of stress corrosion cracking of individual grain boundaries. *Scripta Materialia*, **61** (7), 741-743.
 56. Armstrong, D.E.J., Wilkinson, A.J., and Roberts, S.G. (2011) Micromechanical measurements of fracture toughness of bismuth embrittled copper grain boundaries. *Philosophical Magazine Letters*, **91** (6), 394-400.
 57. Dugdale, H., Armstrong, D.E.J., Tarleton, E., et al. (2013) How oxidized grain boundaries fail. *Acta Materialia*, **61** (13), 4707-4713.
 58. Schaufler, J., Schmid, C., Durst, K., and Göken, M. (2012) Determination of the interfacial strength and fracture toughness of a-C:H coatings by in-situ microcantilever bending. *Thin Solid Films*, **522**, 480-484.
 59. Matoy, K., Detzel, T., Müller, M., et al. (2009) Interface fracture properties of thin films studied by using the micro-cantilever deflection technique. *Surface and Coatings Technology*, **204** (6-7), 878-881.
 60. Hirakata, H., Takahashi, Y., Truong, D.V., and Kitamura, T. (2007) Role of plasticity on interface crack initiation from a free edge and propagation in a nano-component. *International Journal of Fracture*, **145** (4), 261-271.
 61. Halford, T.P., Takashima, K., Higo, Y., and Bowen, P. (2005) Fracture tests of micro-sized TiAl specimens. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, **28** (8), 695-701.
 62. Iqbal, F. (2012) Fracture Mechanisms of γ -TiAl Alloys Investigated by In-situ Experiments in a Scanning Electron and Atomic Force Microscope. *Dissertation*.
 63. Schmitt, N.J., Bohnert, C., Eberl, C., et al. (2013) Investigation of the fracture behavior of tungsten at the micro scale. *13th International Conference on Fracture*, **4**, 3342-3349.

64. Bohnert, C., Weygand, S.M., Schmitt, N.J., et al. (2014) Orientation Dependence of the Fracture Behavior of Single-crystal Tungsten. *Procedia Materials Science*, **3**, 479–484.
65. Riedle, J. (1995) *Bruchwiderstand in Wolfram-Einkristallen: Einfluß der kristallographischen Orientierung, der Temperatur und der Last-rate*, VDI-Verlag, Düsseldorf.
66. Thome, F. (2002) *Untersuchung von Bruchmechanismen der intermetallischen Phase NiAl mit Hilfe der Rastersondenmikroskopie*, Der Andere Verlag, Uelvesbüll.
67. Fox, A.G., and Tabbernor, M.A. (1991) The bonding charge density of β' NiAl *Acta Metallurgica et Materialia*, **39** (4), 669–678.
68. Noebe, R.D., Bowman, R.R., and Nathal, M.V. (1993) Physical and mechanical properties of the B2 compound NiAl. *International Materials Reviews*, **38** (4), 193–232.
69. Rusović, N., and Warlimont, H. (1977) The elastic behaviour of β_2 -NiAl alloys. *physica status solidi (a)*, **44** (2), 609–619.
70. Taylor, A., and Doyle, N.J. (1972) Further studies on the nickel-aluminium system. I. β -NiAl and δ -Ni₂Al₃ phase fields. *Journal of Applied Crystallography*, **5** (3), 201–209.
71. Ball, A., and Smallman, R.E. (1966) The deformation properties and electron microscopy studies of the intermetallic compound NiAl. *Acta Metallurgica*, **14** (10), 1349–1355.
72. Field, R.D., Lahrman, D.F., and Darolia, R. (1991) Slip systems in $\langle 001 \rangle$ oriented NiAl single crystals. *Acta Metallurgica et Materialia*, **39** (12), 2951–2959.
73. Loretto, M.H., and Wasilewski, R.J. (1971) Slip systems in NiAl single crystals at 300°K and 77°K. *Philosophical Magazine*, **23** (186), 1311–1328.
74. Miracle, D.B. (1993) Overview No. 104 The physical and mechanical properties of NiAl. *Acta Metallurgica et Materialia*, **41** (3), 649–684.
75. Schneibel, J.H., Darolia, R., Lahrman, D.F., and Schmaude, F. (1993) Fracture Morphology of NiAl Single Crystals Tested in Tension. *Metallurgical Transaction A*, **24A**, 1363–1371.
76. Takasugi, T., Watanabe, S., and Hanada, S. (1992) The temperature and orientation dependence of tensile deformation and fracture in NiAl single crystals. *Materials Science and Engineering: A*, **149** (2), 183–193.
77. Darolia, R., Lahrman, D., and Field, R. (1992) The effect of iron, gallium and molybdenum on the room temperature tensile ductility of NiAl. *Scripta Metallurgica et Materialia*, **26** (7), 1007–1012.

78. Bergmann, G., and Vehoff, H. (1994) Precracking of NiAl single crystals by compression-compression fatigue and its application to fracture toughness testing. *Scripta Metallurgica et Materialia*, **30** (8), 969-974.
79. Darolia, R., Walston, W.S., Noebe, R., et al. (1999) Mechanical properties of high purity single crystal NiAl. *Intermetallics*, **7** (10), 1195-1202.
80. Yoo, M.H., and Fu, C.L. (1992) Cleavage fracture of ordered intermetallic alloys. *Materials Science and Engineering: A*, **153** (1-2), 470-478.
81. Thome, F., Göken, M., and Vehoff, H. (1999) Study of the fracture behavior in soft and hard oriented NiAl single crystals by AFM. *Intermetallics*, **7** (3-4), 491-499.
82. Chang, K.-M., Darolia, R., and Lipsitt, H.A. (1992) Cleavage fracture in B₂ aluminides. *Acta Metallurgica et Materialia*, **40** (10), 2727-2737.
83. Bergmann, G., and Vehoff, H. (1995) Effect of environment on the brittle-to-ductile transition of pre-cracked NiAl single and polycrystals. *Materials Science and Engineering: A*, **192-193**, 309-315.
84. Argon, A.S., and Maloof, S.R. (1966) Plastic deformation of tungsten single crystals at low temperatures. *Acta Metallurgica*, **14** (11), 1449-1462.
85. Hartmaier, A. (2000) Modeling of crack-tip plasticity in tungsten single crystals. *Dissertation*.
86. Gumbsch, P., Riedle, J., Hartmaier, A., and Fischmeister, H.F. (1998) Controlling Factors for the Brittle-to-Ductile Transition in Tungsten Single Crystals. *Science*, **282** (5392), 1293-1295.
87. Riedle, J., Gumbsch, P., and Fischmeister, H.F. (1996) Cleavage anisotropy in tungsten single crystals. *Physical review letters*, **76** (19), 3594-3597.
88. Riedle, J., Gumbsch, P., Fischmeister, H.F., et al. (1994) Fracture studies of tungsten single crystals. *Materials Letters*, **20** (5-6), 311-317.
89. Kohlhoff, S., Gumbsch, P., and Fischmeister, H.F. (1991) Crack propagation in b.c.c. crystals studied with a combined finite-element and atomistic model. *Philosophical Magazine A*, **64** (4), 851-878.
90. Thomson, R., Hsieh, C., and Rana, V. (1971) Lattice Trapping of Fracture Cracks. *Journal of Applied Physics*, **42** (8), 3154-3160.
91. Hartmaier, A., and Gumbsch, P. (1997) On the Activation Energy for the Brittle/Ductile Transition. *physica status solidi (b)*, **202**, R1-R2.

92. Hartmaier, A., and Gumbsch, P. (2005) Thermal activation of crack-tip plasticity: The brittle or ductile response of a stationary crack loaded to failure. *Physical Review B*, **71**, 024108.
93. Lin, I.-H., and Thomson, R. (1986) Cleavage, dislocation emission, and shielding for cracks under general loading. *Acta Metallurgica*, **34** (2), 187–206.
94. Margevicius, R.W., Riedle, J., and Gumbsch, P. (1999) Fracture toughness of polycrystalline tungsten under mode I and mixed mode I/II loading. *Materials Science and Engineering: A*, **270** (2), 197–209.
95. Rupp, D., Mönig, R., Gruber, P., and Weygand, S.M. (2010) Fracture toughness and microstructural characterization of polycrystalline rolled tungsten. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, **28** (6), 669–673.
96. Rupp, D., and Weygand, S.M. (2011) Loading rate dependence of the fracture toughness of polycrystalline tungsten. *Journal of Nuclear Materials*, **417** (1–3), 477–480.
97. Gludovatz, B., Wurster, S., Hoffmann, A., and Pippan, R. (2010) Fracture toughness of polycrystalline tungsten alloys. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, **28** (6), 674–678.
98. Faleschini, M., Kreuzer, H., Kiener, D., and Pippan, R. (2007) Fracture toughness investigations of tungsten alloys and SPD tungsten alloys. *Journal of Nuclear Materials*, **367–370**, 800–805.
99. Scharfe, B. (2008) Influence of dislocation structure on material length scale in Mo and W single crystals. *Studienarbeit*.
100. Wei, Q., Jiao, T., Ramesh, K.T., et al. (2006) Mechanical behavior and dynamic failure of high-strength ultrafine grained tungsten under uniaxial compression. *Acta Materialia*, **54** (1), 77–87.
101. Zimmermann, J., Van Petegem, S., Bei, H., et al. (2010) Effects of focused ion beam milling and pre-straining on the microstructure of directionally solidified molybdenum pillars: A Laue diffraction analysis. *Scripta Materialia*, **62** (10), 746–749.
102. Maaß, R., Grolimund, D., Van Petegem, S., et al. (2006) Defect structure in micropillars using x-ray microdiffraction. *Applied Physics Letters*, **89** (15), 151905.
103. Thompson, K., Lawrence, D., Larson, D.J., et al. (2007) In situ site-specific specimen preparation for atom probe tomography. *Ultramicroscopy*, **107** (2–3), 131–139.
104. Dehm, G., Howe, J.M., and Zweck, J. (eds.) (2012) *In-situ Electron Microscopy: Applications in Physics, Chemistry and Materials Science*, Wiley-VCH Verlag, Weinheim.

-
105. Webler, R., Krottenthaler, M., Neumeier, S., et al. (2012) Local Fracture Toughness and Residual Stress Measurements on NiAl Bond Coats by Micro Cantilever and FIB Based Bar Milling Tests, in *Super-alloys 2012*, pp. 93–102.
 106. Oliver, W.C., and Pharr, G.M. (2004) Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, **19** (1), 3–20.
 107. Bolshakov, A., and Pharr, G.M. (1998) Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *Journal of Materials Research*, **13** (4), 1049–1058.
 108. Backes, B., Durst, K., and Göken, M. (2006) Determination of plastic properties of polycrystalline metallic materials by nanoindentation: Experiments and finite element simulations. *Philosophical Magazine*, **86** (33–35), 5541–5551.
 109. Shim, S., Bei, H., Miller, M.K., et al. (2009) Effects of focused ion beam milling on the compressive behavior of directionally solidified micropillars and the nanoindentation response of an electropolished surface. *Acta Materialia*, **57** (2), 503–510.
 110. Bei, H., Shim, S., Miller, M.K., et al. (2007) Effects of focused ion beam milling on the nanomechanical behavior of a molybdenum-alloy single crystal. *Applied Physics Letters*, **91** (11), 111915.
 111. Pethica, J.B., and Oliver, W.C. (1987) Tip Surface Interactions in STM and AFM. *Physica Scripta*, **1987** (T19A).
 112. Schwartz, A.J., Kumar, M., Adams, B.L., and Field, D.P. (eds.) (2009) *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Springer US, Boston, MA.
 113. Zaefferer, S., and Wu, G. (2011) A critical review of orientation microscopy in SEM and TEM. *Crystal Research and Technology*, **46** (6), 607–628.
 114. Thomsen, K., Schmidt, N.H., Bewick, A., et al. (2013) Improving the Accuracy of Orientation Measurements using EBSD. *Microscopy and Microanalysis*, **19** (S2), 724–725.
 115. Humphreys, F.J., Bate, P.S., and Hurley, P.J. (2001) Orientation averaging of electron backscattered diffraction data. *Journal of Microscopy*, **201** (Pt 1), 50–58.
 116. Maurice, C., and Fortunier, R. (2008) A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns. *Journal of Microscopy*, **230** (3), 520–529.

117. Wilkinson, A.J., Meaden, G., and Dingley, D.J. (2006) High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, **106** (4-5), 307-313.
118. Nye, J.F. (1953) Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica*, **1** (2), 153-162.
119. Ashby, M.F. (1970) The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Philosophical Magazine*, **21** (170), 399-424.
120. Wright, S.I., Nowell, M.M., and Field, D.P. (2011) A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction. *Microscopy and Microanalysis*, **17** (3), 316-329.
121. Demir, E., Raabe, D., Zaafarani, N., and Zaefferer, S. (2009) Investigation of the indentation size effect through the measurement of the geometrically necessary dislocations beneath small indents of different depths using EBSD tomography. *Acta Materialia*, **57** (2), 559-569.
122. Arsenlis, A., and Parks, D.M. (1999) Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density. *Acta Materialia*, **47** (5), 1597-1611.
123. Göken, M., Vehoff, H., and Neumann, P. (1995) Investigations of loaded crack tips in NiAl by atomic force microscopy. *Scripta Metallurgica et Materialia*, **33** (7), 1187-1192.
124. Baither, D., Ernst, F., Wagner, T., et al. (1999) Micromechanisms of fracture in NiAl studied by in situ straining experiments in an HVEM. *Intermetallics*, **7** (3-4), 479-489.
125. Ng, B.-C., Simkin, B.A., and Crimp, M.A. (1997) Electron channeling contrast imaging of dislocation structures in deformed stoichiometric NiAl. *Materials Science and Engineering: A*, **239-240**, 150-156.
126. Przybilla, T. (2013) Methodenentwicklung zur Untersuchung der Bruchzähigkeit von Wolfram und NiAl(Fe) mittels Biegeexperimenten an Mikrobalken. *Diplomarbeit*.
127. Hall, E.O. (1951) The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, **64** (9), 747.
128. Petch, N.J. (1953) The cleavage strength of polycrystals. *The Journal of the Iron and Steel Institute*, **173**, 25-28.
129. Gaganidze, E., Rupp, D., and Aktaa, J. (2014) Fracture behaviour of polycrystalline tungsten. *Journal of Nuclear Materials*, **446** (1-3), 240-245.

-
130. Hashin, Z., and Shtrikman, S. (1963) A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **11** (2), 127–140.
 131. Dieter, G.E. (ed.) (1988) *Mechanical Metallurgy*, 3. Auflage, Mc Graw-Hill Book Co., New York, US.
 132. Lieberman, D.S., and Zirinsky, S. (1956) A simplified calculation for the elastic constants of arbitrarily oriented single crystals. *Acta Crystallographica*, **9** (5), 431–436.
 133. Möller, J.J. (2011) Atomistic simulations of crack propagation in α -Fe. *Studienarbeit*.

Verzeichnis der Abkürzungen und Symbole

Abkürzung	Bedeutung
BDT	brittle to ductile transition
CMOD	crack mouth opening displacement
CSM	continuous stiffness measurement
CTOD	crack tip opening displacement
DIC	digital image correlation
EBSD	electron backscatter diffraction
ECCI	electron channeling contrast imaging
EDZ	ebener Dehnungszustand
EPFM	elastic-plastic fracture mechanics
ESZ	ebener Spannungszustand
FE	Finite-Elemente
FIB	focused ion beam
FMS	force measurement system
GND	geometrically necessary dislocations
IPF	inverse pole figure
LEFM	linear-elastic fracture mechanics
MAD	mean angular deviation
REM	Rasterelektronenmikroskop
SE	Sekundärelektronen
SPD	severe plastic deformation
SSD	statistically stored dislocations
STEM	scanning transmission electron microscopy
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
UFG	ultrafine-grained

Symbol	Bedeutung
a	Risslänge; Schrittweite in der EBSD-Messung
a_0	Anrisslänge
b	Burgersvektor

Verzeichnis der Abkürzungen und Symbole

d	Gitterebenenabstand
d_n	dimensionslose Konstante, die J mit δ verknüpft
f	Geometriefaktor
h	Eindringtiefe
h_c	Kontakttiefe
h_f	verbleibende Eindringtiefe
k	partielle Steifigkeit
l	Materiallängenskala
r_{pl}	plastische Zone; plastischer Rotationsfaktor
v_{pl}	plastischer Anteil der Rissmündungsöffnung
A_c	Kontaktfläche
A_{pl}	plastische Verformungsarbeit
B	Probendicke
C_{ij}	elastische Materialkonstanten
E	E-Modul
E^*	E-Modul (Anisotropie berücksichtigt)
F	Kraft
F_q	kritische Kraft vor Einsetzen plastischer Verformung
G	Energiefreisetzungsrate
H	Härte
J	J-Integral
J_Q	konditionelles J-Integral
J_{el}	elastischer Anteil des J-Integrals
J_{pl}	plastischer Anteil des J-Integrals
\dot{K}	Belastungsrate
K_I	Spannungsintensitätsfaktor im Modus I
L	Hebelarm
N	Verfestigungsexponent
R	Risswiderstand
S	Kontaktsteifigkeit
S_{ij}	elastische Nachgiebigkeiten
T	Normalspannungen
W	Probenbreite; Balkenhöhe
W_{el}	elastische Verzerrungsenergie
W_0	Oberflächenenergie
Z	Ordnungszahl
γ_0	spezifische Oberflächenenergie

Verzeichnis der Abkürzungen und Symbole

γ_{pl}	plastische Scherdehnung
δ	Rissspitzenöffnung
δ_{el}	elastischer Anteil der Rissspitzenöffnung
δ_{pl}	plastischer Anteil der Rissspitzenöffnung
η	Geometriekonstante
θ	Beugungswinkel; Misorientierung
κ	Kristallgitterkrümmung
λ	Wellenlänge
ν	Querkontraktionszahl
ρ_{GND} / ρ_{SSD}	Versetzungsdichten
σ_b	Biegespannung
σ_c	Bruchspannung
σ_f	Fließspannung
σ_y	Streckgrenze
σ_Y	effektive Fließspannung
ω	Verkipfung
Γ	Integrationspfad

Anmerkung: Einige der in dieser Arbeit verwendeten Abkürzungen sind dem Englischen entnommen, um eine bessere Übereinstimmung mit Literaturbezeichnungen zu bekommen. Manche Symbole sind außerdem mehrdeutig. Unterschiedliche Bedeutungen wurden in diesem Fall mittels Strichpunkten getrennt.

Danksagung

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter von 2010 bis 2015 am Lehrstuhl für Allgemeine Werkstoffwissenschaften, WW₁, der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg.

Die Finanzierung dieses Projekts wurde durch die **Deutsche Forschungsgemeinschaft** im Rahmen des Exzellenzclusters „Engineering of Advanced Materials“ (EAM) ermöglicht.

Bei meinem Doktorvater, **Prof. Mathias Göken**, möchte ich mich sowohl für das in mich gesetzte Vertrauen als auch für die große Freiheit, die ich beim wissenschaftlichen Arbeiten an seinem Lehrstuhl genossen habe, ausdrücklich bedanken. Dank seiner Unterstützung ist mir der Weg an die EMPA in Thun geebnet worden.

Größter Dank gebührt ebenfalls **Prof. Karsten Durst**, meinem langjährigen Mikro-/Nanomechanik-Gruppenleiter, der mich stets bei meinen Vorhaben unterstützte und darüber hinaus viele wertvolle Ratschläge und Ideen, welche ihm nie auszugehen schienen, für diese Arbeit lieferte.

Auch bei **Dr.-Ing. habil. Heinz-Werner Höppel** möchte ich mich für die immense Hilfe rund um die Administration des REM/FIB in Fürth bedanken. Seine Expertise hat mir vieles erleichtert. Auch danke ich ihm für sein großes Engagement am Lehrstuhl, das stets für ein sehr gutes Arbeitsklima gesorgt hat.

Bei **Jens Schaufler** („Begründer der Nanobande“) und **Farasat Iqbal** („Fara-Lamella“) möchte ich mich für die sehr gute Zusammenarbeit vor allem zu Beginn der Promotion, welche ein problemloses Einsteigen in die Biegebalken-Thematik erlaubte, und durch die ich bereits wichtige Kenntnisse im Bereich REM/FIB sammeln konnte, bedanken.

Für ihre tatkräftige wissenschaftliche Unterstützung und die gute Zeit bedanke ich mich bei **Thomas Przybilla**, meinem ehemaligen

Diplomanden, der den Mikrobiegebalken im REM Breakdance beibrachte, sowie meinem Bachelorarbeiter **Benedikt Schönberger**.

Ein großes Dankeschön für ihre enorm große Hilfsbereitschaft und ihre Top-Teamarbeit geht auch in vielerlei Hinsicht an meine gesamten Kollegen in der **Gruppe Mikro-/ Nanomechanik**. Im Speziellen sei hier **Benoit Merle** und **Verena Maier** gedankt.

Für geduldige Hilfestellung bei einigen Berechnungen zur Anisotropie bedanke ich mich herzlich bei **Johannes Möller**. Ein Dankeschön auch an **Lisa Freund** für ihre Unterstützung bei den gezeigten TEM-Aufnahmen.

Ohne die richtige Motivation kommt man nicht voran. Deshalb möchte ich ein herzliches Dankeschön auch an mein Büro aussprechen, das stets für den richtigen Mix aus passender Arbeitsatmosphäre und bester Stimmung gesorgt hat. Danke euch **Mathis Ruppert, Jochen Bach, Holger Rammensee** und **Johannes Bresler**.

Dank geht selbstverständlich auch an **Benedikt Scharfe, Hamad ur-Rehman, Ralf Webler** und **Tobias Zühlke** für die schöne Studienzeit, die ich ebenfalls in guter Erinnerung behalten werde.

Des Weiteren bin ich auch für die Unterstützung durch das **Sekretariat**, die **Metallographen** und die **Techniker** von WW₁ sehr dankbar.

Dem **gesamten Lehrstuhl WW₁** danke ich für die wunderschöne Zeit, die ich wohl künftig ein bisschen vermissen werde.

Schließlich möchte ich mich an dieser Stelle riesig bei meiner gesamten **Familie** für die große Unterstützung während des Studiums und der Promotion bedanken.

Großer Dank auch an meine Freundin **Julia**, die durch ihre unendliche Geduld und Unterstützung einen riesengroßen Anteil am Gelingen meiner Arbeit hatte.

Das Ziel dieser Arbeit war es, ein verbessertes Verständnis für die Größenabhängigkeit der Bruchzähigkeit zu gewinnen. Hierfür wurden mittels fokussierter Ionenstrahlen gekerbte Mikrobiegebalken in verschiedenen Größen vom Submikrometerbereich bis hin zu einigen 10 μm in B2-NiAl und Wolfram präpariert. Diese beiden Materialien besitzen charakteristische Spröd-Duktil-Übergänge, die oberhalb der Raumtemperatur liegen. Dies erlaubte es, Bruchvorgänge, welche von begrenzter plastischer Verformung um die Risspitze begleitet werden, auf der Mikroskala zu untersuchen. Neue Methoden zur Beschreibung und Bestimmung des lokalen elastisch-plastischen Bruchverhaltens bzw. der Bruchzähigkeit wurden hierfür erarbeitet. Im Speziellen wurde das J-Integral-Konzept zur Ermittlung von Rissfortschritt über Steifigkeitsmessungen auf die Mikroskala übertragen. Dies ermöglichte eine präzise Analyse des für die Bruchzähigkeit charakteristischen Übergangs von Rissabstumpfung zu stabilem Rissfortschritt.

ISBN 978-3-944057-51-4

