

Numerische Untersuchung des  
Verformungs- und Bruchverhaltens von  
einkristallinem Wolfram auf  
mikroskopischer Ebene

Zur Erlangung des akademischen Grades  
**Doktor der Ingenieurwissenschaften**  
der Fakultät für Maschinenbau  
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte  
**Dissertation**

von

Christoph Bohnert M.Sc.

geboren am 05.02.1985

in Oberkirch

Tag der mündlichen Prüfung: 09. Juli 2015

Hauptreferent: Prof. Dr. rer. nat. Oliver Kraft

Korreferentin: Prof. Dr. mont. Sabine M. Weygand



## Kurzfassung

Wolfram ist ein Material der Superlative. Aufgrund seiner außergewöhnlichen Eigenschaften wird es schon seit langem als Funktionswerkstoff in der Lichttechnik verwendet. In Zukunft gewinnt Wolfram auch als Strukturwerkstoff u.a. für Fusionsreaktoren an Bedeutung. Eine Herausforderung stellt dabei die Erhöhung der Bruchzähigkeit dar, da das hochschmelzende Wolfram einen Spröd-duktil Übergang oberhalb der Raumtemperatur aufweist. Die Bestimmung dieser Mechanismen, die das Verformungs- und Bruchverhalten kontrollieren, ist Gegenstand aktueller Forschung. Erste grundlegende Arbeiten in diesem Bereich konzentrierten sich auf Untersuchungen an makroskopischen Einkristallen, sodass besonders die Frage, welchen Einfluss kleine Probenabmessungen haben und dabei maßgeblich die Mikrostruktur beeinflussen, noch nicht beantwortet ist.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, das Verformungs- und Bruchverhalten von einkristallinem Wolfram auf der mikroskopischen Ebene mit Hilfe der Finite Elemente Methode (FEM) zu beschreiben. Hierbei stehen der Einfluss der Kristallorientierung sowie die Rissinitiierung und die Rissausbreitung im Vordergrund.

Um den kubisch-raumzentrierten Wolframeinkristall zu beschreiben, wurde in den FE-Berechnungen ein Ansatz, der die Kristallplastizität in das Materialgesetz einschließt, verwendet. Dieser erlaubt es, die Orientierung des Einkristalls ortsaufgelöst abzubilden. Um das Verhalten nach der Rissinitiierung besser interpretieren zu können, wurde der Rissfortschritt mit einem Kohäsivzonenmodell modelliert und ein vollständiger Mikrobruchttest numerisch nachgebildet. Somit ermöglichte die FEM, einen besseren Einblick in den bruchmechanischen Prozess und unterstützte experimentelle Untersuchungen mit angepassten Formfunktionen oder der Rissfortschrittsvorhersage mittels der Compliance Methode. Um den Einfluss der kristallographischen Orientierung auf das Bruchverhalten mit der Rissentstehung und dem Risswachstum zu beschreiben, wurden zwei verschiedene Kristallorientierungen in Bezug auf die Rissebene systematisch untersucht. Hierbei standen auch mit einer geraden und einer keilförmigen Kerbform zwei Rissfronten im Vor-

dergrund der Untersuchung. Für die Evaluierung des Rissfortschrittsmodells wurden experimentelle Beobachtungen mit der Simulation verglichen und bruchmechanische Kennwerte bestimmt. So konnte in dieser Arbeit gezeigt werden, dass die Kristallorientierung und die Kerbform einen entscheidenden Einfluss auf das Bruchverhalten haben, die mikroskopischen Probenabmessungen aber die Bruchzähigkeit nicht entscheidend beeinflussen und bruchmechanische Kennwerte auf die makroskopische Ebene übertragbar sind. Dabei zeigte sich in der Simulation, die den Rissfortschritt mit der Kohäsivzone getrennt von der Plastizität abbildet, dass die gewählte Kohäsivenergie der makroskopisch bestimmten Bruchenergie entspricht.

Ein weiterer Schwerpunkt dieser Arbeit ist die Untersuchung des mikroskopischen Verformungsverhaltens bei einachsiger Belastung in unterschiedlicher Kristallorientierung. Mit der Auswertung der experimentellen Zugversuchsdaten von kleinen Flachzugproben mittels Bildkorrelation und Bruchflächenvermessung konnte hierfür das wahre Spannungs-Dehnungsverhalten der untersuchten Kristallorientierungen bestimmt werden. Auch hier zeigten die experimentellen Ergebnisse gegenüber den makroskopischen Ergebnissen aus der Literatur keine Größeneffekte. Das wahre Verformungsverhalten erlaubt es aber, in zukünftigen numerischen Untersuchungen das Materialgesetz für einkristallines Wolfram entsprechend der Kristallorientierung zu definieren. Mit dem Ziel, das Verformungsverhalten von kubisch-raumzentriertem Wolfram mittels modifizierter Kristallplastizität besser beschreiben zu können, wurde das Nicht-Schmidverhalten nach dem neuesten Stand in der benutzerdefinierten Materialroutine implementiert. Eine Sonderstellung nehmen hierbei Zugversuche an Kristallen mit  $[011]$ -Orientierung ein, deren auffälliges Verhalten nicht abgebildet werden konnte. Um die Materialparameter der Kristallplastizität und der Kohäsivzone anzupassen, wurden experimentelle Zugversuche numerisch modelliert. So konnte mit der Untersuchung des wahren Spannungs-Dehnungsverhaltens die Kohäsivspannung bestimmt werden.



## Abstract

Tungsten is a material of superlatives. Due to its outstanding properties, it has been used as a functional-material in the lighting technology for a long time. In the future, tungsten will gain meaning especially as a structural material, inter alia, for usage in fusion reactors. Improvement of the fracture toughness represents one of the challenges due to the brittle-to-ductile transition of high-melting tungsten above room temperature. The determination of these mechanisms, that control the deformation and fracture behavior, is subject of current research. First basic investigations in this field have been mainly carried out on single crystals at the macro-scale. So that in particular the question of the influence of small sample size and thereby significantly influence of the microstructure is still not completely answered.

The aim of the present work is to describe the deformation and fracture behavior of single crystal tungsten at the microscopic scale by using the finite element method (FEM). Therefore, the studies focus mainly on the influence of crystal orientation as well as the investigation of crack initiation and crack propagation.

To describe the body-centered cubic single crystal, crystal plasticity was used in the FE calculations as a plastic constitutive law, which allows to specifying the crystal orientation of the tungsten single crystal. In order to be able to interpret the microbending fracture behavior after the crack initiation, the fracture process with crack propagation was described by a cohesive zone model. The simulations of microbending allows for evaluating the details of the fracture process more accurately and supported the experimental studies with modified geometry functions or the crack growth prediction by means of the compliance-method. To describe the influence of crystal orientation on the fracture behavior with the crack initiation and the crack growth, two different crystal orientations were systematically investigated in relation to the crack plane. Among others, two notch shapes were considered in the studies, namely, one straight and one chevron notch. For the evaluation of the crack propagation model, experimental observations were com-

pared with the simulation and fracture mechanical parameters are determined. With this investigation it was shown, that the crystal orientation and the notch shape have a decisive influence on the fracture behavior, but the microscopic specimen dimensions do not decisively affect the fracture toughness and the fracture mechanical parameters are therefore transferable to the macroscopic scale. It was shown in the simulation, which considered the crack propagation and the plasticity separate by a cohesive zone that the selected cohesive energy corresponds to the fracture energy.

Another main topic addressed in the present work is the investigation of the microscopic deformation behavior of uniaxial tensile test of single crystals with different crystal orientation. With the evaluation of the experimental data of small flat tensile specimens by image correlation and fracture surface analysis, the true stress-strain behavior was determined for the investigated crystal orientations. Compared with the macroscopic results from the literature, the experimental results at the micro scale showed again no size effect. The true deformation behavior also makes it possible to define in numerical studies the material law for single crystalline tungsten according to the crystal orientation. To be able to describe a better deformation behavior of body-centered cubic tungsten, a modified crystal plasticity was implemented with the non-Schmid behavior according to the latest state of the art. In order to adapt the material parameters of the crystal plasticity and cohesive zone, the experimental tensile tests were modeled numerically. With the investigation of the true stress-strain behavior, the cohesive-stress could be determined. A special role is played here by tensile tests of tungsten at [011] orientation, whose special behavior could not be fitted by the parameters of the crystal plasticity.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Kurzfassung</b>	<b>iii</b>
<b>Abstract</b>	<b>v</b>
<b>Abkürzungen und Symbole</b>	<b>xi</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen und Literaturübersicht</b>	<b>5</b>
2.1 Versagen und Bruch auf der Mikroskala . . . . .	5
2.2 Bruchmechanische Konzepte . . . . .	6
2.2.1 Linear elastische Bruchmechanik (LEBM) . . . . .	7
2.2.1.1 Das K-Konzept . . . . .	8
2.2.1.2 Die Energiefreisetzungsrate . . . . .	9
2.2.1.3 Der Risswiderstand . . . . .	10
2.2.2 Elastisch plastische Bruchmechanik (EPBM): J-Integral . . .	11
2.2.3 Experimentelle Bestimmung bruchmechanischer Kennwerte .	13
2.2.4 Numerische Berechnung bruchmechanischer Kennwerte . . .	15
2.3 Verformungsverhalten von Wolfram . . . . .	17
2.3.1 Abgleiten nach dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz . .	18
2.3.2 Thermisch aktivierte Versetzungsbewegungen . . . . .	19
2.4 Bruchverhalten von Wolfram . . . . .	22
2.4.1 Makroskopische Untersuchungen . . . . .	22
2.4.2 Mikroskopische Untersuchungen . . . . .	24
<b>3 Zusammenfassung der experimentellen Ergebnisse</b>	<b>27</b>
3.1 Materialauswahl . . . . .	27
3.2 Zugversuche an Wolfram-Einkristallen . . . . .	28
3.2.1 Probengeometrie und Herstellung . . . . .	28
3.2.2 Ergebnisse . . . . .	30

3.3	Biegeversuche an Wolfram Mikro-Biegebalken . . . . .	33
3.3.1	Probengeometrie der Mikrobalken . . . . .	33
3.3.2	Probenherstellung . . . . .	34
3.3.3	Ergebnisse der Mikro-Biegebalken mit gerader Kerbe . . . . .	35
3.3.4	Ergebnisse der Mikro-Biegebalken mit Chevron-Kerbe . . . . .	37
3.3.5	Eigenschaften und Merkmale der Versuchsmethode . . . . .	39
<b>4</b>	<b>Numerische Vorgehensweise</b>	<b>41</b>
4.1	Kristallplastizität als Materialmodell . . . . .	41
4.1.1	Formulierung . . . . .	42
4.1.2	Materialparameteridentifikation . . . . .	46
4.1.3	Erweiterung auf Nicht-Schmidches Verhalten . . . . .	56
4.2	Kohäsivzonen als Rissfortschrittsmodell . . . . .	60
4.2.1	Rissöffnungs-Gesetz . . . . .	60
4.2.2	Einfluss der Elementgröße . . . . .	63
4.2.3	Bestimmung der Eingabeparameter . . . . .	65
4.3	Finite Elemente Modellierung und Berechnungsmethode . . . . .	73
4.3.1	Mikro-Biegebalken mit bruchmechanischem Ansatz . . . . .	73
<b>5</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>77</b>
5.1	Einfluss der Lateralkraft auf die Prozesszone . . . . .	77
5.1.1	FE-Modellierung . . . . .	77
5.1.2	Ergebnisse der elastischen Analyse . . . . .	79
5.1.3	Ergebnisse der kristallplastischen Analyse . . . . .	83
5.1.4	Mehrachsigkeit . . . . .	85
5.2	Untersuchung von unterschiedlich gekerbten Mikro-Biegebalken . . . . .	87
5.2.1	FE-Modellierung . . . . .	87
5.2.2	Untersuchung und Bestimmung der Formfunktion . . . . .	88
5.2.3	Risslängenermittlung nach der Compliance-Methode . . . . .	93
5.3	Parameterstudie mit Rissfortschrittsmodell und Kristallplastizität . . . . .	96
5.3.1	FE-Modellierung . . . . .	97
5.3.2	Einfluss der Kerbgeometrie . . . . .	98
5.3.3	Einfluss der Kerbform und der Kristallorientierung . . . . .	99
5.3.4	Rissfortschrittsanalyse der Kerbformen . . . . .	102

5.3.5	Einfluss der Kerbform und der Kristallorientierung auf den Risswiderstand . . . . .	107
5.4	Ergebnisvergleich von Experiment und Simulation . . . . .	110
5.4.1	Probengeometrie und Modellbeschreibung . . . . .	110
5.4.2	Experimenteller Mikrobruchversuch . . . . .	112
5.4.3	Vergleich zum simulierten Mikrobruchversuch . . . . .	113
5.4.4	Versuchsvorschrift und Diskussion . . . . .	122
5.5	Deformationsverhalten von einkristallinem Wolfram . . . . .	125
5.5.1	Auswertung der wahren Spannung . . . . .	125
5.5.2	Experimentelles und berechnetes Verformungsverhalten der [123]-Kristallorientierung . . . . .	126
5.5.3	Vergleich der aktiven Gleitsysteme bei Schmidem und Nicht-Schmidem Verhalten . . . . .	129
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>133</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>139</b>
<b>A</b>	<b>Anhang</b>	<b>151</b>
A.1	Variation der Schmid-Faktoren für Kristallorientierungen zwischen [100] und [110] . . . . .	151
A.2	Auflistung der Probengeometrie der untersuchten Flachzugproben .	153
A.3	Rissfortschrittsmodell mit unterschiedlicher Sättigungsspannung . .	154
A.4	Wahres Verformungsverhalten von einkristallinem Wolfram . . . . .	155
A.5	Gleitsystemaktivitäten im Zugversuch bei [123]-Orientierung . . . .	156
	<b>Danksagung</b>	<b>157</b>



# Abkürzungen und Symbole

## Abkürzungen

$\mu$ -EDM	Mikro-Funkenerosion (engl. Micro-Electrical-Discharge-Machining)
CK	Chevron Kerbe
CTOA	Rissöffnungswinkel (engl. Crack Tip Opening Angle)
CTOD	Rissöffnungsverschiebung (engl. Crack Tip Opening Displacement)
EBS	Elektronenrückstreuung (engl. Electron Backscatter Diffraction)
EPBM	elastisch-plastische Bruchmechanik
ESZ	ebener Spannungszustand
EVZ	ebener Verzerrungszustand
EXP	Experiment
FEM	Finite Elemente Methode
FIB	Fokussierter Ionenstrahl (engl. Focused Ion Beam )
GK	Gerade Kerbe
GS	Gleitsystem
IP	Indenterreferenzpunkt
kfz	kubisch-flächenzentriert
krz	kubisch-raumzentriert
KO	Kristallorientierung
KP	Kristallplastizität
KZM	Kohäsivzonenmodell
LEBM	Linear-elastische Bruchmechanik
REM	Rasterelektronenmikroskop
RP	Referenzpunkt
RT	Raumtemperatur
RVE	Repräsentatives Volumenelement
SIM	Simulation
SZW	Strechzonenweite
UMAT	user-defined material

## Griechische Symbole

$\alpha$	Risstiefenverhältnis $a/W$
$\Gamma$	Konturintegrationsweg
$\Gamma_0$	Kohäsivenergie
$\gamma$	Scherdehnung
$\gamma_{\text{tot}}$	kumulierte Scherdehnung
$\dot{\gamma}^\alpha$	Scherrate von Gleitsystem $\alpha$
$\dot{\gamma}_0^\alpha$	Referenzscherrate des Gleitsystems $\alpha$
$\delta$	Separation
$\delta_0$	kritische Separation
$\delta_1, \delta_2$	Formparameter des Separationsgesetzes
$\delta_t$	Rissöffnungsverschiebung
$\varepsilon$	Dehnung
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrate
$\varepsilon_w$	wahre Dehnung
$\eta$	dimensionsloser Geometriefaktor
$\mu$	Reibkoeffizient
$\nu$	Querkontraktionsszahl
$\Pi$	potentielle Energie
$\rho$	Kerbradius
$\sigma$	Spannung
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$	Hauptnormalspannungen
$\sigma_{xx}$	Normalspannung
$\sigma_c$	thermischer Spannungsanteil
$\sigma_v$	v. Mises Vergleichsspannung
$\sigma_w$	wahre Spannung
$\sigma_Y$	Fließspannung
$\tau$	Schubspannung
$\tau^\alpha$	Schmid-Spannung von Gleitsystem $\alpha$
$\tau_c^\alpha$	kritische Schmid-Spannung von Gleitsystem $\alpha$
$\tau_0$	kritische Schubspannung
$\tau_s$	Sättigungsspannung
$\Phi$	Richtung der Gleitsystemaktivitäten vor der Rissspitze
$\varphi$	Chevron-Winkel



## Lateinische Symbole

$A_{\text{Bruch}}$	Bruchfläche
$A_{\text{eff}}$	effektive Bruchfläche
$A_{\text{pl}}$	Fläche unter Kraft-Verschiebungskurve (plastischer Anteil)
$A_g$	Probenquerschnitt Flachzugprobe
$a$	Risslänge
$a_0$	Risslänge bis Kerbspitze
$a_1$	Risslänge bis Kerbgrund
$a_0'$	effektive Risslänge bei Chevron-Kerben
$a_{\text{PR}}$	Risslänge am Probenrand
$a/W$	Risstiefenverhältnis
$B$	Probenbreite
$B_N$	Mindestprobenbreite
$b$	Rissfrontbreite
$b_c$	Kohäsivelementbreite
$b_g$	Probenbreite Flachzugprobe
$b_o$	Ligamentlänge
$C$	Nachgiebigkeit
$C_{11}, C_{12}, C_{44}$	Elastizitätskonstanten
$d_k$	Kontinuums-elementdicke
$d_g$	Probendicke Flachzugprobe
$E$	Elastizitätsmodul
$F$	Deformationsgradient
$F$	Formfunktion
$F, RF$	Indenterreaktionskraft
$G$	Energiefreisetzungsrate
$g^\alpha$	Gleitwiderstand von Gleitsystem $\alpha$
$h$	Mehrachsigkeit
$h_0$	Verfestigungsmodul
$h_{\alpha\beta}$	Latenter Verfestigungsmodul zwischen den Gleitsystemen
$J$	$J$ -Integral
$J_i$	$J$ -Integral bei Rissinitiierung
$K$	Spannungsintensitätsfaktor
$K_{\text{CZ}}$	Kohäsivsteifigkeit
$K_c$	Bruchzähigkeit
$k$	Steifigkeit
$k\%$	normierte Steifigkeit in %
$L$	Geschwindigkeitsgradient

$L$	Probenlänge (Belastungspunkt zu Kerbe)
$L_R$	Abstand der Kerbe zur Balkenschulter)
$l$	Probenlänge Flachzugprobe
$l_c$	Kohäsivelementlänge
$l_g$	Messstreckenlänge Flachzugprobe
$m^\alpha$	Gleitebene des Gleitsystems $\alpha$
$n$	Dehnratensensitivitätsparameter
$P$	Prüfkraft
$P$	Schmid-Tensor
$P_{mod}$	modifizierter Schmid-Tensor
$P_{ns}$	Nicht-Schmid-Tensor
$q$	Modellparameter (Verhältnis von direkter und latenter Verfestigung)
$R$	Indenterspitzenradius
$R$	Risswiderstand
$r$	Abstand von der Rissspitze
$S$	Abstand der Auflager
$s^\alpha$	Normale der Gleitebene (Gleitrichtung) des Gleitsystems $\alpha$
$T$	Traktion
$T_0$	Kohäsivspannung
$T_{DBT}$	Spröd-duktil-Übergangstemperatur
$T_K$	Knietemperatur
$u$	Verschiebung
$u_{rel}$	Indenterrelativverschiebung
$W$	Probenhöhe
$Y$	Geometriefunktion

## Bezeichnungen für Gleitsysteme

$(\cdot)$	Gleitebene
$\{\cdot\}$	Kristallographisch äquivalente Gleitebene
$[\cdot]$	Gleitrichtung
$\langle \cdot \rangle$	Kristallographisch äquivalente Gleitrichtung

# Kapitel 1

## Einleitung

Bei der Entwicklung und Auslegung technischer Bauteile und Konstruktionen stehen entsprechend den Anforderungen werkstoffspezifische Eigenschaften im Vordergrund. Hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften gehört das Verformungs- und Bruchverhalten zu den zentralen werkstoffwissenschaftlichen Problemstellungen, da hiervon sowohl potentielle Anwendungsmöglichkeiten, als auch die Verwendbarkeit eines Werkstoffs abhängen. Der Bewertung und Vermeidung von Bruch- und Schädigungsprozessen kommen dabei eine wichtige Rolle zu, um die Sicherheit, Lebensdauer und die Zuverlässigkeit eines Bauteiles zu gewährleisten. Risse, Kerben und Defekte können in Werkstoffen betriebsbedingt auftreten oder bereits bei der Herstellung vorhanden sein und bei Belastung zu einem vorzeitigen Versagen führen. Daher kommt der Beurteilung solcher rissartigen Defekte in der Bruchmechanik im Rahmen der Mikrostrukturanalyse eine große Bedeutung zu. Die genaue Bewertung des Bruchs und die ihn auslösenden Prozesse mit der Rissinitiierung, der Rissausbreitung und dem letztendlichen Versagen ist eine wichtige Voraussetzung, um das extrinsische und intrinsische Bruchverhalten zu beschreiben.

Hinsichtlich der Bruchzähigkeit zeigen kubisch-raumzentrierte Werkstoffe mit ihrem speziellen Verformungsverhalten eine starke Abhängigkeit von der Temperatur. Neben Stahl und Molybdän zeigt auch Wolfram eine solche charakteristische Eigenschaft. Dadurch ist der Einsatzbereich von Wolfram trotz zahlreicher Vorteile vor allem bei der Verwendung als Strukturmaterial stark eingeschränkt. Ein detailliertes Verständnis der Bruchmechanismen, die mikrostrukturell von der Korngröße, der Kornform sowie der Textur kontrolliert werden, ist daher aus technologischer Sicht von großem Interesse und ist Voraussetzung für eine Anwendung solcher Metalle als Strukturmaterial.

Im Zuge der Materialentwicklung für die Kernfusion hat sich hierbei das Interesse an Wolfram wesentlich erhöht, da in den hochbelasteten Bereichen des Fusionsreaktors Komponenten auf Wolframbasis zum Einsatz kommen sollen. Mit einem hohen Schmelzpunkt und einer hohen Dichte sowie guten Hochtemperaturfestigkeits- und Hochtemperaturkriecheneigenschaften bietet Wolfram hierfür exzellente Voraussetzungen. Zu den negativen Eigenschaften von Wolfram zählt die geringe Bruchzähigkeit bei niedriger Temperatur sowie der Spröd-duktil-Übergang oberhalb der Raumtemperatur. Die Charakterisierung und Optimierung der Bruchzähigkeit stellt daher aktuell eine zentrale Herausforderung dar, um einen Einsatz von Wolfram bzw. Wolfram-Legierungen als Strukturmaterial zu ermöglichen.

In den 1960er Jahren wurde das Werkstoffverhalten von Wolfram erstmals intensiv in Zugversuchen untersucht und hinsichtlich des Verformungsverhaltens Abhängigkeiten von der Kristallorientierung, der Dehnrate und der Temperatur beobachtet [4, 18, 94]. Neuere Arbeiten von Riedle und Gumbsch [48, 92] beschreiben mit theoretischen und experimentellen Ansätzen die Bruchzähigkeit und den Spröd-duktil-Übergang von einkristallinem Wolfram in Abhängigkeit der Kristallorientierung und der Lastrate. Sie lieferten somit neben aktuellen atomistischen Betrachtungen einen entscheidenden Beitrag, um jene intrinsischen Mechanismen zu verstehen, die das Verformungs- und das Bruchverhalten von kubisch-raumzentrierten Metallen kontrollieren. Inwieweit die Erkenntnisse aus den makroskopischen Versuchen auf die mikroskopische Ebene übertragen werden können ist jedoch fraglich, da hier aufgrund komplexer Mikrostrukturen weitere entscheidende Mechanismen sowie Größeneffekte das Verformungs- und Bruchverhalten beeinflussen können.

Um das Verständnis der Bruchmechanismen von einkristallinem Wolfram weiter zu vertiefen, werden in dieser Arbeit numerische Studien auf der mikroskopischen Ebene mit Hilfe der Finite Elemente Methode durchgeführt. Anhand von Biegeversuchen an kleinen Biegeproben soll der Einfluss unterschiedlicher Kristallorientierungen auf das Bruchverhalten charakterisiert werden. Die Studien konzentrieren sich dabei auf die Untersuchung der Rissbildung und des Risswachstums sowie die Bestimmung der Bruchzähigkeit von Wolfram-Einkristallen. Hierbei soll die zentrale Frage geklärt werden, inwieweit die an kleinen Proben ermittelten bruchmechanischen Kennwerte auf die makroskopische Ebene und umgekehrt übertragen werden können.

Mit einer kleinen Flachzugprobe soll weiterhin der Einfluss unterschiedlicher Kristallorientierung auf das Verformungsverhalten charakterisiert und mit den makroskopischen Daten aus der Literatur verglichen werden. Neben der Materialcharakterisierung über das wahre Spannungs-Dehnungsverhalten soll hierbei das Einschnürverhalten, im Speziellen für eine Kristallorientierung auf der mikroskopischen Ebene untersucht werden. Zudem wird mit den in dieser Arbeit gezeigten numerischen Untersuchungen die komplementäre Arbeit von Schmitt [105] unterstützt, die die experimentellen Untersuchungen zu den hier gezeigten numerischen Studien durchführte. Hierbei zeichnet sich Wolfram besonders gut als Modellmaterial aus, da es bereits bei Raumtemperatur (semi)spröde und elastisch isotrop ist.

Im zweiten Kapitel werden zunächst der Bruch auf unterschiedlichen Skalen beschrieben und die grundlegenden Konzepte der Bruchmechanik vorgestellt. Weiterhin wird das Verformungsverhalten von Wolfram erörtert und eine Literaturübersicht über Arbeiten zum makroskopischen und mikroskopischen Verformungs- und Bruchverhalten gegeben. Mit dieser Grundlage wird anschließend die in dieser Arbeit verwendete Mikro-Biegeprobe vorgestellt.

In Kapitel 3 werden die experimentellen Ergebnisse der Zug- und Biegeversuche von Schmitt zusammengefasst. Auf die Materialauswahl, die Probengeometrie sowie deren Herstellung und die Versuchsdurchführung wird dabei gesondert eingegangen.

Das vierte Kapitel erläutert die numerische Vorgehensweise. Zu Beginn dieses Kapitels wird die mathematische Beschreibung und die gewählte Formulierung der Kristallplastizität aufgeführt, der Einfluss der kristallplastischen Parameter diskutiert und schließlich die Materialparameter bestimmt. Hierbei wird das für kubisch-flächenzentrierte Metalle geltende Schmidgesetz auch hinsichtlich des in der Literatur beobachteten speziellen Verformungsverhaltens mit einem Nicht-Schmidgesetz abgebildet. Die Kohäsivzone, welche die Simulation von Bruch ermöglicht und zusammen mit der Kristallplastizität das Rissfortschrittsmodell bildet, wird im zweiten Teil vorgestellt. Auch hier wird auf die Eigenschaften eingegangen und die benötigten Modellparameter werden bestimmt. Abschließend wird in diesem Kapitel ein Referenzmodell vorgestellt, anhand dessen verschiedene Simulationsstudien in der weiteren Arbeit durchgeführt werden.

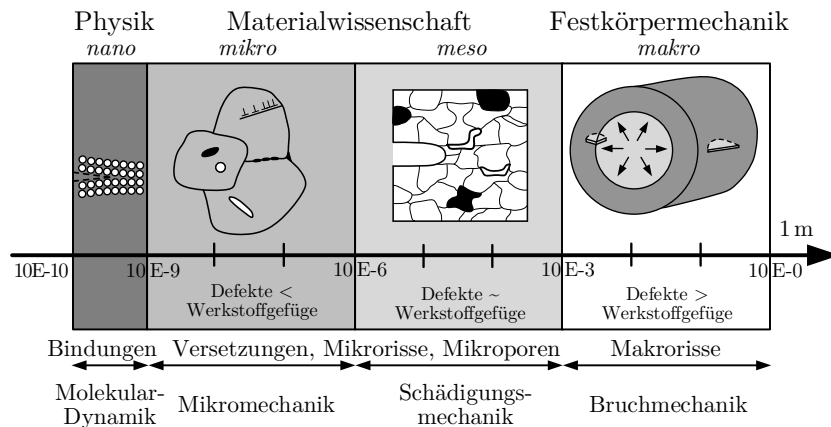
Die Ergebnisse der numerischen Berechnungen sind im fünften Kapitel aufgeführt und werden daran anschließend ausführlich diskutiert. Hierbei wird zunächst der Einfluss der Biegebelastung auf die Prozesszone untersucht und resultierende Lateralkräfte bei verschiedenen Indentergeometrien analysiert. Weiterhin stehen neben der Abhängigkeit der Kristallorientierung selbst auch unterschiedliche Rissfronten mit gerader und keilförmiger Kerbform im Vordergrund, um die geometriespezifische Formfunktion zu bestimmen und eine Steifigkeitsanalyse bei unterschiedlichen Risslängen durchzuführen. Zudem steht die Untersuchung der Rissentstehung und des Risswachstums bei unterschiedlichen Kristallorientierungen im Fokus. Im Anschluss daran wird zur Evaluierung ein experimenteller Mikrobruchttest mit der numerischen Rissfortschrittssimulation verglichen und diskutiert, um folglich eine Auswertungsmethode zur Bestimmung der Bruchzähigkeit zu definieren. In einem weiteren Teil werden die Ergebnisse der Zugversuche dargestellt, wobei hier eine Kristallorientierung im Vordergrund steht, um das Verformungsverhalten experimentell und numerisch zu vergleichen. Die Schlussfolgerungen werden in Kapitel 6 zusammengefasst.

## Kapitel 2

### Grundlagen und Literaturübersicht

#### 2.1 Versagen und Bruch auf der Mikroskala

Die Trennung des Materialzusammenhalts in einem Festkörper wird allgemein als Bruch bezeichnet und führt zu lokalen Rissen oder einem vollständigen Versagen des Körpers. Die Erscheinungsformen und Ursachen eines Bruchs sind sehr vielseitig, da sie neben der Belastungsart entscheidend von den mikroskopischen Eigenschaften eines Werkstoffes bestimmt werden, die von Werkstoff zu Werkstoff variieren. Die Betrachtung von Bruchvorgängen und Versagensprozessen erstreckt sich dabei über alle Größenskalen. Beginnend bei der atomaren Bindungslösung in nanoskopischen Strukturen führen Defekte auf der mikroskopischen Ebene bis hin zur makroskopischen Ebene zu einer Rissentstehung. So lassen sich Bruchvorgänge je nach Betrachtungsebene in Abb. 2.1 in unterschiedliche Gefügeabmessungen klassifizieren. Auf der mikroskopischen Ebene entstehen Defekte wie Mikro-Risse oder Poren bereits bei der Herstellung oder bilden sich infolge mechanischer oder thermischer Belastung. Diese Defekte wachsen unter Einwirkung von äußeren Kräften zu makroskopischen Rissen und können in weiterer Folge zu einer vollständigen Trennung des Festkörpers führen. Der Versagensvorgang kann dabei grundsätzlich in die Rissentstehung und das Risswachstum eingeteilt werden, wobei die Rissentstehung ein lokales mikroskopisches Ereignis ist, das sehr stark von der Mikrostruktur eines Werkstoffes abhängt. Daher müssen werkstoffspezifische Untersuchungen mit unterschiedlichen Kornorientierungen und -strukturen durchgeführt werden. Hierfür ist die numerische Simulation von Rissen und Defekten inzwischen ein unverzichtbares Werkzeug der Bruchmechanik geworden.



**Abbildung 2.1:** Bruchvorgänge auf unterschiedlichen Skalen und Betrachtungsebenen [65].

Die Bruchmechanik beschäftigt sich grundlegend mit der Beschreibung des Bruchverhaltens unter Einwirkung von äußeren Belastungen und verwendet dafür kontinuumsmechanische Konzepte. Für eine ausführliche Beschreibung dieser Thematik sei auf gängige Lehrbücher der Bruchmechanik verwiesen [2, 47, 65].

## 2.2 Bruchmechanische Konzepte

Defekte und Risse führen zu einer starken Überhöhung der Beanspruchung in Werkstoffen und bewirken ein vorzeitiges Versagen von Bauteilen. Gegenüber defektfreien Werkstoffen reduziert sich dadurch die real erreichbare Festigkeit deutlich. Daher spielen Konzepte zur Bewertung und Vermeidung von Bruch- und Schädigungsprozessen in der Bruchmechanik eine erhebliche Rolle.

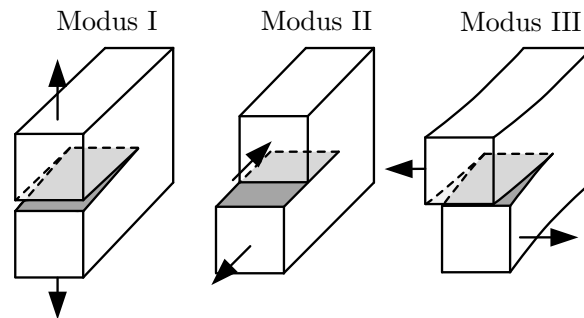
In der Bruchmechanik wird der Anriss als ideal scharfe Risspitze mit einem Kerbradius  $\rho = 0$  angenommen, da der tatsächlich endliche Radius einer physikalischen Risspitze gegenüber der Risslänge als unendlich klein betrachtet werden kann. Die beiden gegenüberliegenden Berandungen werden als Rissufer oder Rissoberflächen bezeichnet und laufen an der Risspitze bzw. der Rissfront zusammen. Mit den sogenannten Rissöffnungsarten, bzw. Rissöffnungsmoden lassen sich nach Abb. 2.2 drei unabhängig voneinander definierte Verformungen eines Risses unterscheiden:

**Modus I** Der Riss öffnet sich senkrecht zur Rissebene.

**Modus II** Die Rissufer verschieben sich in ihrer Ebenen senkrecht zur Rissfront.

**Modus III** Die Rissufer verschieben sich in ihrer Ebene parallel zur Rissfront.





**Abbildung 2.2:** Definition der drei Rissöffnungsarten in der Bruchmechanik.

Eine beliebige Verformung eines Risses kann als Überlagerung dieser drei Moden angesehen werden und wird als Mixed-Mode-Beanspruchung bezeichnet.

Im Allgemeinen wird dabei zwischen der linearen und nichtlinearen Bruchmechanik unterschieden, wobei die herrschenden Spannungs- und Verformungsfelder vor der Risspitze mit einem Parameter beschrieben werden. In der linear-elastischen Bruchmechanik ist dies der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  und in der nichtlinear-elastischen, der sogenannten elastisch-plastischen Bruchmechanik das  $J$ -Integral. Eine Übersicht unterschiedlicher Methoden und Konzepte mit ihrer Anwendbarkeit ist in der Zusammenfassung von Zhu und Joyce [125] zu finden.

### 2.2.1 Linear elastische Bruchmechanik (LEBM)

In der linear-elastischen Bruchmechanik wird vorausgesetzt, dass sich ein rissbehafteter Festkörper bis zum Bruch linear-elastisch verformt. Bei einem Riss mit unendlich kleinem Kerbradius werden demnach die theoretischen Spannungen an der Risspitze unendlich hoch. Bei realen Materialien kommt es jedoch aufgrund der zur Risspitze hin stark ansteigenden Spannung zu plastischem Fließen oder allgemein zu Nichtlinearitäten. Folglich kann die klassische Kontinuumsmechanik in der direkten Umgebung der Risspitze, der sogenannten Prozesszone, den komplexen Prozess des mikromechanischen Bruchvorgangs nicht mehr beschreiben. Für die Anwendung der LEBM werden daher in der Prozesszone Nichtlinearitäten in Form von Kleinbereichsfließen zugelassen, wenn diese im Vergleich zur Rissgröße oder den Bauteilabmessungen vernachlässigbar klein sind. Die hierbei verwendeten Werkstoffkennwerte sind der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  oder die Energiefreisetzungsrate  $G$ .

### 2.2.1.1 Das K-Konzept

Der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  wird wie die Spannung als Zustandsgröße behandelt und beschreibt die Intensität eines Rissspannungsfeldes für bestimmte Risskonfigurationen und Belastungen im Rissspitzenfeld. Für geeignete Risskonfigurationen kann die Spannungsverteilung um die Rissspitze mit den Mitteln der Kontinuumsmechanik exakt beschrieben werden. Berücksichtigt man neben Termen höherer Ordnung nur das erste Reihenglied bei der Entwicklung des Rissspitzenfeldes, ergibt sich das Spannungsfeld um die Rissspitze zu:

$$\sigma_{ij} = \frac{K_m}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_{ij}^m(\theta) \quad \text{mit } i, j = x, y \quad (2.1)$$

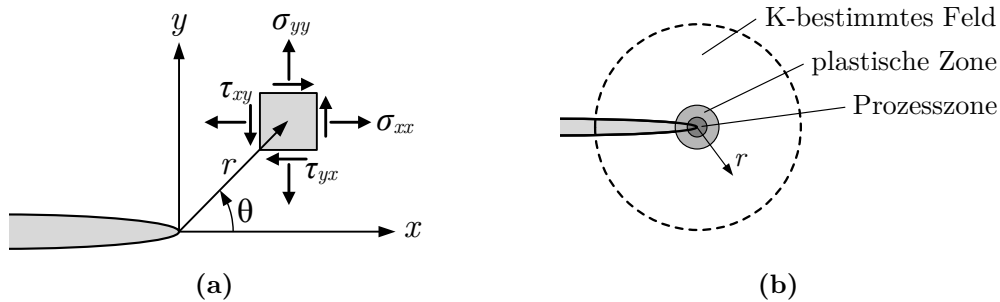
für den jeweiligen Beanspruchungsmodus  $m$ . Hierbei beschreibt  $\sigma_{ij}$  durch die Polarkoordinaten  $r$  und  $\theta$  ein Spannungsfeld in einem Volumenelement vor der Rissspitze nach Abb. 2.3 (a). Die Funktion  $f_{ij}$  ist dimensionslos und nur vom Winkel  $\theta$  abhängig.

Für einen hinreichend kleinen Abstand zur Rissspitze wird das Spannungsfeld im Nahfeld des Risses ( $r \rightarrow 0$ ) aufgrund der  $1/\sqrt{r}$ -Singularität dominiert und die Spannungskomponenten höherer Ordnung sind vernachlässigbar. Somit ist der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  eine skalare Größe und kann in Abhängigkeit von der Bauteilgeometrie, der Geometrie des Risses sowie den äußeren Belastungen bestimmt werden. Entsprechend der Rissöffnungsart wird der Spannungsintensitätsfaktor in  $K_I$ ,  $K_{II}$  und  $K_{III}$  unterschieden, die für den konkreten Fall mit Hilfe analytischer oder numerischer Methoden berechnet werden. Generell kann der Spannungsintensitätsfaktor für alle Rissprobleme in der Form

$$K = \sigma \sqrt{\pi a} Y \quad (2.2)$$

angegeben werden, wobei  $a$  die Risslänge ist,  $\sigma$  die repräsentative Nennspannung und  $Y$  die Geometriefunktion, die den Einfluss der Körper- und Rissgeometrie beschreibt.

Die Spannungskonzentration vor der Rissspitze führt zu plastischen Verformungen und begrenzt somit die Anwendbarkeit der LEBM. Ist jedoch die plastische Zone gegenüber dem  $K$ -bestimmten Feld klein, spricht man von Kleinbereichsfließen und es kann davon ausgegangen werden, dass der ablaufende Bruchprozess durch



**Abbildung 2.3:** (a) Spannungen an der Rissspitze in kartesischen Koordinaten. (b) Schematische Darstellung des  $K$ -Konzepts für das Bruchkriterium.

das umliegende  $K$ -Feld bestimmt wird (vgl. Abb. 2.3 (b)). Damit steht mit dem Konzept der Spannungsintensitätsfaktoren von Irwin [58] eine Beanspruchungsgröße zur Verfügung, die es erlaubt, ein Bruchkriterium zu formulieren. Demnach kommt es zur Rissausbreitung, wenn der Spannungsintensitätsfaktor eine kritische Größe erreicht. Für eine reine Modus I-Beanspruchung, die in den meisten praktischen Fällen die kritischste Belastung darstellt, lautet das Kriterium wie folgt:

$$K_I = K_{Ic} . \quad (2.3)$$

Der kritische Wert  $K_{Ic}$  wird dabei als Bruchzähigkeit bezeichnet und ist ein materialspezifischer Kennwert. Gleiches Kriterium gilt angepasst für Modus II- und Modus III-Belastungen mit  $K_{IIc}$  und  $K_{IIIc}$ . Für eine gemischte Beanspruchung ist das Bruchkriterium entsprechend zu erweitern, wobei allgemein angenommen werden kann, dass  $K_{Ic} \neq K_{IIc} \neq K_{IIIc}$  ist.

### 2.2.1.2 Die Energiefreisetzungsrates

Mit der Betrachtung der Energiebilanz bei Rissausbreitung ist nach dem Griffith-Modell [42] ein weiterer Zugang zu den Bruchkriterien der LEBM gegeben. Demnach erfordert die Rissentstehung oder das Risswachstum vom Spannungsfeld einen bestimmten Energiebetrag, der gleich oder größer ist als die zur Erzeugung neuer Bruchoberfläche benötigten Energie.

Die auf einen infinitesimalen Rissfortschritt  $da$  bezogene freigesetzte Energie  $d\Pi$  bezeichnet man als Energiefreisetzungsrate  $G$ :

$$G = -\frac{d\Pi}{da} . \quad (2.4)$$

Die Energiefreisetzungsrate kann bei elastischen Materialien als Maß der risstreibenden Kraft verstanden werden. Wie beim Konzept der Spannungsintensität, kann auch beim Konzept der Energiefreisetzungsrate ein Bruchkriterium definiert werden. Dabei kommt es zum Rissfortschritt, wenn die Energiefreisetzungsrate einen kritischen Wert  $G_c$  erreicht, wobei hier auch entsprechend der Rissöffnungsart unterschieden wird.

Im linear elastischen Fall sind die beiden Konzepte äquivalent und zwischen der Energiefreisetzungsrate  $G$  und dem von Irwin definierten Spannungsintensitätsfaktor  $K$  besteht für Modus I folgender Zusammenhang:

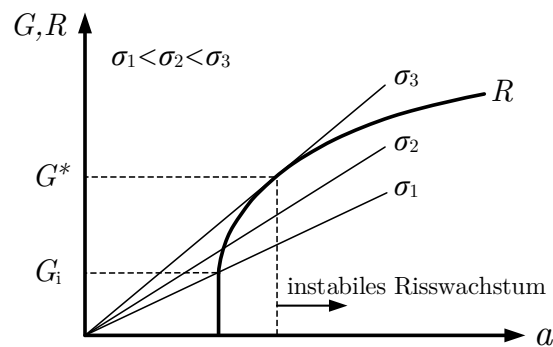
$$G_{Ic} = \frac{K_{Ic}^2}{E'} \quad (2.5)$$

mit  $E' = E$  für den ebenen Spannungszustand (ESZ) und  $E' = E/(1 - \nu^2)$  für den ebenen Verzerrungszustand (EVZ).  $E$  bezeichnet hierbei den Elastizitätsmodul und  $\nu$  die Querkontraktionszahl.

Somit resultieren aus den beiden Konzepten mit  $K$  und  $G$  zwei Bruchparameter, die in der linear-elastischen Bruchmechanik als Bruchkriterium anwendbar sind. In der Praxis hat sich jedoch das  $K$ -Konzept weitgehend durchgesetzt, da der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  proportional zu dem vorherrschenden Spannungsfeld ist und das Bruchkriterium unabhängig vom Elastizitätsmodul eines Werkstoffs beschreibt.

### 2.2.1.3 Der Risswiderstand

Die kritische Energiefreisetzungsrate  $G_c$  wird auch als Risswiderstand  $R$  bezeichnet. Hierbei ist die Energiefreisetzungsrate  $G$  eine Belastungsgröße, welche von der Bauteilgeometrie, der Risslänge sowie der Belastung abhängt. Der Risswiderstand  $G_c$  oder  $R$  ist hingegen eine Materialkenngröße und vom Werkstoff abhängig. Er entspricht dabei mindestens der zweifachen spezifischen Oberflächenenergie.



**Abbildung 2.4:** Schematische Darstellung der Risswiderstandskurve (R-Kurve).

Während  $K$  und  $G$  in der Bruchmechanik die risstreibende Kraft interpretieren, setzt der Werkstoff dem ausbreitenden Riss einen Risswiderstand  $R$  entgegen. Mit zunehmendem Rissfortschritt  $\Delta a$  kann dabei aufgrund auftretender Materialverfestigung in der plastischen Zone ein steigender Risswiderstand  $R$  beobachtet werden. Dieses Materialverhalten beschreibt die Risswiderstandskurve  $R(\Delta a)$ , oder auch  $R$ -Kurve.

Das Bruchverhalten eines Materials mit ansteigender  $R$ -Kurve ist schematisch in Abb. 2.4 dargestellt. Ferner sind Kurven verschiedener Energiefreisetzungsraten für unterschiedliche äußere Belastungen ( $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$ ,  $\sigma_3$ ) eingezeichnet. Diese besitzen bei vorgegebener Belastung und fortschreitendem Riss einen monoton steigenden Verlauf. Mit dem Erreichen einer kritischen Belastung ( $\sigma_1$ ) wird ein Riss initiiert. Die folgende Rissausbreitung ist dann stabil, wenn der Risswiderstand  $R$  mit zunehmender Risslänge stärker ansteigt als die antreibende Einenergiefreisetzungsrates  $G$ . Ist die Steigungsänderung der Risswiderstandskurve kleiner als die der Energiefreisetzungsrates, wird das Rissverhalten instabil ( $\sigma_3$ ). Gegenüber kraftgeordneten Versuchen wird der Punkt der Instabilität bei weggeregelten Versuchen in der Regel später erreicht, da sich die Proben infolge des wachsenden Risses selbst entlasten.

### 2.2.2 Elastisch plastische Bruchmechanik (EPBM): J-Integral

Mit zunehmend duktilem Materialverhalten breitet sich die plastische Zone in der Umgebung der Rissspitze aus. Dies hat zur Folge, dass die Rissspitze mit steigender Materialplastifizierung abstumpft, das sogenannte Blunting. Mit einer weiter ansteigenden Belastung öffnet sich der Riss und die plastische Zone an der

Risspitze dehnt sich in den Körper aus. Dabei ist die plastische Zone beim ebenen Verzerrungszustand (EVZ) in der Probenmitte deutlich kleiner als beim ebenen Spannungszustand (ESZ) am Probenrand (s. Abb. 2.5 (a)). Ist die plastische Zone nicht mehr auf ein kleines Gebiet vor der Risspitze beschränkt, verlieren die Bruchparameter und die Bruchkonzepte der linear-elastischen Bruchmechanik ihre Bedeutung.

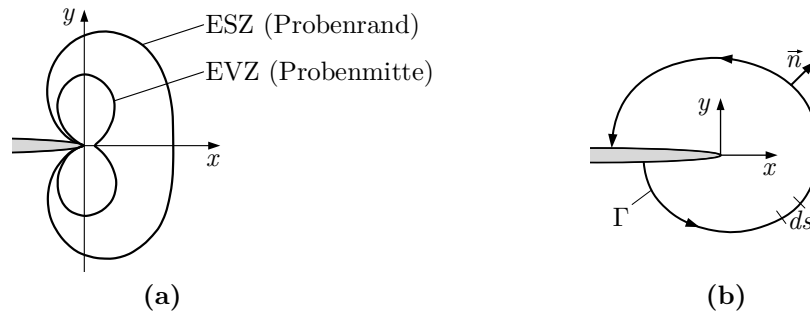
Ein erster Ansatz, der den Einfluss der plastischen Zone berücksichtigt, geht auf das Modell von Dugdale [31] zurück und beschreibt den plastischen Bereich vor der Risspitze mit einem schmalen Fließstreifen. Ein Vergleich mit dem zulässigen Kleinbereichsfließen in der LEBM zeigt jedoch, dass das Dugdale-Modell eine ähnliche Beziehung liefert und sich somit auch auf einen kleinen plastischen Bereich gegenüber dem bestimmenden  $K$ -Feld beschränkt. Daher müssen für die Anwendung der Bruchkriterien in der elastisch-plastischen Bruchmechanik (EPBM) weitere Konzepte herangezogen werden, die auch große plastische Verformungen berücksichtigen. Neben der Rissöffnungsverschiebung (engl. Crack Tip Opening Displacement, CTOD) und dem Rissöffnungswinkel (engl. Crack Tip Opening Angle, CTOA) hat sich vor allem das Konzept des  $J$ -Integral zur Bestimmung bruchmechanischer Kenngrößen bewährt.

Im Folgenden wird das in dieser Arbeit verwendete Konzept des  $J$ -Integrals vorgestellt. Mit Hilfe dieser Methode kann auch die Energiefreisetzungsratesowie das Spannungs- und Verformungsfeld bei nichtlinear-elastischem Materialverhalten bestimmt werden.

Die Änderung der potenziellen Energie  $d\Pi$  bei infinitesimaler Rissausbreitung kann nach Rice [88] mit Hilfe eines wegunabhängigen Linienintegrals beschrieben werden. Die Energiefreisetzungsrates  $G$  berechnet sich somit zu:

$$G = -\frac{d\Pi}{da} = J = \int_{\Gamma} \left[ U dy - t_i \frac{\partial u_i}{\partial x} ds \right] \quad (2.6)$$

und wird als  $J$ -Integral bezeichnet. Dabei beschreibt  $U = \int_0^{\varepsilon_{ij}} \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij}$  die auf das Volumen bezogene Formänderungsenergie,  $t_i = \sigma_{ij} n_j$  den angreifenden Spannungsvektor mit dem Normalenvektor  $n$ ,  $u_i$  den Verschiebungsvektor und  $ds$  das Weg-element auf der Kontur  $\Gamma$ , die die Risspitze umschließt (s. Abb. 2.5 (b)).



**Abbildung 2.5:** (a) Form der plastischen Zone an der Rissspitze nach v. Mises. (b) Linienintegral um die Rissspitze.

Innerhalb der Gültigkeitsgrenzen der LEBM kann gezeigt werden, dass das  $J$ -Integral mit der Energiefreisetzungsrate  $G$  identisch ist, sodass für die Rissöffnungsart I folgender Zusammenhang zur Spannungsintensität  $K_I$  besteht:

$$J = G = \frac{K_I^2}{E'} . \quad (2.7)$$

Dies konnte nach Hutchinson [56] und Rice und Rosengren [90] mit dem sogenannten HHR-Feld begründet werden, welches die Intensität des singulären Spannungs- und Verformungsfelds an der Rissspitze beschreibt. So kann mit  $J$  ein Bruchkriterium formuliert werden, nach dem Rissfortschritt einsetzt, wenn eine kritische materialspezifische Größe  $J_c$  erreicht wird. Außerhalb des bestimmenden Gebietes verliert jedoch auch das  $J$ -Integral in der EPBM, wie auch das  $K$ -Konzept in der LEBM, seine Bedeutung einer risstreibenden Energie.

### 2.2.3 Experimentelle Bestimmung bruchmechanischer Kennwerte

Für die Bestimmung der Bruchzähigkeit werden in der Bruchmechanik überwiegend genormte Proben wie beispielsweise die Dreipunkt-Biegeprobe (3PB) oder die Kompakt-Zugprobe (CT) nach ASTM Norm E399 [12] und E1820 [11] verwendet. Unter Betrachtung des kritischen Falls, dem ebenen Verzerrungszustand unter Modus I, kann die Bruchzähigkeit  $K_{Ic}$  beim Einsetzen der Rissverlängerung im Rahmen der LEBM bestimmt werden.

Hierfür wird die Probe mit konstanter Lastrate bis zum Bruch beansprucht und die Verschiebung mit der dafür notwendigen Kraft aufgezeichnet. Die nach der Norm ermittelte kritische Belastung  $P_Q$  kann anschließend für die Berechnung

eines vorläufigen Spannungsintensitätsfaktors  $K_Q$  verwendet werden. Dieser ist probenabhängig und berechnet sich nach ASTM E399 für gekerbte Dreipunkt-Biegeproben mit der Breite  $B$ , der Höhe  $W$  und dem Abstand der Auflager  $S$  zu:

$$K_Q = \frac{P S}{B W^{3/2}} f(a/W), \quad (2.8)$$

wobei die Formfunktion  $f(a/W)$  in Abhängigkeit der Anfangsrissslänge  $a$  mit

$$f(a/W) = \frac{3\left(\frac{a}{W}\right)^{1/2}}{2\left(1 + 2\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}} \cdot \left[ 1,99 - \left(\frac{a}{W}\right) \left(1 - \frac{a}{W}\right) \left( 2,15 - 3,93 \left(\frac{a}{W}\right) + 2,7 \left(\frac{a}{W}\right)^2 \right) \right] \quad (2.9)$$

gegeben ist.

Sind die in der Norm erforderlichen Gültigkeitskriterien erfüllt, kann der berechnete Wert  $K_Q$  als gültiger Bruchzähigkeitswert  $K_{Ic}$  angenommen werden. Eine wichtige Voraussetzung hierbei ist die Dimensionierung der Probe, die gegenüber der zu erwartenden plastischen Zone ausreichend groß gewählt werden muss. So ist in der LEBM für einen ebenen Dehnungszustand folgende Gültigkeitsgrenze mit der Probenbreite  $B$ , der Rissslänge  $a$  und dem Restligament  $(W - a)$  zu erfüllen:

$$B, a, (W - a) \geq 2,5 \left( \frac{K_Q}{\sigma_Y} \right)^2. \quad (2.10)$$

Der Ausdruck ist hierbei proportional zur Größe der plastischen Zone und wird mit der Fließspannung  $\sigma_Y$  und der Spannungsintensität beschrieben.

Ist Gl. 2.10 nicht erfüllt, muss der Versuch nach der Methode der EPBM ausgewertet werden. Hierfür wird analog zur Bruchzähigkeit  $K_{Ic}$  eine kritische Energiefreisetzungsrate  $J_{Ic}$  über  $J$  bestimmt. Nach der Norm ASTM E1820 berechnet sich  $J$  aus der Summe der elastischen und plastischen Komponente:

$$J = J_{el} + J_{pl} = \frac{K^2(1 - \nu^2)}{E} + \frac{\eta A_{pl}}{B b_o}, \quad (2.11)$$

wobei  $A_{pl}$  der plastische Anteil der geleisteten Arbeit unter der Kraft-Verschiebungskurve entspricht und  $b_o$  das Restligament zwischen der Probenhöhe  $W$  und



der Risstiefe  $a_0$  beschreibt. Der dimensionslose Geometriefaktor ist nach der Norm mit  $\eta = 1,9$  definiert und für ein Risstiefenverhältnis  $a/W$  von 0,45 bis 0,55 gültig. Für eine abweichende Geometrie erhielten Nevalainen und Wallin [83] basierend auf numerischen Untersuchungen mit unterschiedlichen Risstiefen eine Geometriefaktor als Funktion der Risslänge:

$$\begin{aligned} \eta &= 13,818 \cdot \frac{a}{W} - 25,124 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^2, \text{ für } 0 < \frac{a}{W} \leq 0,274 \\ \eta &= 1,859 + \frac{0,03}{1 - \frac{a}{W}}, \text{ für } 0,274 < \frac{a}{W} \leq 0,9. \end{aligned} \quad (2.12)$$

Nach der Prüfvorschrift ASTM E1820 wird für die Bestimmung des kritischen Werkstoffkennwertes  $J_{Ic}$  gefordert, dass alle relevanten Probenabmessungen gegenüber einem entsprechend definierten Bereich größer sein müssen:

$$B, W - a > 10 \frac{J_Q}{\sigma_Y} \quad (2.13)$$

mit der Fließspannung  $\sigma_Y$  des untersuchten Werkstoffes.

#### 2.2.4 Numerische Berechnung bruchmechanischer Kennwerte

Die numerischen Berechnungen bieten mit der Finite Elemente Methode (FEM) eine Vielzahl von Untersuchungsmöglichkeiten. So können mit der FEM neben Rissfortschrittsuntersuchungen auch bruchmechanische Kennwerte, wie das  $J$ -Integral oder der Spannungsintensitätsfaktor  $K$ , für komplexe Bauteilstrukturen oder Belastungszustände berechnet werden. In kommerziellen FE-Programmen sind diese Methoden inzwischen standardmäßig implementiert. Für die numerische Berechnung der Spannungsintensität und der Energiefreisetzungsrate wurde in dieser Arbeit das FE-Programm Abaqus [1] verwendet.

Die Berechnung eines Linienintegrals nach Gl. 2.6 ist in der FEM ungünstig, da Spannungsfelder extrapoliert werden und über Elementgrenzen im Allgemeinen nicht stetig sind. Im Rahmen der FEM steht für die Berechnung von  $J$  die Methode der virtuellen Rissausbreitung zur Verfügung, bei der das Linienintegral nach Parks [84] in ein endliches Gebietsintegral um die Risspitze umgeformt wird. Diese Methode hat den Vorteil, dass sie numerisch robust ist und selbst für eine grobe Netzstruktur genaue Ergebnisse liefert [22]. Für eine detaillierte Beschrei-

bung der Methode der virtuellen Rissausbreitung zur Bestimmung des  $J$ -Integrals wird auf die entsprechenden Kapitel des Abaqus Benutzerhandbuches verwiesen [1]. Eine zusammenfassende Übersicht bruchmechanischer Kennwerte und deren numerischen Berechnungsmethoden zeigt Kuna in [65] auf.

Basierend auf der Energiefreisetzungsrate berechnet sich das  $J$ -Integral bei quasi-statischen Belastungen nach

$$J = \lim_{\Gamma \rightarrow 0} \int_{\Gamma} n \cdot H \cdot q \, d\Gamma \quad (2.14)$$

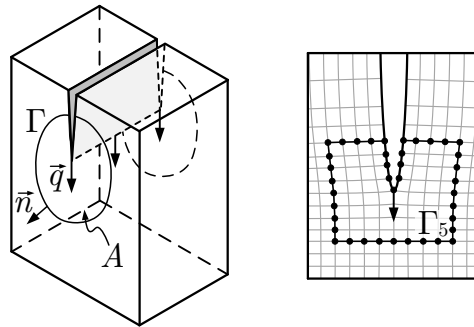
mit dem Normalenvektor  $n$  zum Konturintegrationsweg  $\Gamma$ , dem Eshelby'schen Energietensor  $H$  und der virtuellen Rissausbreitung mit der Richtung  $q$ . Die numerische Berechnung der Spannungsintensität erfolgt ebenfalls über die Energiefreisetzungsrate und steht in Zusammenhang mit dem  $J$ -Integral:

$$J = \frac{1}{E'} (K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{1}{2G} K_{III}^2 \quad (2.15)$$

und ist als Erweiterung der Gl. 2.7 für alle Rissöffnungsarten zu sehen.

Bei dieser Methode wird in Abaqus der virtuelle Riss häufig mit dem Anriss des Rechenmodells definiert und ist in Abb. 2.6 mit der Rissfront und dem  $q$ -Vektor dargestellt. Das Gebietsintegral wird dabei mit Konturintegralen entlang der Elementgrenze beschrieben, welche um die Risspitze elementweise vergrößert werden. Beispielsweise zeigt Abb. 2.6 den Integrationspfad des fünften Konturintegrals. Durch die unterschiedliche Anzahl an Konturintegralen werden auch unterschiedliche Belastungsfelder der Prozesszone berücksichtigt. Für eine wegunabhängige Lösung und ein konvergierendes Ergebnis sollte jedoch der Integrationspfad mit der Risspitze die plastische Zone einschließen. Somit beeinflussen auftretende Spannungssingularitäten an der Risspitze nicht das Ergebnis und spezielle Risspitzelemente sind nicht zwingend erforderlich [65].

Erreicht jedoch das Konturintegral eine Materialgrenze oder den Probenrand, wird das  $J$ -Integral aufgrund der nicht vollständigen Kontur falsch berechnet, da mit  $\vec{n}$  auch das umliegende Gebiet berücksichtigt wird. Für die Anwendung numerischer Methoden in der Bruchmechanik, im Speziellen für die zuverlässige Berechnung von  $J$ -Werten in Abaqus, ist von Brocks und Scheider eine hilfreiche Übersicht in [22] gegeben.



**Abbildung 2.6:** Integrationspfad für die Berechnung der Spannungsintensität und dem  $J$ -Integral im Finite-Elemente-Netz.

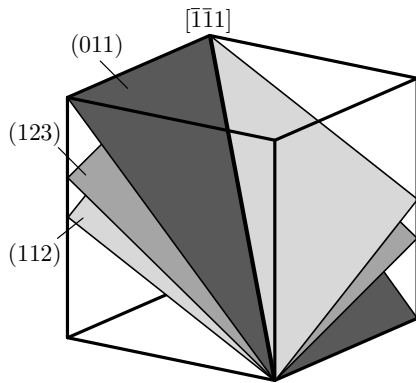
Zusammenfassend gilt, dass die Konturintegrale so zu wählen sind, dass die Prozesszone innerhalb der Kontur eingeschlossen ist, aber die Strukturgrenzen nicht erreicht werden. Bei einer feinen Netzstruktur sind gegenüber einer groben Ver-netzung die Konturintegrale für das gleiche Gebiet entsprechend anzupassen. Die Elementgröße selbst hat einen vernachlässigbaren Einfluss auf das Ergebnis. Jedoch sollte aufgrund der automatischen Integrationspfadfindung ein strukturiertes Netz mit regelmäßiger Elementgröße für Ligament und Anriss verwendet werden.

## 2.3 Verformungsverhalten von Wolfram

Die plastische Verformung in Kristallen wird hauptsächlich durch die Bewegung und die Erzeugung von Versetzungen getragen. Hierbei bewegen sich Versetzungen normal zur Versetzungslinie und Teile des Kristalls bewegen sich relativ zueinander. Man unterscheidet zwischen Stufen- und Schraubenversetzungen. Ein weiterer Verformungsmechanismus stellt neben der Versetzungsgleitung die Zwillingsbildung dar.

Gegenüber kubisch-flächenzentrierten (kfz) Metallen besitzen kubisch-raumzentrierte (krz) Metalle in ihrem Verformungsverhalten einige Besonderheiten. Mit Atomen auf den Würfecken und der Würfelmitte zeigt sich bei der krz-Struktur längs der Raumdiagonale mit zweifachem Atomradius die dichtest gepackte  $\langle 111 \rangle$ -Richtung, während kfz-Strukturen entlang der Flächendiagonale die dichtest gepackte Richtung aufzeigen. In der dichtest gepackten  $\langle 111 \rangle$ -Richtung gibt es im krz-Gitter mit den drei Gleitebenen  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  und  $\{123\}$  eine höhere An-

zahl aktivierbarer Gleitsysteme (Abb. 2.7). Die drei Gleitebenen schneiden sich in der  $\langle 111 \rangle$ -Richtung und bieten so für Schraubenversetzungen eine Vielzahl an Möglichkeiten zur Quergleitung [54]. Daher entstehen bei der Verformung von krz-Metallen wellenförmige Gleitlinien, die nicht eindeutig einer kristallographischen Ebene zugeordnet werden können [109]. Allgemein betrachtet ist die Aktivierung der Gleitebenen nach experimentellen Beobachtungen von Material, Temperatur und Fremdatomen bzw. Legierungsgrad abhängig [52].



**Abbildung 2.7:** Darstellung der kristallographischen Gleitebenen im krz-Gitter. Dabei schneiden 3  $\{110\}$ , 3  $\{112\}$  und 6  $\{123\}$ -Ebenen die selbe  $\langle 111 \rangle$ -Richtung.

### 2.3.1 Ableiten nach dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz

Aktivierung eines Gleitsystems, und somit Verformung, tritt nach Schmid [104] nur dann auf, wenn eine kritische Schubspannung  $\tau_c^\alpha$  auf einer Gleitebene des Gleitsystems  $\alpha$  in Gleitrichtung mit

$$\tau^\alpha = \sigma : P^\alpha = \tau_c^\alpha \quad (2.16)$$

erreicht wird. Die antreibende Kraft für Versetzungsbewegungen berechnet sich aus dem Spannungstensor  $\sigma$  und dem Schmid-Tensor

$$P^\alpha = \frac{1}{2} (s^\alpha \otimes m^\alpha + m^\alpha \otimes s^\alpha) \quad (2.17)$$

zu einer Spannungsprojektion.

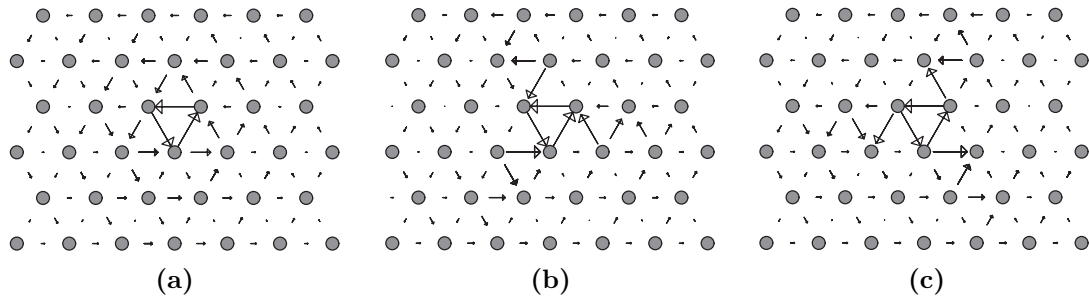
Nach dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz ist die Schubspannung, die auf der Gleitebene in Gleitrichtung (Richtung des Burgers-Vektors) wirkt, die Treibkraft für die Bewegung von Versetzungen. Mit diesem Gesetz lässt sich das plastische Verhalten von kfz-Materialien sehr gut beschreiben, was jedoch für krz-Metalle

nicht zutrifft. Hier zeigt sich einerseits ein anomales Gleiten mit Gleitaktivitäten auf spannungsmäßig ungünstigeren Ebenen mit geringerem Schmid-Faktor [108, 110] und andererseits kann eine relativ starke Abhängigkeit der kritischen Schubspannung von der Kristallorientierung und der Verformungsrichtung (Zug-Druckasymmetrie in Zwillingsrichtung) beobachtet werden [119]. Neben dieser Abweichung vom Schmid'schen Schubspannungsgesetz weisen krz-Metalle durch ihre starke Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit und die nicht eindeutig festgelegte Gleitebene [29] weitere Unterschiede zu kfz-Metallen auf.

### 2.3.2 Thermisch aktivierte Versetzungsbewegungen

Eine Versetzung bewegt sich unstetig, indem sie zwischen Hindernissen frei läuft und vor Hindernissen wartet, bis eine Bewegung bei vorhandener Schubspannung infolge steigender Temperatur möglich ist oder eine kritische Schubspannung erreicht wird. Um eine Versetzung durch das Kristallgitter bewegen zu können, muss die Peierls-Spannung (Peierlspotential) überwunden werden, um zunächst ein Teilstück der Versetzung auf eine neue Versetzungslinie zu bewegen. So entsteht ein sogenannter Peierlsberg mit zwei Kinken, die bei wirkender Schubspannung auseinandergetrieben werden, bis die gesamte Versetzungslinie um einen Burgers-Vektor gewandert ist. Die hierfür notwendige kritische Schubspannung reduziert sich aber um den Betrag der thermischen Aktivierungsenergie. So entspricht die kritische Schubspannung bei  $T = 0$  K der Peierlsspannung und nimmt mit zunehmender Temperatur ab, sodass Hindernisse wie die Peierls-Kraft selbst, Versetzungsschneidprozesse oder Fremdatome bei steigender Temperatur leichter überwunden werden können. Bei krz-Metallen und Kristallstrukturen geringer Symmetrie, bei denen die Peierlsspannung die kritische Schubspannung bestimmt, entsteht so eine starke Abhängigkeit von der Temperatur [41].

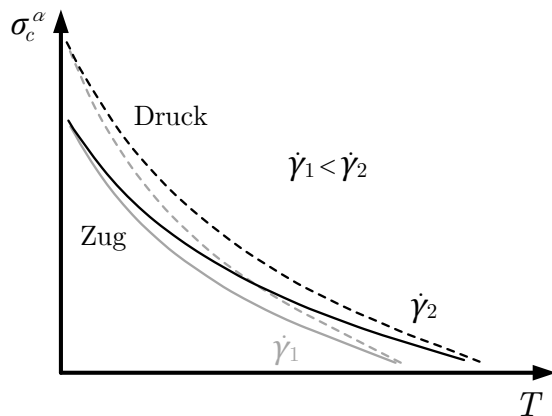
Bei tiefen Temperaturen wird das Verformungsverhalten von krz-Metallen von der thermisch aktivierten Bewegung von  $a/2\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzungen bestimmt. Atomistische Berechnungen zeigen, dass deren Versetzungskern in drei 110 Ebenen aufgespalten ist [117]. Diese nicht-planare Aufspaltung führt dazu, dass der Versetzungskern rekombinieren muss, damit sich die Versetzung bewegen kann. Je nach untersuchtem Material und Beschreibung der Wechselwirkung konnten zwei verschiedene Strukturen von Schraubenversetzungskernen beobachtet werden [74, 117].



**Abbildung 2.8:** Strukturen der nicht-planaren Aufspaltung des Versetzungskerns der  $a/2\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung mit einem degenerierten (polarisierenden) Kern in (a), sowie dessen symmetrische, energetisch äquivalente Konfiguration in (b) und einer nicht degenerierten Kernstruktur in (c). Die Atomanordnung ( $\bullet$ ) ist in der Projektionsebene senkrecht zur Richtung der Versetzungslinie dargestellt ( $[111]$ ). Die Versetzungskomponente der resultierenden  $[111]$ -Relativverschiebung ist mit Pfeilen zwischen den Atomen dargestellt, wobei die Pfeillänge proportional zu der Größe dieser Komponente ist und in Bezug auf die maximale Relativverschiebung normiert wurde [117].

Die erste Struktur zeigt Abb. 2.8 (a) mit einem so genannten degenerierten oder polarisierenden Kern, der nach einer Rotation von  $180^\circ$  um die  $[10\bar{1}]$ -Richtung mit der Konfiguration in Abb. 2.8 (b) energetisch äquivalent ist. Die zweite Struktur mit einem nicht-degenerierten Kern in Abb. 2.8 (c) weist eine solche Symmetrie nicht auf. Weiterhin konnte auch gezeigt werden, dass sich die beiden Kernstrukturen vor dem Erreichen der kritischen Schubspannung und vor der Versetzungsbewegung neu orientieren [117]. Die Umwandlung der nicht-planaren Aufspaltung hängt hierbei nicht nur von den Schubspannungen auf der Gleitebene in Gleitrichtung (der Schmid-Spannung) ab, sondern auch von anderen Spannungskomponenten (Nicht-Schmid-Spannungen), die die Mobilität des Versetzungskerns erheblich beeinflussen oder eine Zug-Druckasymmetrie der kritischen Schubspannung in Zwillingsrichtung hervorrufen (s. Abb. 2.9) [45, 118]. Dies ist auch der Grund dafür, dass das Schmid'sche Schubspannungsgesetz bei tiefen Temperaturen seine Gültigkeit für krz-Metalle verliert.

Weiterhin führt die nicht-planare Aufspaltung des Kerns der  $a/2\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzung zu einer hohen effektiven Gleitreibspannung, die bei den Versetzungsbewegungen auch als Peierlspotential verstanden werden kann. So lässt sich in Verbindung mit der Bildung von Kinkpaaren ein starke Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung erklären [54], da Hindernisse bei hohen Temperaturen und/oder geringen Dehnraten von Versetzungen leichter überwunden werden (s. Abb. 2.9).



**Abbildung 2.9:** Schematische Darstellung der Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung von kubisch-raumzentrierten Metallen mit dem mikrostrukturabhängigen thermischen Spannungsanteil  $\sigma_c$  (u.a. für Mo [44], W [24, 119]).

Eine kritische Temperatur für die Aktivierung von Gleitsystemen ist die sogenannte Krietemperatur  $T_K$ , welche in Bezug auf die Schmelztemperatur annähernd mit  $T_K = 0,2 \cdot T_m$  beschrieben werden kann [24, 108]. Folglich liegt für Wolfram die kritische Temperatur nach Gröger und Vitek [45] und Brunner und Glebovsky [25] mit 760 K und 775 K deutlich oberhalb der Raumtemperatur (RT). Unterhalb des Krietemperaturbereichs bestimmt die Schmid-Spannung das Verformungsverhalten und es werden bei RT hauptsächlich die zwölf Gleitsysteme der  $\{110\}$ -Ebene aktiviert. Neueste Erkenntnisse aus der Atomistik zeigen, dass bei RT primär nur die Gleitsysteme der  $\{110\}$ -Gleitebene aktiv sind [44]. Argon und Maloof [4] beobachten zudem bei einkristallinen Zugversuchen, dass die kritische Schubspannung der  $\{112\}$ -Systeme gegenüber  $\{110\}$  etwas höher ist und dadurch Systeme der  $\{110\}$ -Ebenen bevorzugt aktiviert werden. Zudem wird die  $\{112\}$ -Ebenen erst bei tiefen Temperaturen und hohen Verformungsgeschwindigkeiten beobachtet [54], wobei sich diese aus zwei  $\{110\}$ -Ebenen zusammensetzt [112]. Kristallographisches Gleiten der  $\{123\}$ -Ebene ist nicht zu erwarten, da diese nur in ultrahochreinen Kristallen ohne Fremdatome existent sind [108].

## 2.4 Bruchverhalten von Wolfram

Das Verformungs- und Bruchverhalten von Wolfram wurde in den letzten fünf Jahrzehnten in unterschiedlichen wissenschaftlichen Betrachtungen mit steigendem Interesse untersucht. In den 1960er Jahren wurde das Werkstoffverhalten von Wolfram intensiv in Zugversuchen untersucht und hinsichtlich des Verformungsverhaltens Abhängigkeiten der Kristallorientierung, der Dehnrates und der Temperatur beobachtet [3, 4, 18, 94]. Das Bruchverhalten, im eigentlichen Sinne, wurde erstmals von Hull et al. [55] an gekerbten Zugproben untersucht. Mit einem Anriss auf der  $\{100\}$ -Ebene konnten sie bei steigender Temperatur einen Anstieg der Bruchspannung, sowie eine langsamere Rissausbreitung mit duktilem Verformungsverhalten beobachtet werden. So wurde gezeigt, dass sich Wolfram bis zu einer bestimmten Temperaturgrenze spröde verhält. Diese Grenze wird mit der sogenannten Spröd-Duktil-Übergangstemperatur  $T_{DBT}$  beschrieben, wobei es sich dabei um einen Temperaturbereich handelt, der von mechanischen, chemischen und mikrostrukturellen Eigenschaften abhängig ist [66].

### 2.4.1 Makroskopische Untersuchungen

Auf der makroskopischen Ebene wurde der Risswiderstand in Wolfram-Einkristallen von Riedle und Gumbsch [48, 92] in Abhängigkeit der Kristallorientierung sowie der Einfluss der Temperatur und der Lastrate systematisch untersucht. Hierfür verwendeten sie Dreipunkt-Biegeproben mit einer Länge von 30 mm, einer Breite von 3 mm und einer Höhe von 6 mm.

Mit den Rissebenen vom Typ  $\{100\}$  und  $\{110\}$  sowie unterschiedlichen Rissfrontrichtungen untersuchten Riedle und Gumbsch mit  $\{100\}\langle 010\rangle$ ,  $\{100\}\langle 011\rangle$ ,  $\{110\}\langle 001\rangle$  und  $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$  vier niedrig indizierte Rissysteme. Höher indizierte Rissysteme mit Rissebenen vom Typ  $\{111\}$  und  $\{112\}$  zeigten ein sehr facetiertes Bruchbild, das deutlich von Strukturen anderer Rissysteme geprägt war und die gemessene Bruchzähigkeit daher nicht der Anfangsrisssebene zugeordnet werden konnte.

Mit den untersuchten Rissystemen konnte eine ausgeprägte Anisotropie der Bruchzähigkeit und des Spröd-Duktil-Übergangs beobachtet werden. Eine Auflistung der Bruchzähigkeitsmessungen und der gefundenen Spröd-Duktil-Übergangstemperaturen in Tab. 2.1 verdeutlicht den Einfluss der Kristallorientierung. Demnach ist das Niveau der Bruchzähigkeit auf der  $\{100\}$ -Ebene niedriger und



**Tabelle 2.1:** Spröd-Duktil-Übergangstemperatur und Bruchzähigkeit bei Raumtemperatur (RT) und tiefer Temperatur (77K) von Wolfram-Einkristallen für die  $\{100\}$ - und  $\{110\}$ -Rissebene mit unterschiedlichen Rissfrontorientierungen [48, 92].

Risssystem {Rissebene}<Rissfront>	$T_{\text{DBT}}$ [K]	$K^{\text{RT}}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]	$K^{77\text{K}}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]
$\{100\}$ <010>	470	$8,7 \pm 2,5$	$3,4 \pm 0,6$
$\{100\}$ <011>	370	$6,2 \pm 1,7$	$2,4 \pm 0,4$
$\{110\}$ <001>	430	$20,2 \pm 5,5$	$3,8 \pm 0,4$
$\{110\}$ < $\bar{1}\bar{1}0$ >	370	$12,9 \pm 2,1$	$2,8 \pm 0,2$

im Vergleich ermöglichen die  $\langle 011 \rangle$ -Fronten generell eine leichtere Ausbreitung des Risses. Zudem wird bei allen Risssystemen mit steigender Temperatur eine höhere Bruchzähigkeit beobachtet. Dies ist bei der  $\{110\}$ -Ebene besonders ausgeprägt. Für das  $\{110\}\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ -Risssystem wurde außerdem gezeigt, dass sich die Übergangstemperatur mit steigender Lastrate zu höheren Temperaturen verschiebt [48].

Diese Abhängigkeit bestätigen auch neuere Untersuchungen von Giannattasio und Roberts [38]. Mit  $2,7 \pm 0,2$  MPa m<sup>1/2</sup> bei 77 K erhielten Giannattasio und Roberts für das  $\{100\}\langle 010 \rangle$ -Risssystem zudem eine ähnliche Bruchzähigkeit wie Riedle.

Polykristalline Untersuchungen von Rupp und Weygand [97] und Gludovatz et al. [39] zeigen, dass die Bruchzähigkeit auch sehr stark von den Mikrostruktureigenschaften wie der Korngröße, der Kornform und der Textur abhängig ist. Mit der interkristallinen Rissausbreitung entlang der langgestreckten Korngrenzen und dem transkristallinen Spaltbruch senkrecht zur Walzrichtung wurden zwei Versagensmechanismen beobachtet, die das Versagen im spröden und semispröden Bereich dominieren und den Risspfad bestimmen. Im gesamten Temperaturbereich versagen die Proben jedoch primär interkristallin und erst ab 1070 K sind Anzeichen eines duktilen Bruches zu beobachten [97]. Bei Raumtemperatur, unterhalb des Spröd-Duktil-Übergangsbereichs bildeten sich lokal plastische Bereiche aus, während bei höheren Temperaturen stärker verformte Bereiche auch an benachbarten Körnern beobachtet wurden [39].

Eine ausführliche Beschreibung der experimentellen Beobachtungen in Zusammenhang mit theoretischen Grundlagen für sprödes und semisprödes Bruchverhalten sowie der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur gibt Gumbsch in [49]. Eine Übersicht der auftretenden Bruchmechanismen von rekristallisiertem Wolfram unter Zugbelastung in Abhängigkeit der Temperatur geben Gandhi und Ashby [37].

### 2.4.2 Mikroskopische Untersuchungen

In der Literatur finden sich relativ wenige Arbeiten, die sich mit der bruchmechanischen Charakterisierung von einkristallinem Wolfram auf der Mikro-Ebene beschäftigen. Im Zuge der Materialentwicklung für die Kernfusion hat sich das Interesse an diesem Werkstoff jedoch wesentlich erhöht.

Um den Einfluss der Mikrostruktur auf das Bruchverhalten zu untersuchen, werden Experimente auf der Mikro-Ebene häufig mit gekerbten Biegebalken außerhalb der Prüfnorm durchgeführt. Hierbei kann das Rissystem über die Kristallorientierung variiert und entsprechende Einflüsse auf die Bruchzähigkeit analysiert werden. Mit diesem Ansatz untersuchten Wurster et al. [122] das semispröde Bruchverhalten von Wolfram-Einkristallen auf der Mikro-Ebene. Im Durchschnitt hatten die Biegebalken eine Breite von  $5,5 \mu\text{m}$ , eine Höhe von  $4,2 \mu\text{m}$  und eine Risstiefe von  $1,5 \mu\text{m}$ . Die Balken wurden dabei mit Hilfe eines Mikro-Indenters und einer Hebellänge zur Kerbe von  $9,4 \mu\text{m}$  belastet, um den Einfluss der Bruchzähigkeit bei unterschiedlichen Kerbwinkelorientierungen zur Gleitebene zu untersuchen. Durch die Anwendung der  $J$ -Integralmethode und die Auswertung der Rissöffnungsverschiebung (CTOD) wurden Bruchzähigkeitskennwerte abgeleitet und das stabile Risswachstum über die Steifigkeitsänderung bestimmt. Die Ergebnisse zeigen, dass die Mikro-Proben ein duktileres Verhalten aufweisen und die elastisch-plastische Bruchzähigkeit die Werte von Riedle übertreffen. So ergeben sich für die Bruchzähigkeitsbestimmung nach den Konzepten der LEBM und der EPBM deutliche Unterschiede, wobei  $K_{Q \text{ LEBM}}$  für das  $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Rissystem tendenziell niedriger und  $K_{Q \text{ J}}$  aufgrund der Plastizität deutlich höher ist, als die gefundene makroskopische Bruchzähigkeit von Riedle.

Ein ähnlich plastisches Verhalten kann auch bei polykristallinem Wolfram auf der Mikro-Ebene beobachtet werden. So zeigt sich, dass gezogene Drähte oder dünne Folien auch bei Raumtemperatur duktil versagen [87, 99]. Biegeversuche an Wolframfolien von Reiser et al. [87] zeigen zudem eine starke Abhängigkeit der Verfestigung von der gewalzten Textur. Reiser schreibt das duktile Verhalten der hohen Anzahl an mobilen Stufenversetzungen, einer ultra-feinen Kornverteilung, welche zu einem Mehrfachgleiten an den Korngrenzen führen kann, sowie dem Folieneffekt, bei dem sich Versetzungen an der Oberfläche annihilieren, zu. Allerdings zeigte sich auch, dass das Vorhandensein von Versetzungsquellen bei vorverformtem Material einen großen Einfluss auf die Bruchzähigkeit und folglich

auf das Verformungsverhalten hat [48]. Um den Einfluss der Korngrenzen auf das Bruchverhalten besser verstehen zu können, untersuchte Schmitt [105] Wolfram-Bikristalle mit definierten Korngrenzen in der Rissebene von Mikro-Biegebalken. Neben Wolfram wurde mit der Biegebalken-Methode von Göken et al. [9, 57] weitere bruchmechanische Versuche an NiAl durchgeführt, um Größeneffekt sowie das plastische Verhalten an der Rissspitze zu untersuchen. Mit diesem Ansatz wird aktuell auch einkristallines Wolfram untersucht und erste Ergebnisse von Ast zeigen, dass die Probenabmessung das Bruchverhalten nicht entscheidend beeinflussen.

Jaya et al. [59] untersuchten die Einflüsse der Probengeometrie und die Abhängigkeiten der Mikrostruktur von komplexen PtNiAl-Verbindungen mit einem beidseitig eingespannten Biegebalken, während Armstrong et al. [5] das anisotrope Verhalten von Kupfer mittels einem keilförmigen Biegebalken charakterisierten. Müller et al. [75] beschreibt dagegen einen Biegebalken mit unterschiedlichen Chevron-Kerbformen und definiert einen hilfreichen Leitfaden für die Untersuchung von Mikro-Biegebalken. Diese und weitere Geometrie-Varianten verdeutlichen den aktuellen Trend eine geeignete werkstoffspezifische Methode zu finden, anhand der bruchmechanische Kennwerte auf der mikroskopischen Ebene bestimmt werden können.



## Kapitel 3

### Zusammenfassung der experimentellen Ergebnisse

Sämtliche Experimente, die der numerischen Untersuchung des Verformungs- und Bruchverhaltens von einkristallinem Wolfram als Grundlage dienen, wurden von Schmitt [105, 106] am Institut für Angewandte Materialien (IAM-WBM) des Karlsruher Institut für Technologie (KIT) durchgeführt.

Für die Untersuchung wurden Zugversuche an geraden Flachproben sowie Biegeversuche an gekerbten Biegebalken auf der Mikro-Skala durchgeführt. Eine Darstellung der Versuchsdurchführung und der Auswertungsmethode mit den experimentellen Ergebnissen der Versuche ist in [105] enthalten. Daher sollen hier lediglich einige Grundzüge der experimentellen Verfahren erläutert und die für die numerischen Untersuchungen verwendeten experimentellen Ergebnisse zusammenfassend aufgeführt und interpretiert werden.

Die Versuche an kleinen ungekerbten Flachzugproben dienten hierbei der Anpassung von Materialparametern der kristallplastischen Formulierung sowie der Bestimmung der Kohäsivspannung des verwendeten Kohäsivgesetzes. Bei den Versuchen an gekerbten Biegeproben konnte das erstellte Rechenmodell hinsichtlich der Rissfortschrittsbetrachtung und der Kraft-Verschiebungskurve in einem ersten Vergleich evaluiert werden.

#### 3.1 Materialauswahl

Für die mikrostrukturelle Untersuchung von Zug- und Biegeproben wurde einkristallines Wolfram in seiner gängigen und kommerziell erhältlichen Form ausgewählt. Bei den Zugversuchen handelt es sich um Rundstäbe ( $D = 9$  mm) mit unterschiedlichen Kristallorientierungen. Hierbei garantiert der Hersteller (Goodfellow GmbH [40]) für den gezüchteten Einkristall eine Reinheit von 99,999 % und eine Orientierungsabweichung von  $\pm 3$  % entlang der Längsachse. Aufgrund der Kristallzüch-

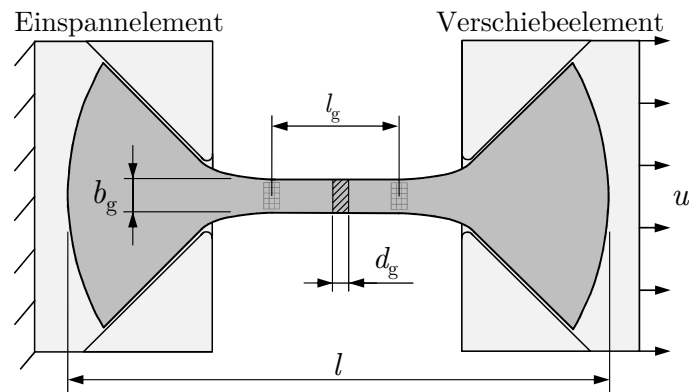
tung mittels Elektronenstrahlschmelz-Verfahren ist in den Einkristallen eine Versetzungsdichte von etwa  $10^6 \text{ cm}^{-2}$  zu erwarten [21]. Das Probenmaterial für die Biegeversuche stammt aus den bereits vorhandenen Einkristallen von Riedle [91].

## 3.2 Zugversuche an Wolfram-Einkristallen

Experimentelle Untersuchungen von einkristallinem Wolfram gehen in der Literatur auf die 1960er-Jahre zurück und zeigen bei makroskopischen Zugversuchen einen starken Einfluss der Kristallorientierung auf das Verformungsverhalten [4, 18, 94]. Die dort ermittelten technischen Spannungs-Dehnungs-Kurven erlauben aber nur eine Umrechnung in wahre Spannungs-Dehnungs-Kurven bis zur Gleichmaßdehnung. Um herauszufinden, ob Wolfram sich auf der Mikroskala ebenso plastisch anisotrop verhält wie auf der Makroskala, wurde am IAM-WBM des KIT ein Zugversuchsprogramm an Minizugproben konzipiert. Damit stehen auch zusätzliche Daten (z.B. Messlänge, Bruchfläche) zur Verfügung, die eine Bestimmung des wahren Spannungs-Dehnungsverlaufes über den Gleichmaßbereich hinaus erlauben. Diese werden nachfolgend zusammengefasst.

### 3.2.1 Probengeometrie und Herstellung

Für die Untersuchung wurde die von Kennerknecht [62] entwickelte Methode zur Prüfung kleiner Zugproben verwendet. Die Geometrie der Zugprobe mit einer Gesamtlänge von  $l = 4,15 \text{ mm}$  ist in Abb. 3.1 dargestellt und zeigt mit  $l_g$  einen 1 mm langen Flachzugstab mit angesetzten, schwalbenschwanzförmigen Klemmbacken. Um eine Spannungsüberhöhung zwischen Messstrecke und Spannbacken zu verhindern, wird der Querschnittsübergang nach der Zugdreieckmethode von Mattheck [72] ausgelegt. Konventionelle Zugproben nach der Norm (DIN 50125) können aufgrund der kleinen Geometrieverhältnisse nicht verwendet werden. Die Dicke  $d_g$  mit 0,12 mm und die Breite  $b_g$  mit 0,25 mm wurden jedoch so gewählt, dass die Proportionalität zu den Normproben gegeben ist.



**Abbildung 3.1:** Verwendete Mikro-Zugprobe mit Einspann- und Verschiebeelement, Methode nach Kennerknecht [62].

Die Herstellung der Flachzugproben erfolgt dabei in 6 Schritten:

1. Bestimmen der Kristallorientierung mittels Elektronenrückstreuung (EBSD).
2. Herstellen der Probengrundgeometrie aus dem Einkristall mittels Mikro-Funkenerosion ( $\mu$ -EDM).
3. Elektropolieren der Grundgeometrie auf Probenbreite  $b_g$  und Entfernen der rauen Oberfläche des  $\mu$ -EDM-Verfahrens.
4. Sägen der einzelnen Proben aus dem Einkristallblock mit der Diamantdrahtsäge auf die Dicke  $d_g$ .
5. Beseitigen von Oberflächenrauheiten im Messbereich und Herstellen der Probenendgeometrie mit Diamant-Läppfolien und dem Tripod-Poliervverfahren.
6. Präparieren der Oberfläche mit Graphitpartikeln für eine bessere Auswertung mittels Bildkorrelation.

Durch das Drahterodieren und Elektropolieren kann es herstellungsbedingt zu Abweichungen der einzelnen Probengeometrien kommen, die in der Auswertung und dem Rechenmodell individuell zu berücksichtigen sind. Die Messstrecke wird dabei mit  $l_g = 5,65\sqrt{A_g}$  gewählt und deren Veränderung während der verschiebungsgesteuerten Versuche mit einem Lichtmikroskop mit Bildsequenzen erfasst. In einer Nachbearbeitung (Postprocessing) wird die Dehnung über die Längenänderung  $\Delta l_g$  nach dem Bildkorrelationsverfahren von Eberl [32] ausgewertet. Eine Auflistung der einzelnen Geometrien befindet sich in Tab. A.2 im Anhang.

### 3.2.2 Ergebnisse

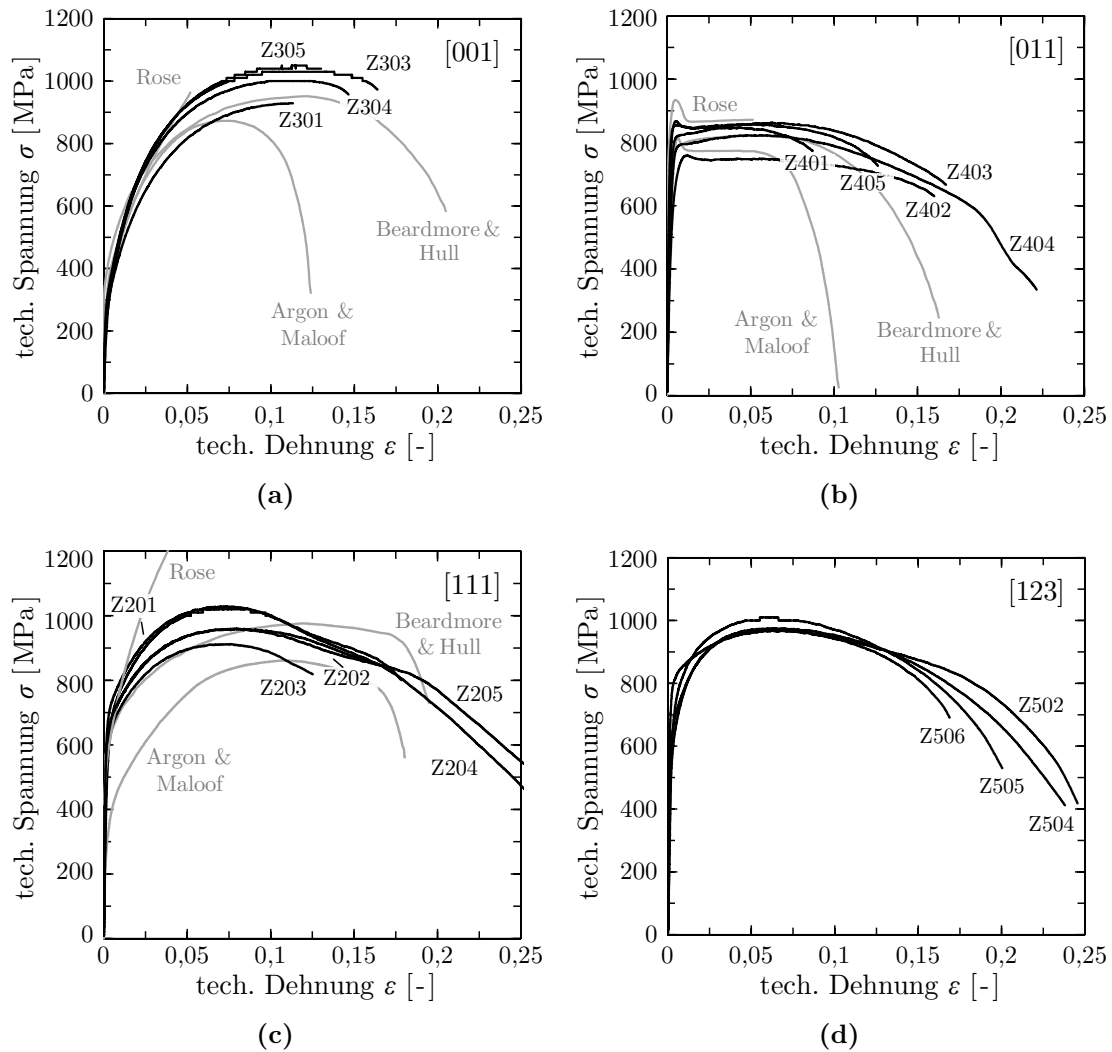
Die technischen Spannungs-Dehnungs-Kurven von einkristallinem Wolfram mit unterschiedlichen Kristallorientierungen sind zusammenfassend in Abb. 3.2 dargestellt. Die Kurven zeigen ein duktils Verformungsverhalten mit einem deutlichen Einfluss der Kristallorientierung.

Die Kristallorientierung [001] hat die niedrigste Streckgrenze und zeigt mit der anschließenden Verfestigung gegenüber der [011]-Orientierung eine höhere Zugfestigkeit. Die [011]-Kristallorientierung hat dagegen die höchste Streckgrenze und weist als Folge der geringen Verfestigung die niedrigste Zugfestigkeit aller getesteten Orientierungen auf. Mit hoher Streckgrenze und starker Verfestigung beschreibt die [111] Orientierung ein annähernd gleiches Verformungsverhalten wie die [123] Kristallorientierung.

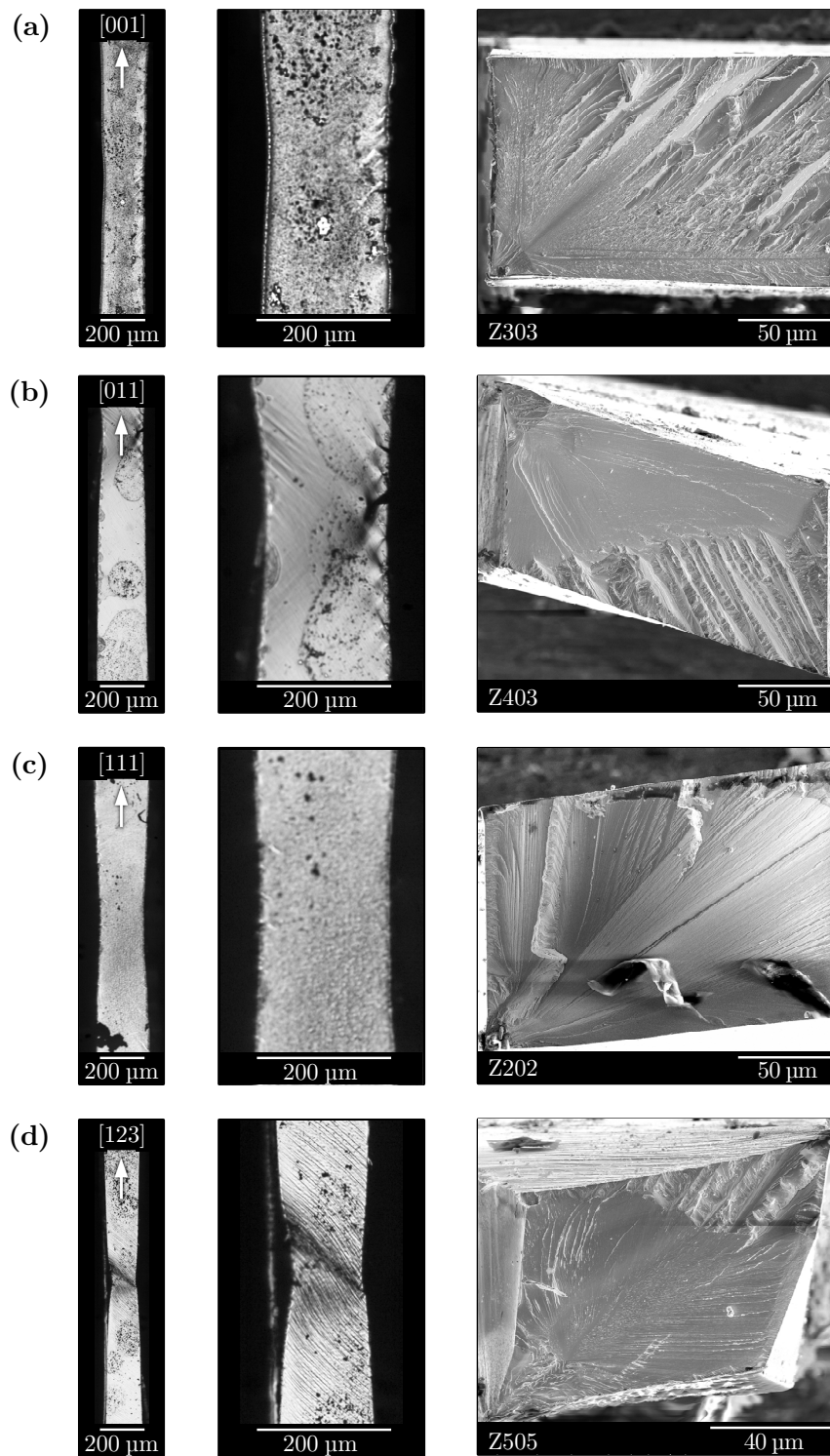
Die makroskopischen Untersuchungen von Argon und Maloof [4], Beardmore und Hull [18] und Rose et al. [94] zeigen bei derselben Dehnrates ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) ein ähnliches Verformungsverhalten wie die Mikroproben. Somit ist auf der untersuchten Längenskala kein Größeneffekt zu beobachten. Dass das Verformungsverhalten von einkristallinem Wolfram sehr speziell ist, zeigt die [011]-Orientierung mit einem Fließphänomen mit hoher Fließgrenze und gleichzeitig geringer Verfestigung. Neben Wolfram zeigt beispielsweise das ebenfalls kubisch-raumzentrierte Tantal mit einem Drei-Bereichs-Fließen ein ähnliches Verhalten [73].

Für ausgewählte Zugproben zeigt Abb. 3.3 das charakteristische Deformationsverhalten der untersuchten Kristallorientierungen. Dargestellt sind die Flachzugproben jeweils kurz vor dem Versagen mit vergrößerter Einschnürzone sowie deren Bruchfläche in der Draufsicht mit Aufnahmen aus dem Rasterelektronenmikroskop (REM). Mit der Vermessung der Probenbreite und der entsprechenden Skalierung der Probendicke kann die wahre Normalspannung in erster Näherung bestimmt werden. In einer weiteren Analyse der Bruchfläche kann zwischen stabilem und instabilem Risswachstum unterschieden werden, um schließlich mit der gefundenen Gewaltbruchfläche die zum Bruch führende tatsächliche Normalspannung zu bestimmen. Eine solche Analyse wurde in Abschnitt 4.2.3 zur Bestimmung der Kohäsivspannung und in Abschnitt 5.5 zur Untersuchung des Deformationsverhaltens von einkristallinem Wolfram durchgeführt.





**Abbildung 3.2:** Technische Spannung über die technische Längsdehnung von einkristallinem Wolfram mit unterschiedlicher Kristallorientierung nach Schmitt [105]; (a) [001], (b) [011], (c) [111] und (d) [123]. Experimentelle Ergebnissen aus Zugversuchen nach Argon und Maloof [4], Beardmore und Hull [18] und Rose et al. [94].



**Abbildung 3.3:** Deformationsverhalten von einkristallinem Wolfram bei Zugversuchen mit unterschiedlicher Kristallorientierung; (a) [001], (b) [011], (c) [111] und (d) [123]. Dargestellt ist die Probenoberfläche mit vergrößerter Einschnürzone kurz vor dem Versagen mit der charakteristischen Bruchfläche der untersuchten Kristallorientierungen von Schmitt [105].

### 3.3 Biegeversuche an Wolfram Mikro-Biegebalken

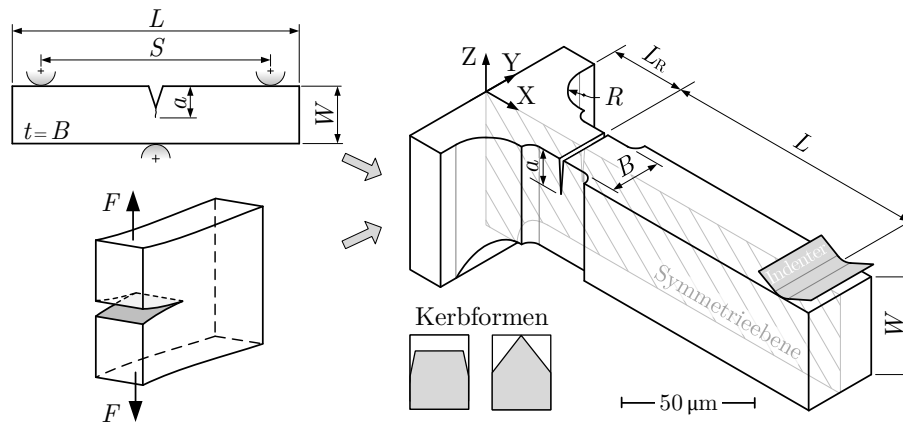
Zur Untersuchung des Bruchverhaltens von einkristallinem Wolfram wurden experimentelle Biegeversuche auf der mikroskopischen Ebene durchgeführt. Der Schwerpunkt lag dabei auf der Beobachtung der Rissbildung und des Risswachstums sowie der Bestimmung der Bruchzähigkeit bei bekannter Kristallorientierung. Wie in Abschnitt 2.4 dargestellt, zeigten frühere Untersuchungen von einkristallinem und polykristallinem Wolfram einen starken Einfluss der Kristallorientierung, bzw. der Textur auf die Bruchzähigkeit sowohl auf der makroskopischen [39, 92, 97] als auch auf der mikroskopischen Ebene [122].

#### 3.3.1 Probengeometrie der Mikrobalken

Für die Bestimmung der Bruchzähigkeit werden in der Bruchmechanik überwiegend genormte Probeformen verwendet. Unter Betrachtung des kritischen Falls, dem ebenen Verzerrungszustand unter Modus I, kann die Bruchzähigkeit  $K_I$  beim Einsetzen der Rissverlängerung bestimmt werden. Somit dienen die Normprobe und der Rissöffnungsmodus I als Grundlage für die hier verwendete Biegebalkengeometrie auf der mikroskopischen Ebene.

Um eine effiziente und schnelle Fertigung der Mikrobiegebalken zu gewährleisten, wird eine Probengeometrie entwickelt, die den Fertigungsaufwand möglichst minimal hält (siehe Abb. 3.4). Neben der fertigungstechnischen Optimierung werden bei der Entwicklung der Probengeometrie auch die Vorgaben der Norm ASTM E399 [12] zur Bruchzähigkeitsmessung berücksichtigt, wobei diese für die verwendete Probengröße eigentlich nicht mehr gültig ist. Um dennoch den Zusammenhang zwischen Makro- und Mikro-Geometrie zu gewährleisten, werden die Größenverhältnisse von Normproben skaliert. Jedoch können Größeneffekte entstehen, die beispielsweise auf geänderte Größenverhältnissen der plastischen Zone vor der Risspitze oder dem geänderten Verhältnis der Oberfläche zum Volumen zurückzuführen sind. Ohne weiteren Untersuchungen können daher bekannte makroskopische Werkstoffkennwerte nicht direkt in die Mikroebene und umgekehrt übertragen werden.

Um mechanische Eigenschaften und Einflüsse eines Kristallkornes auf der Mikro-Skala abbilden zu können, wird in dieser Arbeit die Probengröße entsprechend der Größenordnung eines Kornes gewählt. Bei den Untersuchungen von Ried-

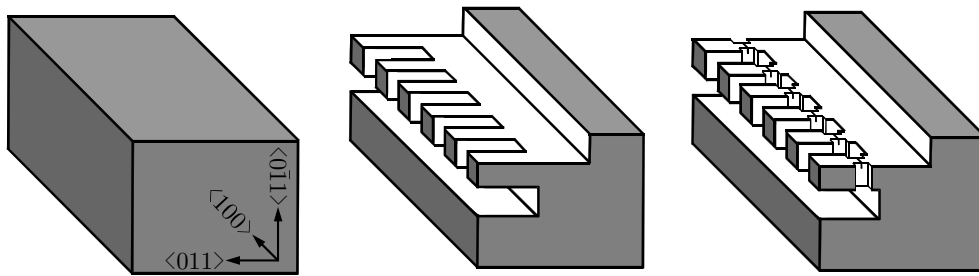


**Abbildung 3.4:** Entwickelte Probengeometrie in Anlehnung an die Dreipunkt-Biegeprobe nach ASTM E399 [12] und der CT Probe mit Modus I-Belastung.

le beschreibt Margevicius et al. in [71] eine typische Verteilung der Korngröße von  $4,5 \mu\text{m}$  bis  $53 \mu\text{m}$  mit einem Mittelwert von  $37 \mu\text{m}$  für gehämmerte, extrudierte oder gewalzte Rundstäbe im nicht-rekristallisierten Zustand. Das mittlere Aspektverhältnis zwischen Längs- und Querschnitt beträgt dabei 3,8:1. Entsprechend der gemittelten Korngröße wird mit  $L = 110 \mu\text{m}$ ,  $B = 22 \mu\text{m}$ ,  $W = 40 \mu\text{m}$  und  $a = 10 \mu\text{m}$  eine Referenzgeometrie für die Mikro-Biegebalken definiert, welche mit zwei unterschiedlichen Kerbformen untersucht wurde. Weiterhin wurde der Einfluss der Spitzengeometrie untersucht, da üblicherweise mit einer sogenannten Berkovich-Spitze ein Indenter mit einer 3-seitige Pyramide verwendet wird, anhand dem bei Belastung eine Punktlast und folglich eine Relativverschiebung resultiert. Hierbei dient das Rissystem  $\{011\}\{0\bar{1}1\}$  als Referenzkristallorientierung KO1 und wird auch in den nachfolgenden Kapiteln, sofern nicht anders beschrieben, für die Untersuchungen verwendet.

### 3.3.2 Probenherstellung

Für die Fertigung der Proben wurde in [105] ein kombiniertes Herstellungsverfahren aus  $\mu$ -EDM und fokussiertem Ionenstrahl (engl. Focused Ion Beam, FIB) angewandt. Das  $\mu$ -EDM-Verfahren zur Herstellung der Probengrundgeometrie wurde dabei von C. Ruhs und B. Matuschka am wbk Institut für Produktionstechnik durchgeführt. Der gesamte Herstellprozess ist in Abb. 3.5 skizziert und erfolgt in 3 Schritten.



**Abbildung 3.5:** Herstellungsschritte der Biegebalken mittels EBSD,  $\mu$ -EDM und FIB.

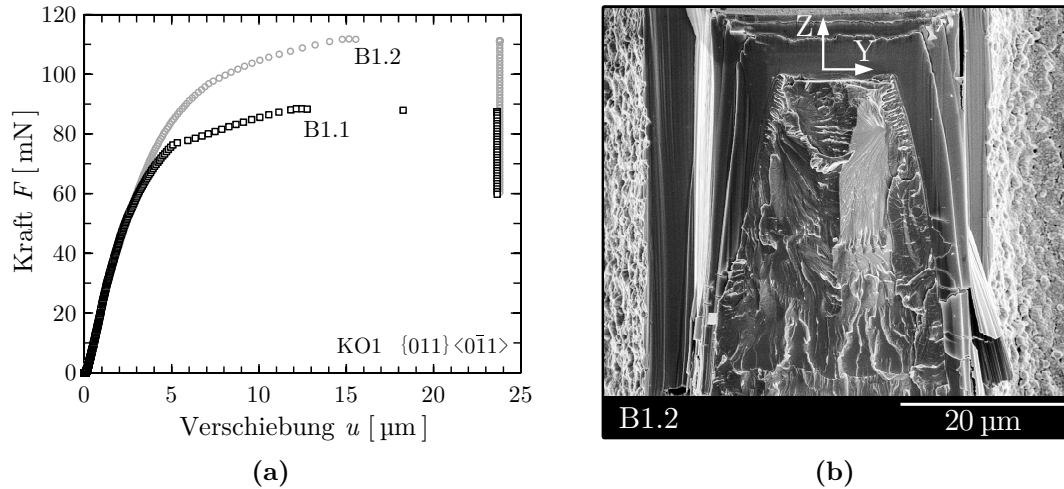
Bei der Probenherstellung wird das Gefüge der Mikrobalken durch den Wärmeeintrag der Funkenerosion stark verändert, sodass die Flächen, an denen die Rissinitiierung und das Risswachstum stattfinden, mittels FIB nachbearbeitet und ferner eine Kerbe eingebracht wurde. Wie auch bei den Zugversuchen kann es durch den Herstellprozess zu Abweichungen der Geometrien von Probe zu Probe kommen, die anschließend auch in der numerischen Simulation zu berücksichtigen sind.

Zu Beginn wurde neben dieser Präparationsmethode ein geeigneter Versuchsaufbau für den Nanoindenter konzipiert und realisiert. Die Berkovich-Spitze, bzw. die Keil-Spitze des Nanoindenters wurde dabei genutzt, um das freie Ende des Mikrobalkens verschiebungsgesteuert (20 bis 50 nm/s) zu belasten und dabei eine Kraft-Verschiebungskurve aufzuzeichnen. Mit diesem Versuchsaufbau wurden die folgenden Mikrobruchttests an Wolframeinkristallen mit einem  $\{011\}\langle 0\bar{1}1 \rangle$ -Rissystem durchgeführt [105, 106].

### 3.3.3 Ergebnisse der Mikro-Biegebalken mit gerader Kerbe

Erste Versuche wurden an Biegebalken mit gerader Kerbe und einem  $\{011\}\langle 0\bar{1}1 \rangle$ -Rissystem durchgeführt. Als Belastung wurden hierfür Indenterverschiebungen von 12  $\mu\text{m}$  und 15  $\mu\text{m}$  mit einem Hebelarm zur Kerbe von 120  $\mu\text{m}$  vorgegeben.

Mit dem Erreichen der maximalen Indenterverschiebung erfolgt ein Haltesegment und die Maximalkraft wird konstant gehalten. Die in Abb. 3.6 (a) dargestellten Kraft-Verschiebungskurven zeigen hierbei einen deutlichen Übergang in den plastischen Bereich ohne Kraftabfall. Auffallend ist jedoch, dass die Verschiebung während des Haltesegementes weiterhin stark ansteigt. Dies deutet auf ein stabiles Risswachstum in Korrelation mit einem steigenden Spannungsintensitätsfaktor bei konstanter Kraft hin. Die Kurven der zwei Biegebalken zeigen eher ein dukti-



**Abbildung 3.6:** (a) Kraft-Verschiebungskurve der beiden Biegebalken B1.1 und B1.2. (b) Bruchfläche von B1.2 mit stabiler Rissausbreitung im Haltesegment (15  $\mu\text{m}$ ) [105].

les Verhalten, wohingegen die Bruchflächen neben plastischen Verformungen am Probenrand mit sogenannten River-Lines auch mit Spaltfacetten typische Merkmale eines Sprödbruches in der Probenmitte aufzeigen. Abb. 3.6 (b) zeigt den gebrochenen Biegebalken B1.2 mit dessen Bruchflächen.

Für eine erste Näherung wurde die Spannungsintensität  $K_{IQ}$  mit der minimal und maximal bestimmbaren Risslänge ermittelt. Hierbei ergibt sich mit  $5,9 \text{ MPa m}^{1/2}$  und  $35 \text{ MPa m}^{1/2}$  eine untere und obere Grenze, die im Vergleich zu der Bruchzähigkeit von Riedle et al. [92] mit  $12,9 \pm 2,1 \text{ MPa m}^{1/2}$  eine deutlich größere Abweichung aufweist. Die Ergebnisse verdeutlichen, dass weitere Verbesserungen der Versuchsdurchführung, der Auswertungsmethode und der Kerbgeometrie erforderlich sind, um den Anfang der Rissinitiierung und die folgende Rissausbreitung besser charakterisieren zu können. Diese werden im nachfolgenden Abschnitt vorgestellt.

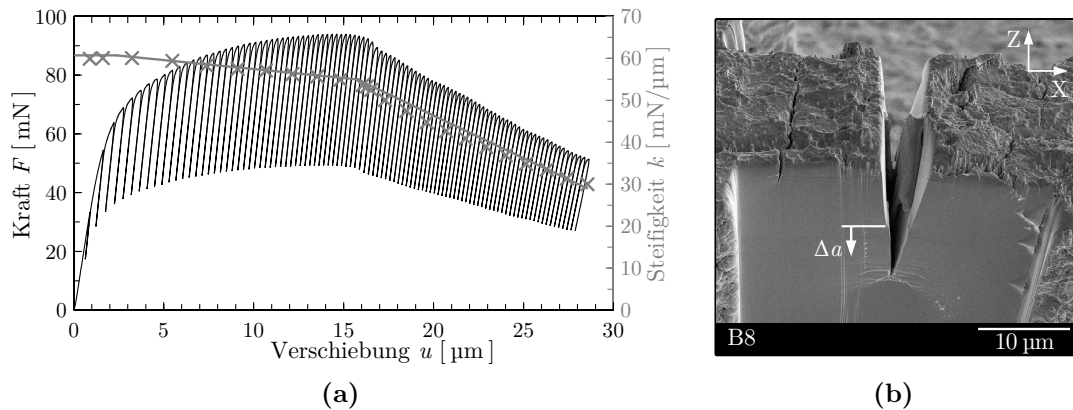
### 3.3.4 Ergebnisse der Mikro-Biegebalken mit Chevron-Kerbe

Kerben mit gerader Rissfront bevorzugte auch Wurster et al. [122] bei ähnlicher Probengeometrie. Die Anfangsrisslänge lässt sich dabei in Bezug auf die Probenhöhe sehr genau bestimmen. Da jedoch in den Versuchen mit der Rissbildung keine Kraftreduzierung beobachtet wird, kann die fortschreitende Risslänge auf der Kraft-Verschiebungskurve nicht eindeutig zugeordnet werden (vgl. Abschnitt 3.3.3). Dies erschwert eine genaue Berechnung der Bruchzähigkeit und zeigt Schmitt mit einer großen Abweichung der bestimmbaren Spannungsintensitäten in [106].

Weiterhin zeigte sich in den Versuchen, dass der Bruchprozess mit gerader Kerbfront bei zunehmender Verschiebung schwer zu steuern ist. Aus diesem Grund wurde mit einer keilförmigen Chevron-Kerbe eine Art Starter-Kerbe verwendet. Die Chevron-Kerbe führt hierbei mit einem steigenden Risswiderstand bei wachsendem Riss zu einer bevorzugt stabilen Rissausbreitung, die sich über Entlastungsschritte kontrollieren lässt. Zudem ändert sich mit wachsendem Riss auch die Steifigkeit des Biegebalkens, sodass mit Hilfe der Entlastungssequenzen und der Compliance-Methode die aktuelle Risslänge über die Steifigkeitsänderung extrapoliert werden kann. Zur Bestimmung der Risslänge dienen hier auch die später gezeigten numerischen Untersuchungen (vgl. Abschnitt 5.2).

Die ersten Versuche mit dem Ansatz von keilförmigen Kerbformen gehen auf die Untersuchungen von Nakayama [79] in den siebziger Jahren zurück. Darauf aufbauend entwickelte Baker [16] eine Kerbform für runde und rechteckige Probengeometrien und lieferte so die Grundlage für die heutige Standardtestmethode ASTM E1304 [10]. Ein Nachteil der Chevron-gekerbten Proben ist, dass die Anfangsrisslänge  $a$  nicht mehr eindeutig definiert ist. Dennoch wird die Chevron-Kerbe zunehmend für die Bestimmung der Bruchzähigkeit von kleinen Proben verwendet und eignet sich somit auch für die Untersuchung von einkristallinem Wolfram in Mikro-Biegebalken.

Abb. 3.7 zeigt das Versuchsergebnis eines Chevron-gekerbten Mikro-Biegebalkens mit einem  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Risssystem, welcher während der Belastung häufig entlastet wurde. Gegenüber Balken mit gerader Kerbe zeigt die Hüllkurve bis zum Kraftabfall ein ähnliches Verhalten (vgl. Abb. 3.6 (a)). Wie auch bei der geraden Kerbe zeigt sich hier mit dem Verformungsverhalten ein elastisch-plastischer Übergang. Jedoch ist ein deutliches Maximum in der Kraft zu erkennen, das gleichzeitig



**Abbildung 3.7:** (a) Kraft-Verschiebungskurve mit Be- und Entlastungszyklen und ermittelter Steifigkeit als Funktion der Indenterverschiebung. Der Mikro-Biegebalken mit Chevron-Kerbe von Schmitt [105] hatte hierbei folgende Geometrie:  $L = 110 \mu\text{m}$ ,  $W = 44 \mu\text{m}$ ,  $B = 22 \mu\text{m}$  und  $a/W = 0,2$ . (b) Darstellung des Biegebalkens bei Versuchsende mit sichtbarem Rissfortschritt an der Probenoberfläche mit  $\Delta a$ .

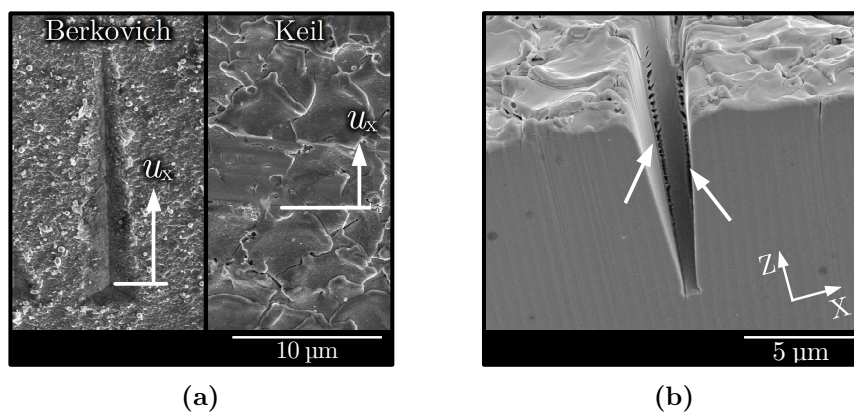
zu einem Abfall der Steifigkeit führt. Neben der Kraft-Verschiebungskurve ist in Abb. 3.7 (a) auch die Steifigkeit als Funktion der Indenterverschiebung dargestellt. Hierbei kann die Steifigkeit entsprechend ihrer Steigungsänderung in drei Bereiche eingeteilt werden, dem elastischen Bereich, dem Rissentstehungsbereich und dem Risswachstumsbereich. Detailansichten des belasteten Biegebalkens sind in Abb. 3.7 (b) dargestellt. Mit einem Versuchsende bei einer Indenterverschiebung von  $29 \mu\text{m}$  wurde hier bei dieser untersuchten Kristallorientierung stabiles Risswachstum beobachtet.



### 3.3.5 Eigenschaften und Merkmale der Versuchsmethode

In den Untersuchungen wurde ein Nanoindenter mit einer Berkovich-Spitze verwendet (vgl. Abschnitt 3.3.3). Mit zunehmender Belastung und steigender Balkenbiegung rutscht jedoch der Indenter trotz kleinem Spitzenradius auf der Oberfläche ab und hinterlässt in Richtung der Balkenschulter eine Spur. Diese zeigt Abb. 3.8 (a). Aufgrund der Relativverschiebung  $u_x$  entsteht neben der Normalkraft auch eine resultierende Lateralkraft, welche die Spannungsverteilung in der Prozesszone beeinflussen kann. Eine numerische Untersuchung hierzu erfolgt in Abschnitt 5.1. In den weiteren Untersuchungen wurde daher der Berkovich-Indenter mit einem sogenannten Keil-Indenter ersetzt, der die Belastung nicht punkt-, sondern linienförmig über die gesamte Balkenbreite aufbringt. Die Spitze dringt hierbei deutlich weniger in die Oberfläche ein und verhindert so eine unerwünschte Mixed-Mode-Beanspruchung.

Erwähnenswert ist auch die beobachtete Rissinitiierung an der Chevron-Kerbe in Abb. 3.8 (b). Hier zeigt sich, dass der Riss nicht an der Kerbspitze mit maximaler Biegespannung  $\sigma_{xx}$ , sondern zwischen der Probenmitte und dem Probenrand entlang der keilförmigen Kerbfront entsteht. Dies konnte bei mehreren Biegebalken mit Chevron-Kerbe beobachtet und in Rissfortschrittssimulationen bestätigt werden (vgl. Abschnitt 5.3.4).



**Abbildung 3.8:** (a) Resultierende Spur aufgrund der Relativbewegung  $u_x$  zwischen Indenter und Biegebalken. (b) Rissinitiierung entlang der Chevron-Kerbfront zwischen der Probenmitte und dem Probenrand. [105]



## Kapitel 4

### Numerische Vorgehensweise

Basierend auf den Grundlagen der Kristallplastizität in Kombination mit einer Kohäsivzone entlang der Rissebene entstehen die sogenannten Rissfortschrittsmodelle. Anhand dieser können bruchmechanische Kennwerte für unterschiedlich orientierte Wolframeinkristalle bei verschiedenen Probengeometrien ermittelt werden. Die für ein solches Modell in Frage kommende Herangehensweise wird im folgenden Abschnitt dargestellt.

Im ersten Bereich wird auf die im FE-Modell implementierte Kristallplastizität und die Kohäsivzone eingegangen, während im zweiten Abschnitt die verwendeten Probengeometrien und deren Randbedingungen in der Finite Elemente Modellierung vorgestellt werden. Im letzten Teil werden die Möglichkeiten der numerischen Berechnung von bruchmechanischen Kennwerten beschrieben.

#### 4.1 Kristallplastizität als Materialmodell

In diesem Abschnitt wird die Theorie der Kristallplastizität (KP) zusammenfassend vorgestellt, welche in dieser Arbeit für die FE-Simulationen verwendet wird. Darüber hinaus werden die erforderlichen Materialparameter für die Finite Elemente Modellierung mittels Literaturdaten und experimentellen Versuchen bestimmt. Ein ausführlicher Überblick der kristallplastischen Anwendung in der FE-Methode ist unter anderen in dem Artikel von Roters et al. [96] zu finden.

Die klassische Kristalltheorie von Rice [89], Hill und Rice [50] sowie Asaro und Rice [8] basiert auf der kinematischen Theorie von Kristallmechanismen nach dem Veretzungsmodell von Taylor [114]. Taylor hat 1938 eine isotrope Verfestigung (*iso-strain*) der Gleitsysteme vorgeschlagen, welche jedoch ein latentes Verfestigungsverhalten, wie es experimentell zu beobachten ist, nicht abbilden kann (Taylor-Problem) [120]. Dagegen verfolgt Sachs (1928) [98] den Ansatz einer konstanten

Schubspannungsverteilung (*iso-stress*), bei dem nur ein Gleitsystem (Einfachgleiten) aktiviert wird. Jedoch führt die Verletzung der Kristallkompatibilität sowie die ungenügend prognostizierten Texturen eines Polykristalles dazu, dass sich dieses Modell nicht durchsetzen konnte [76].

Erstmals wurde die Kristallplastizität (KP) mittels der FEM von Peirce et al. (1982) [85, 86] für einen dehnratenunabhängigen Fall von Einkristallen im Zugversuch implementiert. Asaro und Needleman (1985) [7] erweiterten dieses Modell bei ihren Untersuchungen von einphasigen kubisch-flächenzentrierten Polykristallen mit der Dehnratenabhängigkeit. Die Grundlagen hierfür lieferte ebenfalls der isotrope Verfestigungsansatz von Taylor.

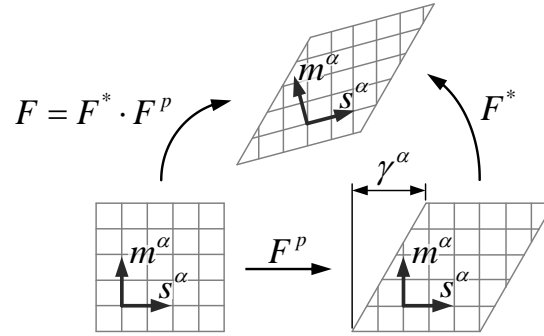
#### 4.1.1 Formulierung

Die Kristallplastizität beschreibt den plastischen Verformungsprozess basierend auf der Annahme, dass die Verformung aus der Versetzungssumme aller aktiven Gleitsysteme resultiert. Hierbei kann das kristallographische Abgleiten in krz-Metallen auf drei möglichen Gleitfamilien mit mehreren Gleitsystemen erfolgen, die jeweils über die Gleitebene und Gleitrichtung beschrieben werden (vgl. Abschnitt 2.3). Das in dieser Arbeit verwendete kinematische Kristallplastizitätsmodell geht im Wesentlichen auf die grundlegenden Arbeiten von Peirce et al. [85, 86] sowie Asaro und Rice [8] zurück. Eine ausführliche Beschreibung der mikromechanischen Ansätze von Einkristallen sowie Polykristallen ist in der Arbeit von Asaro [6] zu finden. Die wichtigsten Beschreibungen und Formulierungen dienen nachfolgend einem kurzen Überblick.

In der finiten geometrisch-nichtlinearen Plastizität wird im allgemeinen die multiplikative Zerlegung des Deformationsgradienten in einen elastischen und inelastischen Anteil nach Lee [67] mit

$$F = F^* \cdot F^p \quad (4.1)$$

beschrieben. Die elastische Deformation  $F^*$  bewirkt eine Streckung und Rotation des Kristallgitters, während der plastische Deformationsgradient  $F^p$  die inkompressible plastische Verformung des Materials infolge aktiver Gleitprozesse charakterisiert. Abb. 4.1 veranschaulicht den kinematischen Zusammenhang einer elastisch-plastischen Verformung. Das elastische Materialverhalten, die Orientie-



**Abbildung 4.1:** Multiplikative Zerlegung des Deformationsgradienten  $F$  bei finiten Verzerrungen

Die zeitliche Änderung des plastischen Verformungsgradienten  $F^p$  sowie die Lage der Gleitsysteme des Kristalls werden von den inelastischen Gleitvorgängen  $F^p$  entsprechend der Konvention nicht beeinflusst.

Die zeitliche Änderung des plastischen Verformungsgradienten ist gegeben durch das Fließgesetz

$$\dot{F}^p = L^p \cdot F^p \quad (4.2)$$

und für den kinematischen Fall, dass neben den Versetzungsbewegungen keine weitere Verformungsprozesse auftreten, ergibt sich die plastische Fließrate  $L^p$  nach Rice [89] zu

$$L^p = \sum_{\alpha} \dot{\gamma}^{\alpha} s^{\alpha} m^{\alpha} \quad (4.3)$$

mit der Scherrate  $\dot{\gamma}$  des Gleitsystems  $\alpha$ . Die Einheitsvektoren  $s$  und  $m$  beschreiben dabei die Gleitrichtung und die Gleitebenennormale des Gleitsystems  $\alpha$ . Die Verformung berechnet sich hierbei kumulativ aus der Summe aller aktiven Gleitsysteme. Basierend auf der Grundlage des Schmid'schen Schubspannungsgesetzes nach Gl. 2.16 mit der Schmidspannung  $\tau^{\alpha}$  und mit der kritischen Schmid-Spannung  $\tau_c^{\alpha}$  wird folgende ratenabhängige Formulierung als Fließgesetz gewählt:

$$\dot{\gamma}^{\alpha} = \dot{\gamma}_0^{\alpha} \operatorname{sgn}(\tau^{\alpha}) \left| \frac{\tau^{\alpha}}{\tau_c^{\alpha}} \right|^n, \quad (4.4)$$

das mit der Scherrate  $\dot{\gamma}^{\alpha}$  in Abhängigkeit zu einem Schubspannungsverhältnis definiert ist. Die Materialparameter  $\dot{\gamma}_0^{\alpha}$  und  $n$  beschreiben dabei die Referenz-

scherrate und die Dehnratensensitivität, mit der die Geschwindigkeitsabhängigkeit eingeführt wird. Für  $n = 1$  liegt ein viskoses Materialverhalten vor, im Grenzfall  $n \rightarrow \infty$  entsteht eine Ratenunabhängigkeit. Aktive Gleitsysteme können nach Gl. 4.3 und 4.4 somit eindeutig bestimmt werden.

Das Verfestigungsverhalten nach der Evolutionsgleichung

$$\dot{\tau}_c^\alpha = \sum_{\beta} h_{\alpha\beta} \dot{\gamma}^\beta \quad (4.5)$$

ermöglicht nach der Anfangsfestigkeit der Gleitsysteme eine Verfestigung mit dem Verfestigungsmodul  $h_{\alpha\beta}$ . Zwischen den Gleitsystemen wird mit  $\alpha = \beta$  eine Selbstverfestigung und mit  $\alpha \neq \beta$  eine latente Verfestigung berücksichtigt, sodass auch sekundäre Gleitsysteme bei Betätigung des primären Gleitsystems verfestigen.

Peirce, Asaro und Needleman [85] beschreiben den Selbstverfestigungsmodul  $h_{\alpha\alpha}$  mit

$$h_{\alpha\alpha} = h(\gamma) = h_0 \operatorname{sech}^2 \left| \frac{h_0 \gamma}{\tau_s - \tau_0} \right|. \quad (4.6)$$

Der jeweilige Anfangswert der Verfestigung und der kritischen Schubspannung wird mit  $h_0$  und  $\tau_0$  bezeichnet,  $\tau_s$  stellt die Sättigungsspannung dar.  $\tau_0$ ,  $\tau_s$  und  $h_0$  werden dabei für jedes Gleitsystem als identisch angenommen.

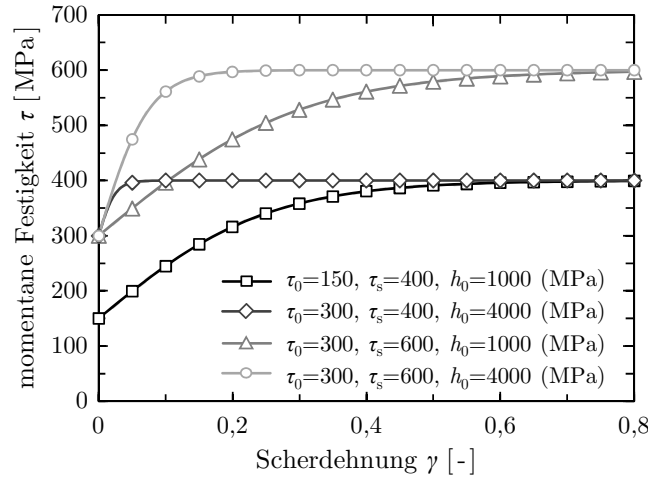
Die akkumulierte Scherdehnung  $\gamma$  aller Gleitsysteme ist definiert mit

$$\gamma = \sum_{\alpha} \int_0^t |\dot{\gamma}^\alpha| dt. \quad (4.7)$$

Der Modellparameter  $q$  bestimmt für koplanare und nicht-koplanare Gleitsysteme das Verhältnis der latenten Verfestigung in Bezug zur Selbstverfestigung mit dem Verfestigungsmodul

$$h_{\alpha\beta} = q h(\gamma) \quad (4.8)$$

und liegt nach experimentellen Erfahrungen in der Regel zwischen 1,0 und 1,4. Der Bauschinger Effekt von kristallinen Festkörpern wird bei dieser Definition



**Abbildung 4.2:** Einfluss von  $\tau_0$ ,  $\tau_s$  und  $h_0$  auf die momentane Festigkeit  $\tau$  in Abhängigkeit der Scherdehnung  $\gamma$  nach Gl. 4.9.

der Verfestigung vernachlässigt. Basierend auf der Grundlage des Einfachgleitens entwickelt sich die momentane Festigkeit nach Gl. 4.6 zu

$$\tau(\gamma) = \tau_0 + (\tau_s - \tau_0) \tanh\left(\frac{h_0 \gamma}{\tau_s - \tau_0}\right). \quad (4.9)$$

Daraus ergeben sich mit der kritischen Schubspannung  $\tau_0$ , der Sättigungsspannung  $\tau_s$  und dem Verfestigungsmodul  $h_0$  Einflüsse auf die Festigkeit, die in Abb. 4.2 dargestellt sind. Weitere Eingabeparameter sind  $n$ ,  $\dot{\gamma}_0$  und  $q$  und werden neben den elastischen Konstanten  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  und  $C_{44}$  in Abschnitt 4.1.2 zusammen mit der Parameteridentifikation bestimmt.

Chiem und Lee [28] beobachtet bei reiner Scherbelastung von einkristallinem Wolfram mehrere Versetzungsbewegungen (Mehrfachgleiten) gleichzeitig, sodass die Verformungskurve gegenüber dem Einfachgleiten mit mehreren Bereichen bereits mit dem zweiten Verfestigungsbereich beginnt. Weiterhin zeigen die Ergebnisse von Chiem für die Gleitsysteme  $(110)[\bar{1}11]$  und  $(111)[\bar{2}11]$  charakteristische Verformungskurven nach Abb. 4.2 und bestätigen somit die Anwendung des Verfestigungsverhaltens nach Gl. 4.9 in dieser Untersuchung. Allerdings ist zu erwähnen, dass Gleitsysteme nach Asaro [6] auch entgegen dem Schubspannungsgesetz nach Gl. 2.16 aktiviert werden können. Dieses Phänomen ist auf ein Nicht-Schmidches Verhalten zurückzuführen und wird in Abschnitt 4.1.3 näher betrachtet.

In dem beschriebenen Materialgesetz ist die plastische Verformung ausschließlich auf kristallographisches Gleiten nach einem phänomenologischen Ansatz zurückzuführen; Verformung durch Diffusion, Zwillingsbildung oder Korngrenzengleiten bleiben hier unberücksichtigt. Die Beschreibung der Verfestigung erfolgt hierbei durch empirische Gleichungen. Die in dieser Arbeit verwendeten mathematischen Zusammenhänge der kristallplastischen Formulierung wurde von Huang [53] als benutzerdefiniertes Material (UMAT) für Abaqus geschrieben und basieren auf der Beschreibung der Kristallplastizität in den Arbeiten von Asaro und Rice [6, 89]. Für das Zeitintegrationsverfahren des dehnratenabhängigen Materialverhaltens nach oben beschriebener Formulierung wird ein linearer und ein nichtlinearer Gleichungslöser nach dem Newton-Raphson-Verfahren verwendet.

#### 4.1.2 Materialparameteridentifikation

Das oben beschriebene Materialmodell bildet mit dessen Parametern die wesentlichen Grundlagen für den Vergleich numerischer Berechnungen mit experimentellen Ergebnissen. Neben der Modellierung aus Abschnitt 4.3 ist die Bestimmung der erforderlichen Materialparameter ein weiterer wichtiger Bestandteil bei der Modellierung von Mikrobruchttests. Für die Formulierung der Kristallplastizität ergeben sich mit  $C_{11}$ ,  $C_{12}$ ,  $C_{44}$ ,  $\dot{\gamma}_0$ ,  $n$ ,  $h_0$ ,  $\tau_0$ ,  $\tau_s$  und  $q$  mehrere Eingabeparameter, welche in dieser Arbeit nach der Literatur bestimmt oder mit Hilfe von numerischen und experimentellen Untersuchungen identifiziert werden.

#### Wahl der Elastizitätskonstanten

Das elastische Verformungsverhalten kristalliner Materialien ist richtungsabhängig und wird durch einen Elastizitätstensor beschrieben. Für kubische Kristalle ist der anisotrope Elastizitätstensor mit den elastischen Konstanten  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  und  $C_{44}$ , bzw. für den isotropen Sonderfall mit dem Elastizitätsmodul  $E$  und der Querkontraktionszahl  $\nu$  zu vereinfachen. Wolframeinkristalle besitzen mit einem Anisotropiefaktor von 1,0 ein (nahezu) isotropes Verhalten mit einem Elastizitätsmodul von 410 GPa und einer Querkontraktionszahl von 0,28 [40]. Die elastischen Konstanten für Wolfram sind aus der Literatur bekannt und zeigen zwischen Berechnungen auf der Grundlage der Gesamtenergiemethode und experimentellen Untersuchungen eine geringe Abweichung [69, 95]. Die hier verwendeten elastischen Eigenschaften sind in Tab. 4.1 mit den Elastizitätskonstanten dargestellt.



**Tabelle 4.1:** Elastizitätskonstanten von Wolfram Einkristallen [69].

El. Konstante	Experimenteller Wert
$C_{11}$ [GPa]	532,0
$C_{12}$ [GPa]	204,9
$C_{44}$ [GPa]	163,1

### Wahl der aktivierbaren Gleitfamilien

Gegenüber kubisch-flächenzentrierten Metallen zeigen kubisch-raumzentrierte Metalle in ihrem Verformungsverhalten einige Besonderheiten. Wie in Abschnitt 2.3 beschrieben, gibt es in der dichtest gepackten  $\langle 111 \rangle$ -Richtung mit den drei Gleitebenen  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  und  $\{123\}$  eine höhere Anzahl aktivierbarer Gleitsysteme.

Mit der Betrachtung der thermisch aktivierten Versetzungsbewegungen kann eine starke Temperaturabhängigkeit erklärt werden. Eine kritische Temperatur für die Aktivierung von Gleitsystemen ist die sogenannte Krietemperatur  $T_K$ , die für Wolfram mit etwa 760 K deutlich oberhalb der Raumtemperatur (RT) liegt [24, 45]. Unterhalb des Krietemperaturbereichs bestimmt die Schmid-Spannung das Verformungsverhalten und es werden bei RT hauptsächlich die zwölf Gleitsysteme der  $\{110\}$ -Ebene aktiviert, was auch von neuesten Erkenntnissen aus der Atomistik bestätigt wird [44]. Kristallographisches Gleiten der  $\{123\}$ -Ebene ist nicht zu erwarten, da diese nur in ultrahochreinen Kristallen ohne Fremdatome relevant sind [108]. Folglich werden in dem Materialmodell dieser Arbeit nur die zwölf oktaedrischen Gleitsysteme der  $\{110\}$   $\langle 111 \rangle$ -Gleitfamilie berücksichtigt.

### Wahl der viskoplastischen Parameter

Die Dehnratensensitivität  $n$  und die Referenzscherrate  $\dot{\gamma}_0^\alpha$  charakterisieren nach Gl. 4.4 das viskoplastische Materialverhalten. Der Dehnratensensitivitätsexponent  $n$  beschreibt dabei die Abhängigkeit des Verfestigungsverhaltens bei unterschiedlichen Dehnraten und ist ein dimensionsloser Kennwert. Große Exponentenwerte mit  $n > 100$  können die Dehnratenabhängigkeit weitgehend unterdrücken und es lässt sich mit Gl. 4.4 auch ein ratenunabhängiges Verhalten beschreiben. Die Werte sollen anhand von geeigneten Literaturdatenquellen nachfolgend festgelegt werden, da keine dehnratenabhängigen experimentellen Daten vorliegen.

### Bestimmung von $n$

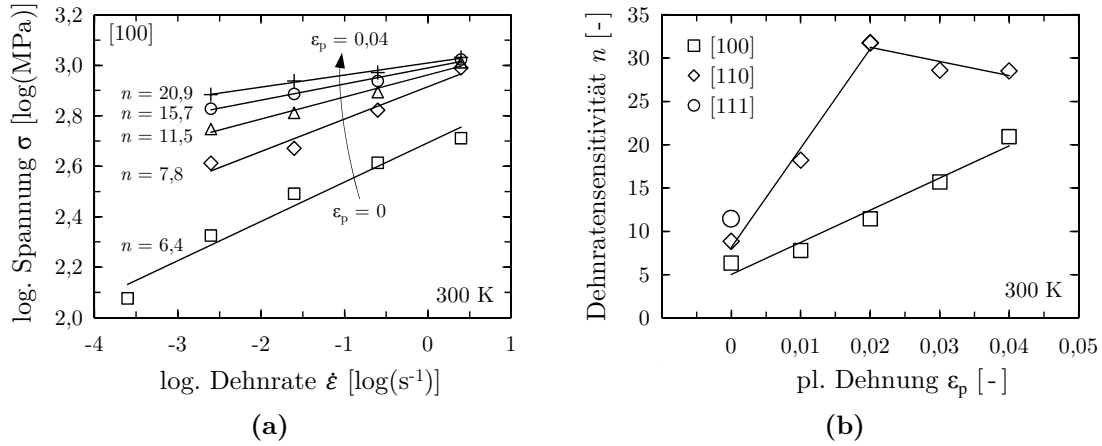
In den bekannten Literaturdaten für einkristallines Wolfram ist der Dehnratensensitivitätsexponent zusammenfassend mit  $n = 20$  zu finden [68, 124]. Hierbei wurde in der Modellierung der Kristallplastizität häufig auf die empirischen Ergebnisse von Bechtold und Shewmon [19, 20] mit  $n = 23.4$  für polykristallines Wolfram zurückgegriffen. Aktuelle Untersuchungen von Maier et al. [70] zeigen bei Indenterversuchen neben dem Einfluss der Mikrostruktur eine Dehnratenabhängigkeit von einkristallinem Wolfram ([100]) mit  $n = 31, 25$ .

Da das Verformungsverhalten sehr stark von den Dehnratenparametern bestimmt wird, soll nachfolgend die Dehnratenabhängigkeit näher untersucht werden. Hierfür wurden experimentelle Zugversuchsdaten bei unterschiedlichen Dehnraten und Kristallorientierungen von Rose et al. [94] ausgewertet. Das resultierende Verhältnis von Dehnratenänderung zu Spannungsänderung ist hierbei ein Maß für die Dehnratensensitivität, welche allgemein mit dem Zusammenhang:

$$n = \frac{\partial \log(\dot{\varepsilon})}{\partial \log(\sigma)} \quad (4.10)$$

angenommen werden kann. Der logarithmische Verlauf für  $\sigma$  und  $\dot{\varepsilon}$  ist exemplarisch für die Kristallorientierung [100] in Abhängigkeit der plastischen Dehnung in Abb. 4.3 (a) dargestellt. Die Ermittlung der dargestellten Werte erfolgt dabei für einen Dehngeschwindigkeitsbereich zwischen  $2, 5 \text{ s}^{-1}$  und  $2, 5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  über vier Dekaden. Der Dehnungsbereich richtet sich dabei nach den verfügbaren Daten von Fließbeginn bis zu einer plastischen Dehnung  $\varepsilon_p$  von 4 %.

Bei den Versuchen mit der Kristallorientierung [110] zeigte sich nach etwa 2 % plastischer Dehnung, dass die Sättigung erreicht ist und bei geringer Verfestigung die Spannung annähernd konstant bleibt. Mit zunehmender plastischer Verformung lässt sich folglich in Abb. 4.3 (b) ein Abfall der Dehnratensensitivität beobachten, der sich auf den beschriebenen Sättigungseffekt zurückführen lässt. Im Vergleich hierzu ist bei der [100]-Orientierung die Sättigung bei 4 % noch nicht erreicht und erklärt den linear steigenden Kurvenverlauf. Mit zunehmender plastischer Dehnung wird schließlich die Sättigung erreicht und es ist ein abflachender Kurvenverlauf zu erwarten. Für [111] standen zur Auswertung nur Daten bei Fließbeginn bereit. Für beide Kurven resultiert mit  $n = 20$  ein gemittelter Trend und bestätigt den bereits erwähnten Dehnratensensitivitätsexponenten. Folglich wird in dieser Ar-



**Abbildung 4.3:** Auswertung der experimentellen Ergebnisse von Rose et al. [94] zur Bestimmung des Dehnratensensitivitätsexponenten für einkristallines Wolfram für den Dehnratenbereich zwischen  $2,5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$  und  $2,5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$  und  $\dot{\epsilon}_p$  bis 4%. (a) Logarithmische Spannungs-Dehnungsrate für [100] und (b) Dehnratensensitivität in Abhängigkeit der plastischen Verformung.

beit mit  $n = 20$  ein konstanter Materialparameter festgelegt, welcher ein viskoses, dehnratenabhängiges Materialverhalten beschreibt und die Auswahl der aktiven Gleitsysteme (Taylor-Problem) umgeht.

### Bestimmung der Refrenscherrate $\dot{\gamma}_0$

Für die Scherrate nach Gl. 4.4 ist neben dem Dehnratensensitivitätsexponenten  $n$  auch eine Referenzscherrate  $\dot{\gamma}_0$  zu bestimmen. In dieser Arbeit wird die Referenzscherrate  $\dot{\gamma}_0$  entsprechend der Dehnrate aus den experimentellen Untersuchungen von Argon und Maloof [4] mit  $\dot{\gamma}_0 = 10^{-4} s^{-1}$  bestimmt. Hierfür werden die Verfestigungsparameter nachfolgend angepasst und zudem entspricht diese Dehnrate auch jener der später gezeigten experimentellen Zugversuche.

Neben Argon und Maloof wählten auch Rose et al. [94] für die Zugversuchsuntersuchungen von einkristallinem Wolfram eine Dehnrate von  $10^{-4} s^{-1}$ , Beardmore und Hull [18] wählten  $4 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ . In aktuellen Indentierversuchen untersuchten Maier et al. [70] dagegen die Dehnratenabhängigkeit in einem Dehnratenbereich zwischen  $2,5 \cdot 10^{-2} s^{-1}$  und  $2,5 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ . Anhand der effektiven Dehnrate von  $10^{-3} s^{-1}$ , welche bei der Materialverformung infolge der Indentereindringtiefe entsprechend zu erwarten ist, wählte Yao [124] beispielsweise eine Referenzscherrate von  $10^{-3} s^{-1}$  für die numerische Untersuchung von einkristallinem Wolfram.

### Wahl der latenten Verfestigungseigenschaft

Der Modellparameter  $q$  beschreibt das Verfestigungsverhalten zwischen Einfachgleitung bzw. Mehrachfgleiten mit latenter Verfestigung des primären Gleitsystems  $\alpha$  zu Gleitsystem  $\beta$ . Mit zunehmendem Verhältnis der latenten Verfestigung mit  $q \uparrow$  steigt auch gemäß der mathematischen Formulierung (Gl. 4.8) die Festigkeit. Nach experimentellen Erfahrungen liegt der Faktor  $q$  in einem Bereich zwischen 1,0 und 1,4.

Lee et al. [68] definiert mit  $q$  die Interaktion verschiedener Versetzungen im krz-Kristall in zwei Gruppen. Mit  $q = 1,0$  werden koplanare Versetzungen (coplanar junctions  $s^\alpha || s^\beta$ ), nicht-koplanare Versetzungen (no junction  $m^\alpha || m^\beta$ ) und Shockleysche Partialversetzungen (glissile) berücksichtigt. Für die zusätzliche Berücksichtigung immobilisierter Frankscher Partialversetzungen (Sessile dislocation) ist nach Lee  $q$  mit 1,4 zu wählen. Eine perfekte Versetzung ( $1/2[110]$ ) setzt sich beispielsweise aus einer Shockley ( $1/6[11\bar{2}]$ ) und einer Frankschen Partialversetzung ( $1/3[111]$ ) zusammen, welche u.a. für kfz-Materialien bekannt sind [54].

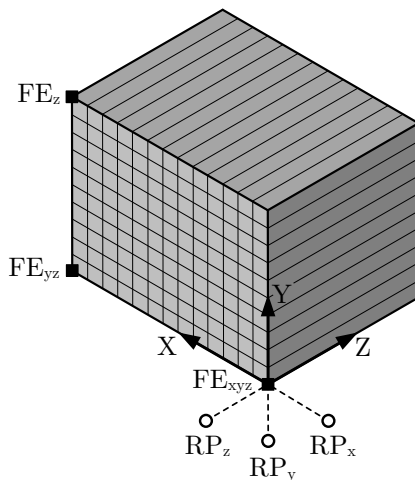
In dieser Arbeit wird der Modellparameter  $q$  mit 1,0 gewählt und bildet somit das dominante Verfestigungsverhalten für einkristallines krz-Wolfram ab.

### Bestimmung der Verfestigungsparameter

Die Verfestigungsparameter  $\tau_0$ ,  $\tau_s$  und  $h_0$  sind in numerischen Untersuchungen zunächst mit Hilfe von Spannungs-Dehnungs-Kurven entsprechend der Literaturdaten [4, 18, 94] anzupassen und zu identifizieren. Hierfür wird anstelle der analytischen Lösung die kristallplastische Formulierung mit der UMAT direkt in einem Simulationsmodell verwendet.

Zur Bestimmung der Materialparameter und zur Untersuchung von Materialeigenschaften werden in der FEM häufig mikroskopische Ausschnitte aus komplexen Geometrien gewählt. Ein solcher Ausschnitt beschreibt mit geeigneten Randbedingungen ein repräsentatives Volumenelement mit einer sogenannten Einheitszelle. Diese wird zur Homogenisierung der Mikromechanik im Mikro-Makro-Übergang verwendet und dient hier der Untersuchung von Materialeigenschaften und Verfestigungsparametern.

Das einkristalline Materialverhalten wird an einer mit 130 C3D20 Volumenelementen diskretisierten Einheitszelle mit periodischen Randbedingungen untersucht.



**Abbildung 4.4:** Repräsentatives Volumenelement als FEM-Modell mit 130 Kontinuumelementen im Ausgangszustand.

Aufgrund des homogenen Spannungszustandes sind hier auch weniger Elemente ausreichend, jedoch wurde die Geometrie von einer bereits vorhandenen Einheitszelle verwendet. Abb. 4.4 zeigt das verwendete Modell mit einem Seitenverhältnis von 13:10:10 für Länge:Breite:Höhe. Die jeweils gegenüberliegenden Seitenflächenknoten erhalten periodische Randbedingungen und sind über entsprechende Referenzknotenpunkte (RP) miteinander gekoppelt. Als weitere Randbedingung werden Federkonstanten an drei Eckpunkten eingeführt. Somit ergibt sich aus den definierten Randbedingungen ein homogenes Spannungsbild innerhalb des RVE. Mittels zeitlicher Vorgabe der Verschiebung eines Referenzpunktes können Zug- und Druckbelastungen mit verschiedenen Dehnraten realisiert werden. Das mikroskopische Materialverhalten wird dabei an den Integrationspunkten der Finiten Elemente beschrieben und ermöglicht das Anpassen der Materialparameter nach der kristallplastischen Formulierung mit dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz. Da in der Literatur neben Nanoindentierungsuntersuchungen hauptsächlich einachsige Zugversuche zu finden sind, ist die Einheitszelle in Zugrichtung (X-Achse) und Querrichtung (Y-Achse) gegenüber der Breite (Z-Achse) feiner vernetzt. Mit einem Element (3 Knoten) über die Breite wird die dritte Raumrichtung ohne weitere Auflösung der Mikrostruktur mit periodischen Randbedingungen abgebildet und entspricht einem vereinfachten 3-dimensionalen Rechenmodell. Mit dieser RVE-Methode lassen sich bei kürzeren Rechenzeiten qualitativ und quantitativ sehr gute Ergebnisse erzielen. Der Einsatz beschränkt sich jedoch bei einphasigen bzw. mehrphasigen Problemen auf entsprechend homogene bzw. inhomogene Deformationszustände, die eine Einschnürung nicht beschreiben können.

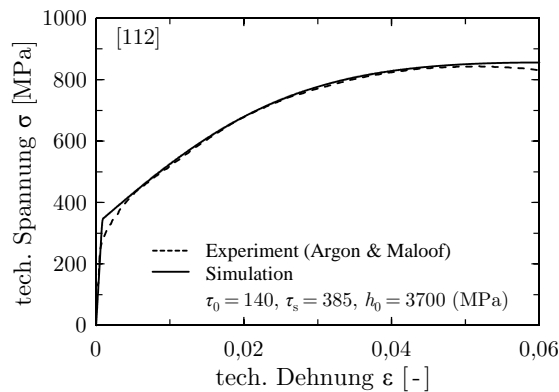
**Tabelle 4.2:** Gleitsysteme mit berechneten Schmid-Faktoren für verschiedene Kristallorientierungen (KO).

$\alpha$	Gleitsystem	Schmid-Faktoren nach KO				
		[001]	[110]	[111]	[112]	[123]
1	(011)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	0,408	0	0,272	0,408	0,291
2	(011)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	0,408	0,408	0,272	0	0
3	(101)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	0,408*	0	0,272	0,408*	0,466
4	(101)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	0,408	0,408	0,272	0	0
5	(110)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	0	0	0,272*	0,272	0,349
6	(110)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	0	0	0,272	0,272	0,175
7	( $\bar{0}\bar{1}\bar{1}$ )[111]	0,408	0,408	0	0,272	0,175
8	( $\bar{0}\bar{1}\bar{1}$ )[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	0,408	0	0	0,136	0,117
9	( $\bar{1}0\bar{1}$ )[111]	0,408	0,408	0	0,272	0,349
10	( $\bar{1}0\bar{1}$ )[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	0,408	0	0	0,136	0,117
11	( $\bar{1}\bar{1}0$ )[111]	0	0	0	0	0,175
12	( $\bar{1}\bar{1}0$ )[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	0	0	0	0	0

\* Experimentell beobachtete Gleitsysteme [4]

Die Anpassung der Verfestigungsparameter erfolgt in Anlehnung an die Arbeiten von Argon und Maloof [4], die mit den drei Eckorientierungen [001], [110] und [111] (bzw. [ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]) sowie mit [112] eine weitere Orientierung in Zugachsenrichtung bei einer Dehnrage von  $10^{-4}$  untersuchten. Eine weitere Probe, welche innerhalb der Polfigur liegt, ist jedoch nur als 'C'-Orientierung beschrieben. Für die genannten Kristallorientierungen konnten Argon und Maloof unterschiedliche Gleitsysteme beobachten, welche in Tab. 4.2 zusammen mit dem jeweiligen Schmid-Faktor gekennzeichnet sind. Bei den Orientierungen an den Ecken des Standarddreiecks zeigt sich, dass die Gleitsysteme entsprechend der Anzahl an benachbarten stereographischen Dreiecken gleiche Schmid-Faktoren haben und Systeme mit hohem Schmid-Faktor bevorzugt aktiviert werden. Bei der Kantenorientierung [112] sind mit zwei benachbarten Dreiecken zwei Gleitsysteme nach dem Schmid'schen Gesetz primär aktiv, sodass dieses zunächst als Grundlage für die Anpassung der drei Verfestigungsparameter dient.

Eine erste Näherung für die Bestimmung der kritischen Schubspannung  $\tau_0$  liefern der höchste Schmid-Faktor und die experimentelle Fließspannung nach dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz. Gleiche Beziehung gilt auch für die Sättigungsspannung  $\tau_s$  in Bezug auf die maximal auftretende Spannung im Zugversuch.



**Abbildung 4.5:** Vergleich der numerischen und experimentellen Spannungs-Dehnungs-Kurve für die [112]-Kristallorientierung mit angepassten Materialparametern.

Mit der Parameterstudie nach Abb. 4.2 kann der Verfestigungsmodul  $h_0$  für eine erste Anpassung gewählt werden und ist anschließend mit  $\tau_0$  und  $\tau_s$  iterativ an die experimentelle Kurve anzupassen. Da aus den experimentellen Versuchen keine weitere Daten zur Verfügung stehen, kann das Materialmodell näherungsweise nur bis zu der Gleichmaßdehnung angepasst werden. Basierend auf den konstanten Parametern nach Tab. 4.3 zeigt Abb. 4.5 mit  $\tau_0 = 140$  MPa,  $\tau_s = 385$  MPa und  $h_0 = 3700$  MPa geeignete Materialparameter, welche die Spannungs-Dehnungs-Kurve der [112]-Orientierung mit guter Übereinstimmung abbildet. Ein Vergleich beider Kurven lässt die Schlussfolgerung zu, dass das Materialmodell in der Lage ist, das Verformungsverhalten von einkristallinem Wolfram wiederzugeben. Da es jedoch mehrere Parameterkombinationen gibt, um ein - und dieselbe Zugkurve wiederzugeben, ist diese Anpassung nicht eindeutig. Beispielsweise ist mit einer niedrigeren Verfestigung bei gleichzeitig höherer Sättigung ein vergleichbarer Kurvenverlauf für einen bestimmten Bereich zu erreichen.

Einen weiteren Parametersatz fand Yao [124] bei experimentellen und numerischen Nanoindentierungsuntersuchungen von einkristallinem Wolfram. Yao passte dabei das Verfestigungsverhalten der Kristallorientierung [001] an und zeigte mit den ermittelten Parametern eine gute Übereinstimmung der Berechnungen mit den experimentellen Kraft-Verschiebungskurven. Die beiden gefundenen Eingangsdaten für die Gleitfamilie  $\{110\} \langle 111 \rangle$  sind in Tab. 4.3 angegeben. Der Vergleich zeigt, dass Yao deutlich höhere Scherspannungen (Sättigungsspannung) bei gleichzeitig geringerer Verfestigung wählte. Für die Zugversuchskurve in Abb. 4.5 bedeutet dies, dass der Kurvenverlauf zu Beginn flacher ist und die Sättigungsspannung erst bei größeren Dehnungen erreicht wird.

**Tabelle 4.3:** Vergleich der ermittelten Verfestigungsparameter bei unterschiedlicher Kristallorientierung (KO).

Anpassungs- Orientierung	$\tau_0$ [MPa]	$\tau_s$ [MPa]	$h_0$ [MPa]
[112]	140	385	3700
[001]*	210	530	1350

\* Eingangsdaten nach Yao [124]

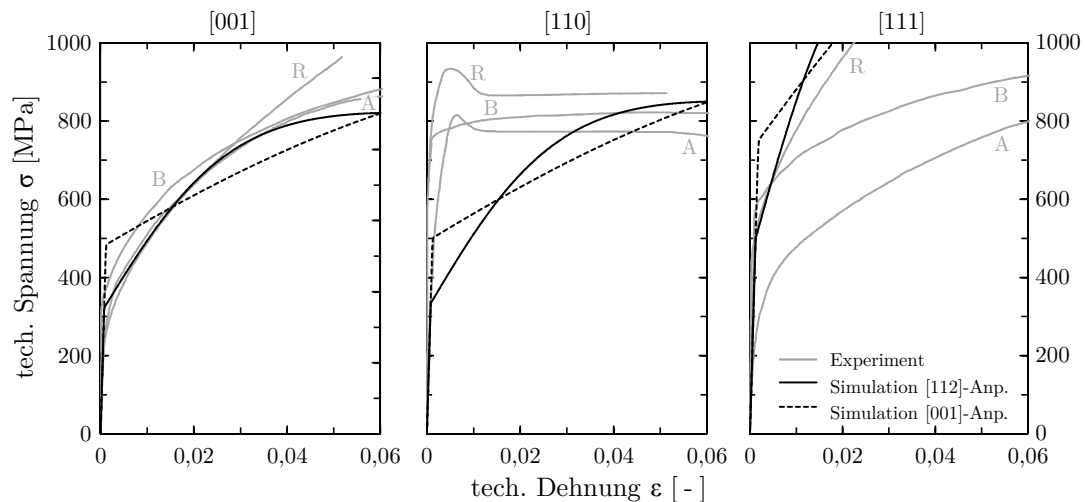
Nachfolgend soll überprüft werden, ob das Materialmodell mit den Parametern nach Tab. 4.3 auch in der Lage ist, experimentelle Kurven anderer Orientierungen wiederzugeben. Für einen Vergleich werden nach Tab. 4.2 drei weitere Kristallorientierungen mit [001], [110] und [111] untersucht und mit Daten aus der Literatur verglichen. Dafür wurde wieder das RVE-Modell verwendet, in dem nur die Kristallorientierung zu adaptieren war.

In Abb. 4.6 werden die numerischen und experimentellen Spannungs-Dehnungs-Kurven der drei Kristallorientierungen verglichen. Neben den experimentellen Daten von Argon und Maloof [4] sind mit Beardmore und Hull [18] und Rose et al. [94] zwei weitere Arbeiten aus der Literatur bekannt und abgebildet. Wie bereits erwähnt, zeigt sich auch hier eine starke Streuung der unterschiedlichen Orientierungen.

Zusammenfassend zeigt der numerische und experimentelle Vergleich der einzelnen Orientierungen insgesamt unterschiedliche Übereinstimmungen. Während die [001]-Orientierung noch mit guter Übereinstimmung abgebildet wird, zeigt sich bei [110] nur noch eine vereinfachte Näherung, bei der insbesondere die ausgeprägte Streckgrenze und das leicht entfestigende Verhalten nicht abgebildet werden. Bei [111] stellt sich mit einem sehr festen Materialverhalten sogar ein Kurvenverlauf ein, der oberhalb der experimentellen Ergebnisse liegt, wobei für diese Orientierung auch die experimentelle Daten sehr stark streuen und die Übereinstimmung mit den Daten von Rose noch zufriedenstellend ist.

Erklärbar ist dieses Verhalten mit dem der Kristallplastizität zugrundeliegenden Schmid'schen Schubspannungsgesetz in Zusammenhang mit den Schmid-Faktoren aus Tab. 4.2. Mit einer kritischen Schubspannung  $\tau_0$  von 140 MPa und einem Schmid-Faktor von 0,408 stellt sich für [001] und [110] derselbe Fließbeginn bei etwa 340 MPa ein. Entsprechend ergibt sich für die Kristallorientierung [111]





**Abbildung 4.6:** Vergleich der numerischen und experimentellen Spannungs-Dehnungs-Kurven für die Kristallorientierung [001], [110] und [111] mit den Eingangsdaten der [112]- und [001]-Anpassung nach Tab. 4.3 und den experimentellen Ergebnissen aus Zugversuchen nach Argon et al. A [4], Beardmore et al. B [18] und Rose et al. R [94].

mit einem geringeren Schmid-Faktor von 0,272 ein deutlich höherer Fließbeginn. Gleiches Verhalten ist bei den Berechnungen mit dem Parametersatz von Yao ([001]-Anpassung) zu beobachten. Mit einer höheren kritischen Schub- und Sättigungsspannung bei gleichzeitig geringerem Verfestigungsmodul stellt sich gegenüber den an [112] angepassten Parametern ein gemittelter Kurvenverlauf dar, wobei die Sättigungsspannung erst bei größeren Dehnungen erreicht wird. Die Simulationen der Eingangsdaten nach [112] erreichen jedoch bei der [001]- und [110]-Orientierung bei etwa 5 % bereits eine Sättigung und befinden sich somit für die numerischen Berechnungen in einem kritischen Zustand. In diesem Bereich zeigen die experimentellen Kurven gegenüber den simulierten einen stetig steigenden oder konstanten Kurvenverlauf. Folglich kann auch mit der Beachtung der wahren Spannungs-Dehnungs-Kurve davon ausgegangen werden, dass die Sättigungsspannung mit  $\tau_s = 385$  MPa für diese Orientierungen deutlich zu gering gewählt ist. Da jedoch aufgrund fehlender Informationen über die Probengeometrie und deren genaues Verformungsverhalten eine qualitative Aussage über das Fließverhalten und die Sättigungsspannung nicht möglich ist, werden für die weiteren Berechnungen die Verfestigungsparameter von Yao [124] mit  $\tau_0 = 210$  MPa,  $\tau_s = 530$  MPa und  $h_0 = 1350$  MPa verwendet. Diese wurden an experimentelle Kraft-Verschiebungskurven angepasst und zeigen nach Abb. 4.6 für

die Orientierungen im Mittel ein realistisches Materialverhalten für die Betrachteten Dehnungen. Hierbei stimmt der Materialparametersatz von Yao gegenüber den angepassten Parametern der [112]-Orientierung besser überein. Der [112]-Parametersatz zeigt zudem bei unterschiedlichen Kristallorientierungen, dass das Materialverhalten eine zu geringe Sättigungsspannung aufweist, welche in der numerischen Simulation schneller zu einem kritischen Zustand führen kann.

Ferner zeigt sich, dass das krz-charakteristische Materialverhalten der [110]-Orientierung mit der hohen Fließspannung und dem anschließend konstanten Spannungsverlauf sehr speziell ist. Diese Eigenschaft lässt sich mit Schmid nicht zufriedenstellend beschreiben. Somit verdeutlicht dieser Vergleich auch die Grenzen der Modellierungsmöglichkeiten, welche sich durch die Formulierungen der Kristallplastizität ergeben.

Zusammenfassend ist der in diesem Kapitel gefundene Parametersatz für die Beschreibung der formulierten Kristallplastizität in Tab. 4.4 dargestellt.

**Tabelle 4.4:** Parametersatz zur Beschreibung der Elastizität und der Kristallplastizität von einkristallinem Wolfram.

Gleitfamilie	$C_{11}$ [GPa]	$C_{12}$ [GPa]	$C_{44}$ [GPa]	$n$ [-]	$\dot{\gamma}_0$ [ $s^{-1}$ ]	$q$ [-]	$\tau_0$ [MPa]	$\tau_s$ [MPa]	$h_0$ [MPa]
{110} <111>	532	204,9	163,1	20	$10^{-4}$	1	210	530	1350

### 4.1.3 Erweiterung auf Nicht-Schmid'sches Verhalten

Um auch Nicht-Schmid-Verhalten in Wolfram nach dem neuesten Wissensstand modellieren zu können, wurde die Materialroutine von Huang [53] erweitert. Die Basis stellt die von Gröger et al. [43] vorgeschlagene Fließregel dar, welche auf atomistischen Berechnungen fußt. Ableiten erfolgt dabei auf der {110} <111> Gleitfamilie, deren 24 möglichen Gleitsysteme in Tab. 4.5 zusammengestellt sind. Neben der Gleitrichtung  $s$  und der Gleitebene  $m$  wird in Tab. 4.5 mit  $n_1$  ein weiterer Einheitsvektor je Gleitsystem angegeben, der senkrecht zur {110}-Ebene ist und auf der Referenzebene  $m$  einen Winkel von  $-60^\circ$  mit  $s$  einschließt. Diese 24 Gleitsysteme wurden in die modifizierte Materialroutine implementiert, wobei Gleiten nur in ihre positive Gleitrichtung möglich ist.

**Tabelle 4.5:** 24 Gleitsysteme nach der Definition von Gröger et al. [43] mit den kristallographischen Einheitsvektoren  $s$ ,  $m$  und  $n_1$ .

$\alpha$	Referenz-System	$s^\alpha$	$m^\alpha$	$n_1^\alpha$	$\alpha$	Referenz-System	$s^\alpha$	$m^\alpha$	$n_1^\alpha$
1	(01 $\bar{1}$ )[111]	[111]	[01 $\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}$ 10]	13	(01 $\bar{1}$ )[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[01 $\bar{1}$ ]	[10 $\bar{1}$ ]
2	( $\bar{1}$ 01)[111]	[111]	[ $\bar{1}$ 01]	[0 $\bar{1}$ 1]	14	( $\bar{1}$ 01)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}$ 01]	[ $\bar{1}$ 10]
3	(1 $\bar{1}$ 0)[111]	[111]	[1 $\bar{1}$ 0]	[10 $\bar{1}$ ]	15	(1 $\bar{1}$ 0)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[1 $\bar{1}$ 0]	[0 $\bar{1}$ 1]
4	( $\bar{1}$ 0 $\bar{1}$ )[ $\bar{1}$ 11]	[ $\bar{1}$ 11]	[ $\bar{1}$ 0 $\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}$ 10]	16	( $\bar{1}$ 0 $\bar{1}$ )[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}$ 0 $\bar{1}$ ]	[0 $\bar{1}$ 1]
5	(0 $\bar{1}$ 1)[ $\bar{1}$ 11]	[ $\bar{1}$ 11]	[0 $\bar{1}$ 1]	[101]	17	(0 $\bar{1}$ 1)[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[0 $\bar{1}$ 1]	[ $\bar{1}$ 10]
6	(110)[ $\bar{1}$ 11]	[ $\bar{1}$ 11]	[110]	[0 $\bar{1}$ 1]	18	(110)[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[110]	[101]
7	(0 $\bar{1}$ 1)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[0 $\bar{1}$ 1]	[1 $\bar{1}$ 0]	19	(0 $\bar{1}$ 1)[11 $\bar{1}$ ]	[11 $\bar{1}$ ]	[0 $\bar{1}$ 1]	[ $\bar{1}$ 0 $\bar{1}$ ]
8	(101)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[101]	[011]	20	(101)[11 $\bar{1}$ ]	[11 $\bar{1}$ ]	[101]	[1 $\bar{1}$ 1]
9	( $\bar{1}$ 10)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}$ 10]	[ $\bar{1}$ 0 $\bar{1}$ ]	21	( $\bar{1}$ 10)[11 $\bar{1}$ ]	[11 $\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}$ 10]	[011]
10	(10 $\bar{1}$ )[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[10 $\bar{1}$ ]	[110]	22	(10 $\bar{1}$ )[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[10 $\bar{1}$ ]	[0 $\bar{1}$ 1]
11	(011)[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[011]	[ $\bar{1}$ 01]	23	(011)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[011]	[110]
12	( $\bar{1}\bar{1}$ 0)[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}$ 0]	[0 $\bar{1}$ 1]	24	( $\bar{1}\bar{1}$ 0)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}$ 0]	[ $\bar{1}$ 01]

Um die Fließregel leichter in die Kristallplastizität einbauen zu können, wurde sie von Weinberger et al. [119] in folgende Form umgeschrieben:

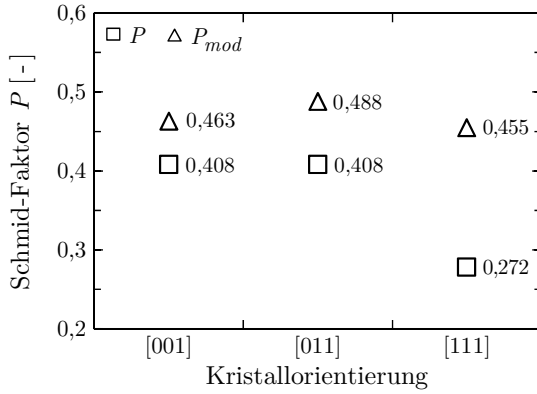
$$P^\alpha : \sigma + P_{ns}^\alpha : \sigma = \tau_c^\alpha \quad \text{bzw.} \quad P_{mod}^\alpha : \sigma = \tau_c^\alpha \quad (4.11)$$

mit  $P^\alpha$  nach Gl. 2.17 und

$$P_{ns}^\alpha = a_1 (s^\alpha \otimes n_1^\alpha) + a_2 (m^\alpha \times s^\alpha) \otimes m^\alpha + a_3 (n_1^\alpha \times s^\alpha) \otimes n_1^\alpha. \quad (4.12)$$

Die konstanten Materialparameter  $a_1$ ,  $a_2$  und  $a_3$  sind materialabhängig und stammen von den atomistischen Berechnungen von Gröger [43]. Für Wolfram sind diese  $a_1 = 0$ ,  $a_2 = 0,56$  und  $a_3 = 0,75$ . Köster und Hartmaier [64] verwendeten eine ähnliche Formulierung, welche jedoch mit  $a_1$  bis  $a_6$  auch noch die Abhängigkeit der Temperatur auf das Versetzungsgleiten berücksichtigt.

Ein Vergleich mit dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz in Gl. 2.16 zeigt, dass der Schmid-Tensor  $P^\alpha$  durch einen modifizierten Schmidtensor  $P_{mod}^\alpha$  zu ersetzen ist. Dieser beinhaltet den Schmid-Tensor und als Maß für die Abweichung vom reinen Schmidverhalten den Nicht-Schmid-Tensor  $P_{ns}^\alpha$ . In der ratenabhängigen Formulierung der Materialroutine wurde in Gl. 4.4 der Schmid-Tensor  $P^\alpha$  ebenso



**Abbildung 4.7:** Klassische Schmid-Faktoren  $P$  im Vergleich mit den modifizierten Schmid-Faktoren  $P_{mod}$  bei einachsiger Belastung entlang unterschiedlicher Kristallorientierungen.

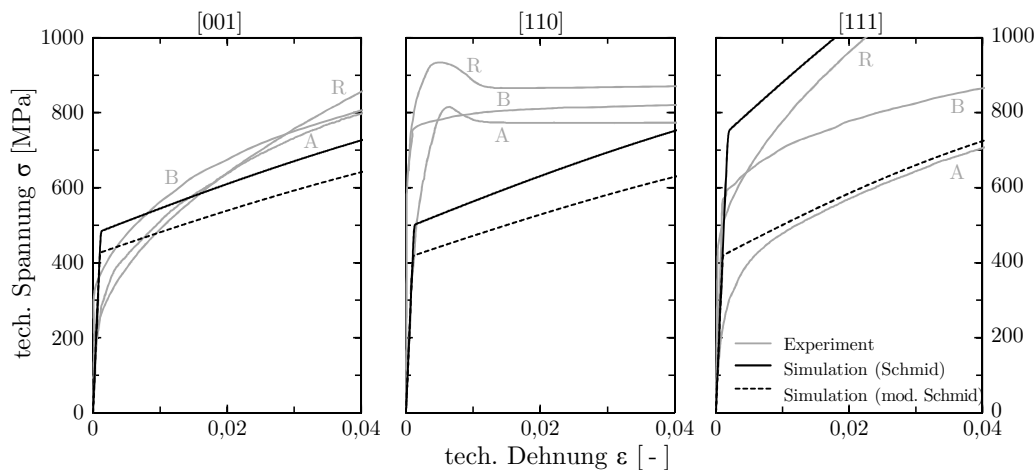
durch den modifizierten Schmid-Tensor  $P_{mod}^\alpha$  ersetzt, um ein Fließgesetz maßgeschneidert für Wolfram zu erhalten:

$$\dot{\gamma}^\alpha = \dot{\gamma}_0^\alpha \operatorname{sgn}(\tau^\alpha) \left| \frac{P^\alpha : \sigma + P_{ns}^\alpha : \sigma}{\tau_c^\alpha} \right|^n. \quad (4.13)$$

Weinberger wählte eine alternative Formulierung mit

$$\dot{\gamma}^\alpha = \dot{\gamma}_0^\alpha \operatorname{sgn}(\tau^\alpha) \left| \frac{P^\alpha : \sigma}{\tau_c^\alpha - P_{ns}^\alpha : \sigma} \right|^n. \quad (4.14)$$

Es soll nachfolgend untersucht werden, ob das modifizierte Materialgesetz das in Abschnitt 4.1.2 gezeigte Fließverhalten der unterschiedlichen Kristallorientierungen besser beschreiben kann. Eine erste Abschätzung der Fließgrenze für die drei Kristallorientierungen [001], [011] und [111] liefert die Fließregel nach Gl. 4.11 mit den entsprechend modifizierten Schmid-Faktoren  $P_{mod}^\alpha = P^\alpha + P_{ns}^\alpha$ . Diese sind für die Orientierungen zusammen mit dem Schmid-Faktor  $P^\alpha$  in Abb. 4.7 angegeben. Ein Vergleich zeigt, dass die modifizierten Schmid-Faktoren höher sind, sodass die kritische Schubspannung bereits bei geringeren Spannungen erreicht wird. Der größte Unterschied zu reinem Schmidverhalten ist bei der [111]-Orientierung zu beobachten. Hier ist der Wert von  $P_{mod}^\alpha$  mit 0,455 gegenüber dem normalen Schmid-Faktor  $P$  annähernd doppelt so hoch. Folglich halbiert sich die benötigte Spannung zum Erreichen der kritischen Schubspannung. Zusätzlich wurden die Berechnungen der Einheitszelle mit der modifizierten Materialroutine wiederholt. Die damit berechneten Spannungs-Dehnungs-Kurven sind zusammen mit den experimentellen Kurven in Abb. 4.8 dargestellt. Die Arbeit von Schmitt [105] bestätigt das hier angenommene makroskopische Verfestigungsverhalten und zeigt für kleine Proben keinen abweichenden Kurvenverlauf. Als Vergleich werden auch die



**Abbildung 4.8:** Numerische Ergebnisse für das Schmid'sche und Nicht-Schmid'sche Verhalten mittels eines modifizierten Schmid-Faktors im Vergleich mit experimentellen Ergebnissen (Argon und Maloof (A) [4], Beardmore und Hull (B) [18], Rose et al. (C) [94]).

mit der ursprünglichen Materialroutine berechneten Zugversuchskurven bei reinem Schmidverhalten gezeigt. Die Einbeziehung der Nicht-Schmid Effekte führt zu einem deutlich niedrigeren Fließbeginn. Dieser ist bei allen drei Kristallorientierungen aufgrund der ähnlich hohen modifizierten Schmid-Faktoren annähernd gleich. Eine direkte Unterscheidung des Verfestigungsverhaltens, wie es bei experimentellen Untersuchungen für unterschiedliche Kristallorientierungen beobachtet wird, ist nach den Formulierungen von Weinberger und den Parametern von Gröger somit nicht gegeben. Die Entwicklungstendenz der Schmid-Faktoren für Kristallorientierungen zwischen  $[100]$  und  $[110]$  bestätigt dies und ist neben experimentellen Ergebnissen von Beardmore und Hull [18] im Anhang A.1 zu finden.

Das Verhalten von Wolfram ist bei Zugversuchen im einzelnen bei der  $[110]$ -Orientierung sehr speziell und zeigt dort mit einer hohen Fließgrenze und anschließend kleiner Verfestigung ein sogenanntes Fließphänomen, das auch das Materialgesetz nach dem neuesten Wissenstand nicht wiedergeben kann. Weiterhin stellt sich bei den drei untersuchten Kristallorientierungen entgegen den experimentellen Ergebnissen ein symmetrisches Verfestigungsverhalten mit annähernd gleicher Fließgrenze ein. Folglich bringt das modifizierte Materialgesetz in dieser Arbeit keine entscheidende Verbesserung, sodass bei den meisten Bruchtests die ursprüngliche Beschreibung der Kristallplastizität verwendet wird. Bei den Untersuchungen des Verformungsverhaltens wird die modifizierte Formulierung jedoch für einen Vergleich der Gleitsystemaktivitäten in der Simulation berücksichtigt (vgl. Abschnitt 5.5).

## 4.2 Kohäsivzonen als Rissfortschrittsmodell

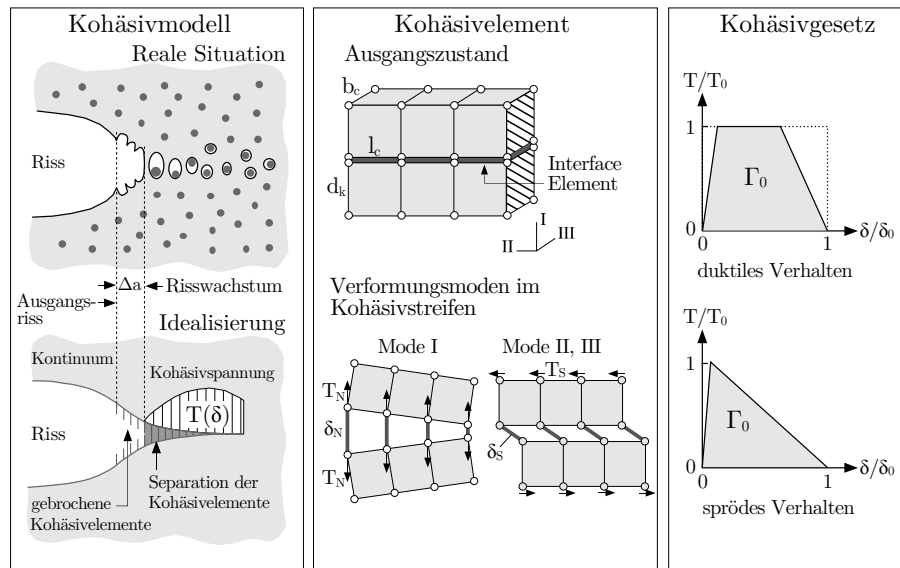
Für die numerische Simulation der Rissbildung von der Rissinitiierung über das Risswachstum bis hin zum Bauteilversagen bei zunehmender Belastung haben sich neben Schädigungsmodellen mit der Berücksichtigung von Hohlraumbildung auch Versagensmodelle mit Kohäsivzonen als geeignet herausgestellt. Hierbei beruht der Bruchvorgang auf der Idee, dass die Schädigung bis hin zur Materialtrennung ausschließlich in einer schmalen Zone, der sogenannten Kohäsivzone vor dem Riss stattfindet. Das umliegende Randgebiet mit Kontinuumselementen bleibt dabei schädigungsfrei und unterliegt nur der Deformation.

Erste Kohäsivzonenmodelle (KZM) wurden von Dugdale [31] und Barenblatt [15] formuliert und berücksichtigen neben einer spannungsfreien Zone eine Rissprozesszone mit einer rissschließenden Spannung, der sogenannten Kohäsivspannung. Dugdale beschreibt diese als konstant wirkende Spannung vor der Risspitze. Barenblatt erweitert diesen Ansatz und beschreibt die Kohäsivspannung physikalisch motiviert als Funktion der vor dem Riss abhängigen Ausdehnung und berücksichtigt somit die atomaren Wechselwirkungskräfte zwischen den Oberflächen eines sich öffnenden Risses. Als Folge reduziert sich die Spannungssingularitäten an der Risspitze zu regulär endlichen Werten.

Seit den ersten bruchmechanischen FEM-Untersuchungen von spröden und duktilen Werkstoffen durch Hillerborg et al. [51] und Needleman [80] werden Kohäsivzonen als Rissfortschrittsmodelle erfolgreich eingesetzt. Die Prozesszone beim duktilen Bruch, welche aufgrund von Bildung, Wachstum und Vereinigung von Mikroporen eine geometrische Entfestigung der verbleibenden Zwischenbereiche erfährt, kann näherungsweise auf eine schmale Kohäsivzone reduziert werden [65]. Jedoch sind bei der Verwendung von Kohäsivzonen je nach Anwendung weitere, nachfolgend beschriebene Eigenschaftsanpassungen erforderlich.

### 4.2.1 Rissöffnungs-Gesetz

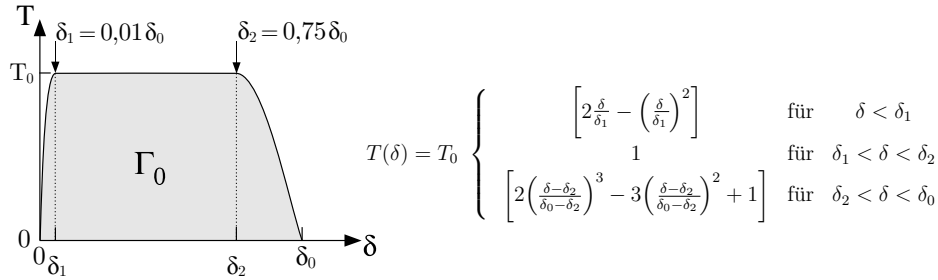
Die Grundlage der heute verwendeten Kohäsivmodelle bildet überwiegend die Formulierung von Barenblatt mit der Beschreibung der Kraftwechselwirkung zwischen den beiden Grenzflächen. Diese Wechselwirkung wird mit einem Materialgesetz, dem sogenannten Kohäsivgesetz bzw. Traktion-Separationsgesetz beschrieben und üblicherweise als Funktion der Traktion  $T$  und der Grenzflächenseparation  $\delta$  dargestellt.



**Abbildung 4.9:** Idealisierung des physikalischen Schädigungsprozesses in einer Kohäsivzone mit Kohäsivelementen der Höhe null und typischen Kohäsivgesetzen zur Beschreibung von duktilem und sprödem Bruchversagen nach [30].

Je nach Werkstoff und Versagensmechanismus werden Kohäsivgesetze weiterentwickelt und validiert, sodass heute eine Vielzahl solcher Kohäsivgesetze existieren. Typische und häufig verwendete Gesetze beschreiben u.a. Needleman [81] für spröde Metalle, Bazant [17] für spröde Werkstoffe (Beton) sowie Scheider und Brocks [102] und Tvergaard und Hutchinson [115] für duktilen Risswachstum. Eine ausführliche Übersicht unterschiedlicher Kohäsivzonenmodelle und deren Anwendung in numerischen Untersuchungen sind in [107] und [65] zu finden.

Das grundlegende Konzept einer Kohäsivzone ist in Abb. 4.9 mit dem Kohäsivmodell, dem Kohäsivelement und dem Kohäsivgesetz dargestellt und beschreibt qualitativ das in dieser Arbeit verwendete Kohäsivzonenmodell (KZM) von Scheider und Brocks [102]. Die Kohäsivzone wird hierbei entsprechend der realen Situation mit Kohäsivelementen diskretisiert und in einem sogenannten Kohäsivstreifen idealisiert. Die Separation der Kohäsivelemente erfolgt dabei nach dem Kohäsivgesetz, welches hier mit zwei typischen Formen für duktilen und spröden Bruchverhalten abgebildet ist. Mit zunehmender Separation  $\delta$  zeigt sich, dass die Spannung zunächst bis zu einer definierten Kohäsivspannung  $T_0$  steigt. Erreicht die Separation anschließend einen kritischen Wert  $\delta_0$ , versagen die Elemente entlang des Kohäsivstreifens und können keine weitere Spannung übertragen. Der Risspfad ist somit durch die gewählte Kohäsivzone definiert.



**Abbildung 4.10:** Gewähltes Spannungs-Separationsgesetz für duktilen Werkstoffverhalten mit dem Differenzierungsgesetz nach Scheider und Brocks [102].

Nach experimentellen Untersuchungen ist bei einkristallinen Wolfram-Proben in der Mikroebene ein eher duktilen Werkstoffverhalten zu beobachten (vgl. Abschnitt 3.2). Entsprechend dieser Erkenntnis wird nach Scheider und Brocks [102] ein trapezförmiges Spannungs-Separationsgesetz mit differenzierbaren Übergängen gewählt, welches als benutzerdefiniertes Element in Abaqus implementiert werden kann [101]. Im Wesentlichen kann dieses Separationsgesetz nach Abb. 4.10 mit der Kohäsivspannung  $T_0$ , der Kohäsivenergie und der kritischen Separation  $\delta_0$  beschrieben werden. Die zwei Formparameter  $\delta_1$  und  $\delta_2$  ermöglichen zusätzlich eine flexible Anpassung des Separationsgesetzes, womit sich die Kohäsivenergie  $\Gamma_0$  unter der Kurve mit

$$\Gamma_0 = T_0 \delta_0 \left( \frac{1}{2} - \frac{1}{3} \frac{\delta_1}{\delta_0} + \frac{1}{2} \frac{\delta_2}{\delta_0} \right) \quad (4.15)$$

bestimmen lässt. Aus diesem Zusammenhang ergeben sich für die Beschreibung des Kohäsivgesetzes zwei unabhängige Modellparameter, welche in dieser Arbeit mit  $T_0$  und  $\Gamma_0$  gewählt und in Abschnitt 4.2.3 bestimmt werden.

Im FE-Modell des Mikro-Biegebalkens werden zweidimensionale Kohäsivelemente als benutzerdefinierte Interface-Elemente zwischen Kontinuums-elementen in Abaqus implementiert. Mit acht Knoten und vier Integrationspunkten ermöglichen diese Elemente eine Separation in alle Raumrichtungen, sodass an den Grenzflächen neben senkrechter Verschiebung (Modus I) auch tangential und transversale Verschiebungen (Modus II und Modus III) berücksichtigt werden können (Abb. 4.9). In einem vorgegebenen Risspfad können somit je nach Belastung alle drei Bruchmodi realisiert werden.



Die numerische Umsetzung, den Rissfortschritt mit Kohäsivelementen zu beschreiben, lässt sich im Wesentlichen nach dem Separationsgesetz in drei Phasen unterteilen:

1. Element erfährt keine große Belastung und verhält sich so, als wäre kein Riss vorhanden ( $\delta \ll \delta_1$ ).
2. Element wird belastet und verformt sich nach dem Separationsgesetz ( $\delta \leq \delta_0$ ).
3. Element verliert die Steifigkeit und ist entlastet ( $\delta > \delta_0$ ).

Abaqus bietet in der Elementbibliothek mit COH3D8 ebenfalls ein Kohäsivelement mit bilinearem Separationsgesetz an. Der Vorteil dieser Elemente liegt in der einfachen Implementierung innerhalb der Modellerstellung. Ein einfacher 2-Element-Zugversuch von Scheider [100] zeigt jedoch, dass diese Elemente nur für kleine Verschiebungen zuverlässig verwendet werden können. Während die Spannungsberechnung im Kontinuumsselement die aktuelle Elementfläche berücksichtigt, bezieht sich die Spannung im Kohäsivelement immer auf die Anfangsfläche und kann daher nur als technische Spannung verstanden werden. Eine Flächenaktualisierung innerhalb der Berechnungsschritte findet bei den aktuell implementierten Kohäsivelementen von Abaqus nicht statt. Bei duktilem Versagen mit großen Dehnungen ist dieser Ansatz somit nicht mehr anwendbar, da die tatsächlich wirkende Spannung in der Prozesszone von der technischen Spannung sehr stark abweicht.

Die benutzerdefinierten Kohäsivelemente nach der Definition von Scheider berücksichtigen die aktuelle Elementfläche und eignen sich daher auch für die Bestimmung der tatsächlichen Bruchfläche in weiteren Untersuchungen.

### 4.2.2 Einfluss der Elementgröße

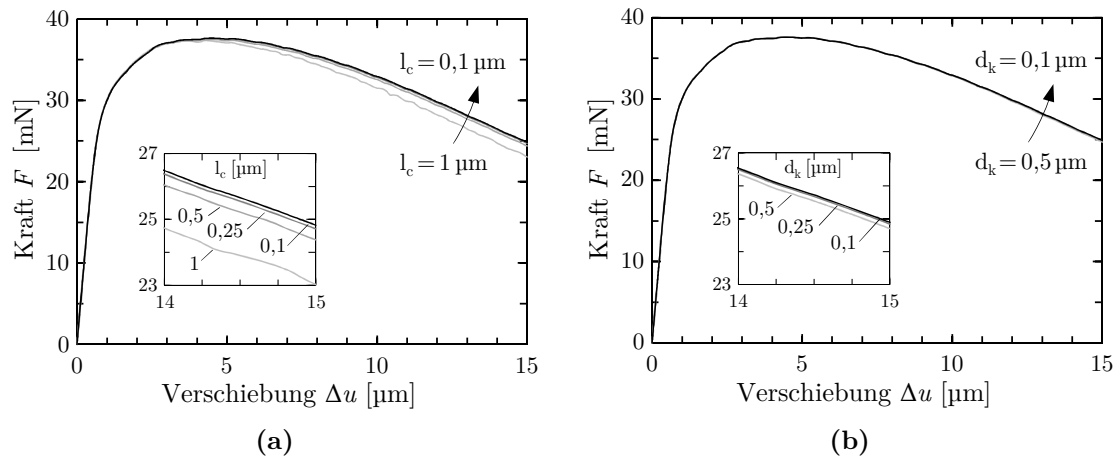
Nach der intrinsischen Ansatzfunktion der FEM, berechnen sich beispielsweise Spannungswerte an einzelnen Integrationspunkten, die anschließend an die äußeren Knotenpunkte der Elemente extrapoliert werden. Somit können je nach Verformung und Elementgröße netzabhängige Ergebnisse entstehen, welche nachfolgend im Speziellen für Kohäsivelemente erörtert werden.

In der Regel verformen sich Kohäsivelemente unter Belastung bis zum Versagenseintritt sehr stark und beeinflussen daher mit der Elementgröße maßgeblich die numerische Berechnung (Rissentstehung und -wachstum, etc.) durch mögliche Ex-

trapolationsfehler oder Singularitäten. Eine weitere Abhängigkeit entsteht aufgrund plastischer Verformungslokalisierungen einzelner Kohäsivelemente, sodass neben der Kohäsivelementlänge  $l_c$  auch die Dicke  $d_k$  der benachbarten Kontinuums-elemente einen Einfluss auf das Ergebnis hat. Zudem wird auch mit der Wahl der Elementbreite  $b_c$  der Abstand der Integrationspunkte entlang der Rissfront bestimmt. So kann  $b_c$  beispielsweise die Rissentstehung oder das Risswachstum der numerischen Lösung unabhängig von den Materialparametern beeinflussen. Eine realistische Abbildung des Material- und Strukturverhaltens erfordert somit die Untersuchung des Einflusses der Elementgröße auf das numerische Ergebnis .

Mit den Anforderungen von Schwalbe et al. [107], dass die Elementlänge  $l_c$  kleiner als die Separation  $\delta_0$  und kleiner als die Elementbreite  $b_c$  mit einem maximalen Aspektverhältnis von 1:5 zu wählen ist, kann eine allgemeine Vorauswahl der Elementgröße für sprödes und duktilen Werkstoffverhalten getroffen werden. In Bezug auf das duktile Verhalten darf die Elementlänge  $l_c$  nach Kabir et al. [60] jedoch bis zu einem vierfachen Wert der Separation  $\delta_0$  einnehmen, da die Elemente aufgrund der plastischen Zone weniger zu einem Locking-Effekt (Elementversteifung) neigen. Bei sprödem Verhalten ist die Elementlänge entsprechend kleiner zu wählen. In der nachfolgenden Netzstudie soll der Einfluss der Elementgeometrie auf die resultierende Kraft-Verschiebungskurve eines gekerbten Mikro-Balkens unter Biegebelastung untersucht werden. Hierfür wird nach Abschnitt 3.3.1 eine Standardgeometrie mit gerader Rissfront ausgewählt, um möglichst realistische Belastungs- und Randbedingungen zu berücksichtigen. Mit einer konstanten Elementdicke  $d_k$  und Elementbreite  $b_c$  von  $0,5 \mu\text{m}$  und  $1 \mu\text{m}$  werden zunächst die Elementlängen  $l_c$  entlang des Ligaments schrittweise von  $1 \mu\text{m}$  auf  $0,1 \mu\text{m}$  reduziert.

Die Kraft-Verschiebungskurven in Abb 4.11 (a) zeigen hierbei mit zunehmender Längenverfeinerung ein konvergierendes Verhalten. Die Abweichung ist jedoch geringer als erwartet und zeigt ein annähernd identisches Versagensverhalten. Gemäß dem Konvergenzverhalten und der Berücksichtigung der Rechenressourcen wird mit  $l_c = 0,2 \mu\text{m}$  eine konstante Elementlänge für die weiteren Berechnungen gewählt. Der Einfluss der Elementdicke  $d_k$  ist in Abb 4.11 (b) dargestellt und zeigt ein ebenfalls konvergierendes Verhalten. Aufgrund der sehr geringen Abweichung ist das Verhalten für den gewählten Bereich jedoch als annähernd netzunabhängig zu betrachten. Mit dieser Erkenntnis wird die Elementdicke der Kontinuums-elemente mit  $d_k = 0,2 \mu\text{m}$  entsprechend der Länge gleich gewählt.

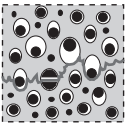
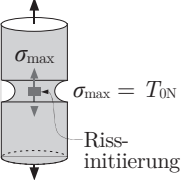
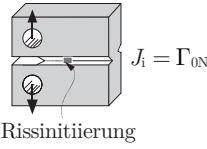


**Abbildung 4.11:** Konvergenzverhalten bei unterschiedlichen Geometrieverhältnissen der Kohäsiv- und Kontinuums-elemente mit der Verfeinerung der Elementlänge  $l_c$  bei konstanter Dicke  $d_k = 0,5 \mu\text{m}$  (a) und anschließender Verfeinerung der Dicke bei gewählter Elementlänge  $l_c = 0,2 \mu\text{m}$  (b).

Das Konvergenzverhalten mit den geringen Abweichungen bestätigt somit die Elementanforderungen von Schwalbe und Kabir [60, 107], sodass die Elementbreite hinsichtlich der Elementlänge nach dem zulässigen Aspektverhältnis von 5:1 mit  $b_c = 1 \mu\text{m}$  gewählt werden kann. Zudem wird die kleinste erwartete Separation des Kohäsivgesetzes nach Abschnitt 4.2.3 mit  $\delta_{0 \text{ min}} = 0,066 \mu\text{m}$  bestimmt, sodass Berechnungen mit einer Elementlänge von  $l_c = 0,2 \mu\text{m}$  realistische Ergebnisse abbilden. Eine entstehende Abweichung im Vergleich zu  $l_c = 0,1 \mu\text{m}$  ist hierbei sehr klein und vernachlässigbar (vgl. Abb 4.11 (a)). Es ist daher davon auszugehen, dass der Einfluss auf die Rissausbreitung mit der gewählten Elementgeometrie ( $l_c = 0,2 \mu\text{m}$ ,  $b_c = 1 \mu\text{m}$ ) gegenüber kleineren Kohäsivelementen vernachlässigbar klein ist. Allerdings ist bei der Untersuchung von kleineren Proben das Längenverhältnis der Kohäsivelemente entsprechend den Geometrieverhältnissen anzupassen.

### 4.2.3 Bestimmung der Eingabparameter

Kohäsivzonen können eine Vielzahl von Versagensmechanismen unterschiedlichster Werkstoffe und Belastungszustände abdecken. Daher erfolgt die Wahl des Separationsgesetzes und die Bestimmung der beschreibenden Parameter immer in Bezug auf den zu untersuchenden Werkstoff und Belastungsfall.

Duktilen Verhalten	$T_0$	$\Gamma_0$
Modus I 		

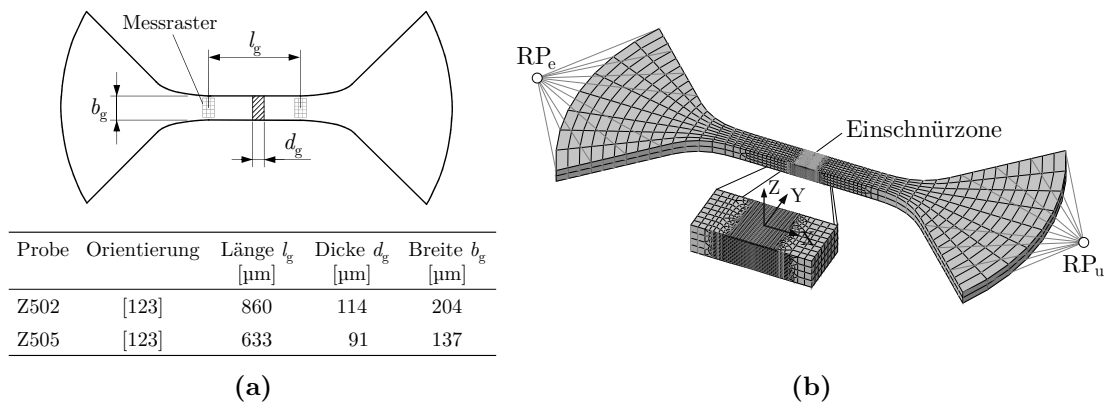
**Abbildung 4.12:** Darstellung der experimentellen Methoden zur Bestimmung der Kohäsivparameter nach [107].

Mit dem in der Mikrostruktur zu erwartenden duktilen Verhalten von einkristallinem Wolfram wird nach Scheider und Brocks [102] ein Separationsgesetz gewählt, welches aufgrund der zwei Formparameter diese Versagensart abbilden kann. Hierbei ist eine Wahl der Formparameter mit  $\delta_1 = 0,01$  und  $\delta_2 = 0,75$  für duktilen Verhalten üblich [30, 107] und zeigt mit einem kleinen  $\delta_1$  eine hohe Anfangssteifigkeit. Zur weiteren Beschreibung des Separationsgesetzes nach Gl. 4.15 ergeben sich mit der Kohäsivspannung  $T_0$  und der Kohäsivenergie  $\Gamma_0$  zwei weitere Materialparameter. Mit der Wahl geeigneter Probenformen können diese mit Hilfe experimenteller Untersuchungen in Kombination mit FEM Analysen bestimmt werden. Abb. 4.12 zeigt mit den skizzierten Probenformen den allgemeinen Ansatz zur Ermittlung der Kohäsivparameter für den reinen Normalbruch (Modus I) bei duktilem Verhalten. Dabei erfolgt die Bestimmung der Kohäsivspannung  $T_0$  aus der Bruchspannung von glatten oder gekerbten Zugproben, die Kohäsivenergie  $\Gamma_0$  dagegen aus Bruchmechanikversuchen mittels  $K_{Ic}$  oder  $J_i$ .

### Kohäsivspannung $T_0$

Die Bestimmung der Kohäsivspannung erfolgt mittels der in Abschnitt 3.2 vorgestellten experimentellen Untersuchungen an Mikrolaborproben in Kombination mit numerischen Simulationen. Aufgrund der kleinen Probengeometrie und des damit verbundenen mechanischen Aufwands werden ungekerbte Flachzugproben verwendet. Ein vorzeitiges Versagen hinsichtlich der bekannt hohen Kerbempfindlichkeit von Wolframeinkristallen ist somit vermeidbar.

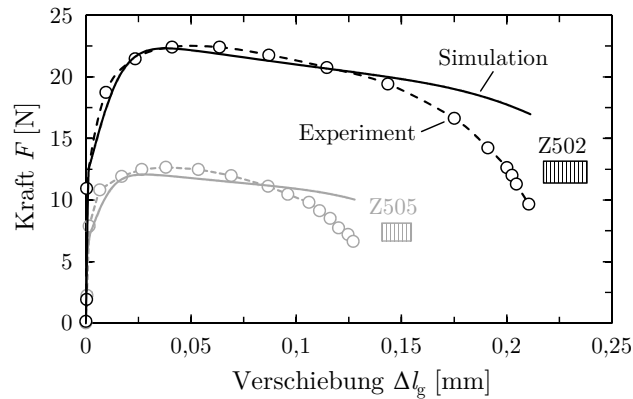
Anhand zweier ungekerbter Flachzugproben, nach Abb. 4.13 (a), wird die Kohäsivspannung  $T_0$  bei Normalbruch (Modus I) bestimmt, Modus II ist aufgrund der späteren Balkenbeanspruchung vernachlässigbar. Die Kohäsivspannung entspricht bei Zugproben der auftretenden lokalen Maximalnormalspannung beim Versagen



**Abbildung 4.13:** (a) Verwendete Mikro-Flachzugprobe für die Werkstoffcharakterisierung mit unterschiedlichen Größen. (b) Abstrahiertes FE-Modell der Mikrozugproben mit Randbedingungen und verfeinertem Elementnetz in der Einschnürzone.

und ist aufgrund der geringen Mehrachsigkeit gegenüber gekerbten Zugproben etwa 10 % bis 15 % niedriger. Mit der Kristallorientierung [123] wird jedoch eine Probenorientierung gewählt, welche mit einem primär aktivierbarem Gleitsystem ein starkes Einschnürverhalten aufweist und dadurch einen mehrachsigen Spannungszustand im Probenzentrum hervorruft. Bei diesem Werkstoffverhalten kann die Kohäsivspannung nicht mehr rein experimentell bestimmt werden und bedarf der Unterstützung durch dreidimensionale kristallplastische FE-Berechnungen mit entsprechend angepassten Materialparametern. Hierfür werden mit Z502 und Z505 zwei Probengeometrien gewählt, welche sich in der Geometrie mit der Dicke und Breite deutlich unterscheiden. Die Länge  $l_g$  definiert den Abstand der Messraster für die digitale Bildauswertung und dient somit auch als Basis für die Auswertung der Verschiebung in den numerischen Berechnungen.

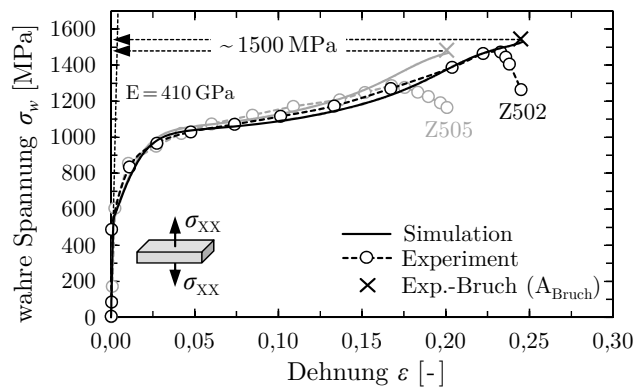
Das hierfür verwendete Simulationsmodell wird entsprechend der Probengeometrie aufgebaut und ist in Abb. 4.13 (b) dargestellt. Die Wahl der Randbedingungen ist bei der Verwendung von kristallplastischen Materialgesetzen besonders wichtig, da sich bei verschiedenen Kristallorientierungen aufgrund deren Gleitebenen inhomogene Deformationen einstellen können. Deshalb wird die gesamte Probengeometrie als dreidimensionales Rechenmodell mit Kontinuumselementen (C3D8) abgebildet. In den Versuchen erfolgen die Einspannung und die Belastung über zwei Spannbacken mit dem Einspann- und Verschiebeelement (vgl. Abb. 3.1 (a)). Diese Elemente werden im Modell vereinfacht mit zwei Referenzpunkten abgebildet. Eine kinematische Kopplung mit definierten Flächen ermöglicht eine realistische Beschreibung der vorliegenden Belastungen. Referenzpunkt  $RP_e$  ist dabei fest



**Abbildung 4.14:** Experimentelle Kraft-Verschiebungskurven von zwei Mikro-Zugproben im Vergleich mit den numerischen Ergebnissen zur Bestimmung der Kohäsivspannung  $T_0$ .

eingespannt und über  $RP_u$  erfolgt die axiale Verschiebung. Die effektive Verschiebungsänderung  $\Delta l_g$  der Messstrecke wird in diesem Modell über zwei Elementknoten mit dem Abstand  $l_g$  gemessen. Mit einer kleinen Verjüngung der Querschnittsfläche wird in der Probenmitte eine numerisch bevorzugte Einschnürzone definiert, die mittels Partitionen lokal feiner vernetzt ist. So kann mit dem Rechenmodell sowohl das Verformungs- als auch das Verfestigungsverhalten untersucht werden. Das Verformungsverhalten, wie in Abschnitt 3.2 gezeigt, ist sehr stark von der jeweiligen Orientierung abhängig, sodass es nach dem kristallplastischem Ansatz nicht gelingt, das Verformungsverhalten aller Kristallorientierungen mit einem Parametersatz konsistent zu beschreiben. Für die [123]-Orientierung ergibt sich mit  $\tau_0 = 245$  MPa,  $\tau_s = 460$  MPa und  $h_0 = 6000$  MPa somit ein modifizierter Parametersatz mit höherer Verfestigung, der das Verformungsverhalten der [123]-Orientierung abbildet. Die Problematik der Parameteranpassung nach dem kristallplastischen Ansatz wird in Abschnitt 5.5 und abschließend in Kapitel 6 diskutiert.

Ein Vergleich der Kraft-Verschiebungskurven aus Experiment und Simulation mit den gewählten Parametern ist in Abb. 4.14 dargestellt. Hierbei zeigen die experimentellen Kurven bis zu dem Kraftabfall infolge von Gleitvorgängen und Rissbildungen (in Form von Hohlraumwachstum und Oberflächenrissen) eine gute Übereinstimmung mit den numerischen Ergebnissen. Ein direkter Zeitpunkt der Rissinitiierung kann nicht charakterisiert werden, da an der Probenoberfläche noch keine Rissentstehung zu erkennen ist und die Vorgänge im Probeninneren bei den hier durchgeführten Versuchen nicht verfügbar sind.



**Abbildung 4.15:** Experimentelle Spannungs-Dehnungs-Kurven mit der inneren Normalspannung von zwei Mikro-Zugproben im Vergleich mit numerischen Ergebnissen zur Bestimmung der Kohäsivspannung  $T_0$ .

Jedoch stehen mit dem Einschnürverhalten weitere probenspezifische Informationen für die Bestimmung der Normalspannung zur Verfügung, welche beispielsweise in der Literatur [4, 18, 94] nicht zugänglich sind. So ermöglicht eine geometrische Untersuchung der eingeschnürten Mikrolaborproben die Bestimmung der wahren Normalspannung experimentell. Hierfür wird zunächst die Probenbreite  $b_g$  an der Einschnürung gemessen und unter der Annahme der isotropen Verformung auf die nicht verfügbare Probendicke  $d_g$  skaliert. Die so mit der Probenbreite und Probendicke ermittelte Fläche dient folglich als Grundlage für die Ermittlung der wahren Spannung  $\sigma_w$ . Entsprechend zeigt Abb. 4.15 mit der wahrenen Spannung über der Hencky-Dehnung<sup>1</sup> einen Vergleich der experimentellen und numerischen Ergebnissen anhand der beiden gewählten Zugproben. Bei den experimentellen Kurven ist ein Spannungsabfall zu beobachten, welcher im Allgemeinen eine Rissinitiierung mit stabilem Risswachstum im Probeninneren charakterisiert und bei der Probenvermessung daher nicht berücksichtigt werden kann (vgl. Abschnitt 5.5). So kann die maximale Normalspannung bei duktilen Werkstoffen nicht mit dieser Methode bestimmt werden und ist daher auf die Unterstützung der FE Analysen angewiesen. Diese zeigen bis zu dem Abfall eine gute Übereinstimmung und bilden das Werkstoffverhalten bis zur Bruchdehnung realistisch ab. Eine Spannungsbeziehung mittels der untersuchten Bruchfläche ( $A_{\text{Bruch}}$ ) bestätigt dies und ist mit einem Kreuz ( $\times$ ) in der Grafik markiert. Jedoch ist eine eindeutige Restbruchfläche aufgrund des stabilen und instabilen Risswachstums nur schwer bestimmbar und dient hierbei der reinen Plausibilitätsüberprüfung.

<sup>1</sup>Logarithmische oder wahre Dehnung bezogen auf die aktuelle Länge eines Körpers nach H. Hencky, 1885-1951.

Zum Zeitpunkt des Bruches ergeben sich nach der Simulation maximale Spannungen in der Probenmitte von 1528 MPa für Z502 und 1468 MPa für Z505. Aufgrund der geringen Abweichung der Maximalwerte kann die Kohäsivspannung mit  $T_o = 1500$  MPa gemittelt bestimmt werden und entspricht bei einem maximalen Schmid-Faktor von 0,5 und der resultierenden Fließgrenze von  $\tau_0 = 210$  MPa etwa  $3,6 \sigma_Y$ . In der Literatur sind häufig Werte zwischen  $2,5 \sigma_Y$  und  $5 \sigma_Y$  zu finden und bestätigen die Wahl der Kohäsivspannung [107].

### **Mehrachsigkeit $h$**

In erster Näherung kann das Separationsgesetz nach Scheider als materialspezifisch und geometrieunabhängig angesehen werden [107]. Mikromechanische Analysen zeigen jedoch, dass die Kohäsivspannung und die Kohäsivenergie (aufgrund Hohlraumbildung und Hohlraumkoaleszenz bei duktilen Werkstoffen) von der Mehrachsigkeit  $h$  des Spannungszustandes abhängen [103]. Mit zunehmender Mehrachsigkeit steigt die Kohäsivspannung bis zu einem Grenzwert an und kann mittels experimenteller und numerischer Untersuchungen quantifiziert und in dem Kohäsivmodell berücksichtigt werden. Diese Abhängigkeit zeigen Scheider u.a. auch in [103]. Der Anstieg der Kohäsivspannung ist in makroskopischen und polykristallinen Gefügen mit zunehmenden Verunreinigungen, Poren und Einschlüssen erklärbar und entsteht aufgrund vereinzelter Spannungssingularitäten an diesen Fehlstellen. Gegenüber makroskopischer Untersuchungen zeigt sich bei einkristallinen Werkstoffen mit wenigen Fehlstellen jedoch eine geringere Abhängigkeit der Mehrachsigkeit.

Die beiden ungekerbten Flachzugproben weisen zum Bruchzeitpunkt in FE-Analysen mit  $h_{Z502} = 0,47$  und  $h_{Z505} = 0,51$  eine verhältnismäßig hohe Mehrachsigkeit  $h$  infolge der Einschnürung auf. Bei den Mikro-Bruchversuchen wird mit  $h$  zwischen 2 und 3 eine höhere Mehrachsigkeit erwartet, welche nach Scheider mit einer annähernd konstanten Kohäsivspannung abgebildet werden kann [103].

Mit den beiden Eigenschaften, dass die Mehrachsigkeit bei Werkstoffen mit kleiner Fehlstellendichte eine geringe Abhängigkeit aufweist und der Tatsache, dass die Kohäsivspannung mit zunehmender Mehrachsigkeit einen Grenzwert anstrebt, wird die Kohäsivspannung mit  $T_o = 1500$  MPa als konstant angenommen. Diese Annahme verringert die Anzahl der hier zu bestimmenden Kohäsivparameter.



### Kohäsivenergie $\Gamma_0$

Die Kohäsivenergie wird üblicherweise bei der Rissinitiierung in experimentellen Untersuchungen der Biegeprobe nach Abb. 4.12 ermittelt und erfordert eine sehr sorgfältige Versuchsdurchführung. Hierbei charakterisiert das  $J$ -Integral mit  $J_i$  einen physikalischen Rissinitiierungswert, welcher bei hinreichender Wegunabhängigkeit von  $J$  der Kohäsivenergie  $\Gamma_0$  entspricht. Dieser Rissinitiierungswert kann in der Risswiderstandskurve der Versuche vereinfacht mit der kritischen Stretchzonenweite ( $SZW_c$ ) bestimmt werden. Bei der Verwendung von Standardproben ist hierfür keine aufwendige Datenerfassung erforderlich, da die Stretchzone mittels Rasterelektronenmikroskop nachträglich vermessen werden kann. Nach Schwalbe et al. [107] sind bei dieser Methode drei gebrochene Proben mit jeweils einer ausreichenden Rissverlängerung über die gesamte Probe ausreichend.

Standardisierte Probenuntersuchungen sehen jedoch eine Berücksichtigung von Mikroproben nicht vor, sodass die Versuchsrandbedingungen aufgrund der aufwendigen Probenherstellung und der schwer erreichbaren Rissinitiierung bei der Versuchsdurchführung nicht eingehalten werden können. Eine zuverlässige Bestimmung der Kohäsivenergie mit der Vermessung der Stretchzonenweite ist somit nicht gegeben.

Folglich wird hier die Kohäsivenergie in erster Näherung mit der dissipierten Bruchenergie, der sogenannten Energiefreisetzungsrate  $G$  nach Griffith [42] bestimmt. Diese steht im Rahmen der linear-elastischen Bruchmechanik in direkter Verbindung mit dem Spannungintensitätsfaktor und es gilt mit der oben beschriebenen Annahme, dass die Separationsenergie mit der Rissinitiierung korreliert, folgender Zusammenhang aus der LEBM

$$\Gamma_0 = J_i \hat{=} G_{Ic} = \frac{K_{Ic}^2}{E'} \quad (4.16)$$

mit  $E' = E/(1 - \nu^2)$  für den ebenen Verzerrungszustand. Diese Annahme steht jedoch mit dem elastisch-plastischem Ansatz in Widerspruch und gilt hier lediglich in einer ersten Näherung.

Als Grundlage für die Berechnung der Kohäsivenergie nach Gl. 4.16 dient die bruchmechanische Untersuchung von Riedle et al. [92]. Dabei beobachtete Riedle rissystemabhängige Bruchzähigkeiten an einkristallinen Makroproben, welche in Tab. 4.6 zusammenfassend mit der jeweiligen Kohäsivenergie dargestellt sind.

**Tabelle 4.6:** Bruchzähigkeit von einkristallinem Wolfram für die  $\{100\}$ - und  $\{110\}$ -Rissebene bei unterschiedlichen Rissfrontorientierungen von Riedle [92] mit der berechneten Kohäsivenergie  $\Gamma_0$  und der Separation  $\delta_0$  nach dem Kohäsivgesetz bei  $T_0 = 1500$  MPa.

Rissystem	$K_{Ic}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]	$\Gamma_0$ [N/mm]	$\delta_0$ [μm]
$\{100\} \langle 010 \rangle$	8,7	0,170	0,130
$\{100\} \langle 011 \rangle$	6,2	0,086	0,066
$\{110\} \langle 001 \rangle$	20,2	0,917	0,701
$\{110\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$	12,9	0,374	0,286

Aufgrund der Varianz der Spannungsintensitätsfaktoren resultiert ein möglicher Kohäsivenergiebereich von 0,086 N/mm bis 0,917 N/mm, welcher in der Simulation für das jeweilige Rissystem verwendet werden kann. In einem direkten Vergleich zwischen Experiment und Simulation kann zudem die Kohäsivenergie entsprechend der Versuchskurve angepasst werden und ermöglicht so eine Aussage über die Bruchzähigkeit.

### Kohäsivsteifigkeit $K_{CZ}$

Um ein elastisches Öffnen der Kohäsivelemente zu vermeiden, ist die Anfangssteifigkeit im Separationsgesetz mittels dem Formparameter  $\delta_1$  geeignet zu wählen. Mit  $\delta_1 = 0,01 \delta_0$  und dem in Tab. 4.6 definierten Separationsbereich  $\delta_0$  von 0,066 bis 0,701 kann die Anfangssteifigkeit näherungsweise mit

$$K_{CZ} = \frac{2 \cdot T_0}{\delta_1} \quad (4.17)$$

zu 428 GPa bis 4545 GPa berechnet werden. Aufgrund der Differenzierungsmethode (vgl. Abb. 4.10) ist die Steifigkeit mit  $\delta \rightarrow 0$  für den gesamten Separationsbereich höher als das elastische Verhalten von Wolfram (410 GPa) und verhindert so eine unerwünschte Öffnung der Kohäsivelemente.

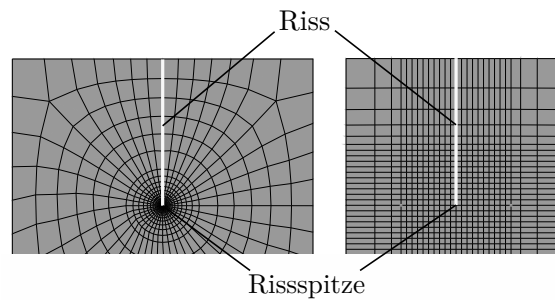
### 4.3 Finite Elemente Modellierung und Berechnungsmethode

Zur Steigerung der Aussagegenauigkeit von Verformungen und bruchmechanischen Vorgängen werden in dieser Arbeit diskretisierte Finite Elemente Modelle eingesetzt. So lassen sich detaillierte Studien auf mikroskopischer Ebene durchführen, die eine Untersuchung des Materialverhaltens unter komplexen Lastfällen ermöglichen. Einflüsse wie die Wechselwirkung zwischen den Kristallen oder die Wirkung unterschiedlicher Kristallformen werden in dieser Arbeit nicht betrachtet.

#### 4.3.1 Mikro-Biegebalken mit bruchmechanischem Ansatz

Für die numerische Untersuchung bruchmechanischer Vorgänge ist ein Simulationsmodell erforderlich, welches die realen Versuchsbedingungen mit geeigneten Randbedingungen abbilden kann. Durch getroffene Vereinfachungen entspricht die Simulation folglich nur einer Approximation des physikalischen Vorgangs. Wie gut diese Annäherung an den realen Bruchvorgang konvergiert, ist primär vom Simulationsmodell und dem verwendeten Materialmodell abhängig. Daher wird nachfolgend gesondert auf die Modelleigenschaften mit deren Vereinfachungen sowie Anfangs- und Randbedingungen eingegangen. Die Erstellung, Berechnung und Auswertung solcher Modelle erfolgt dabei mit dem kommerziellen Finite-Element-Programm Abaqus/CAE [1].

In der Bruchmechanik finden eine Vielzahl verschiedener Simulationsansätze und -methoden ihre Verwendung. Hier wird zwischen der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) und der elastisch-plastischen Bruchmechanik (EPBM) unterschieden. Wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, entsteht an der Rissspitze mit abnehmendem Kerbradius  $r$  an der Rissfront für  $r \rightarrow 0$  eine Singularität mit  $1/\sqrt{r}$  für die LEBM und  $1/r$  für die EPBM. Für die Berücksichtigung dieser Singularität werden hierfür unterschiedliche Vernetzungsmethoden in der Simulation verfolgt. Rechenmodelle ohne wachsenden Riss, mit einem sogenannten stationären Riss, verwenden für die Untersuchung von Spannungsfeldern mit singulären isoparametrischen Viertelpunktelementen häufig speziell entwickelte Rissspitzenelemente (vgl. Abb. 4.16). Mit der Verschiebung einer Elementkante auf einen Knoten sowie der Mittelknotenversetzung auf die 1/4-Position können diese Elemente an der Rissspitze je nach Mittelknotenverschiebung sowohl die  $1/\sqrt{r}$ - als auch die  $1/r$ -Singularität beschreiben und sind für die Rissspitzenöffnung bei großen plastischen Verformungen unentbehrlich.

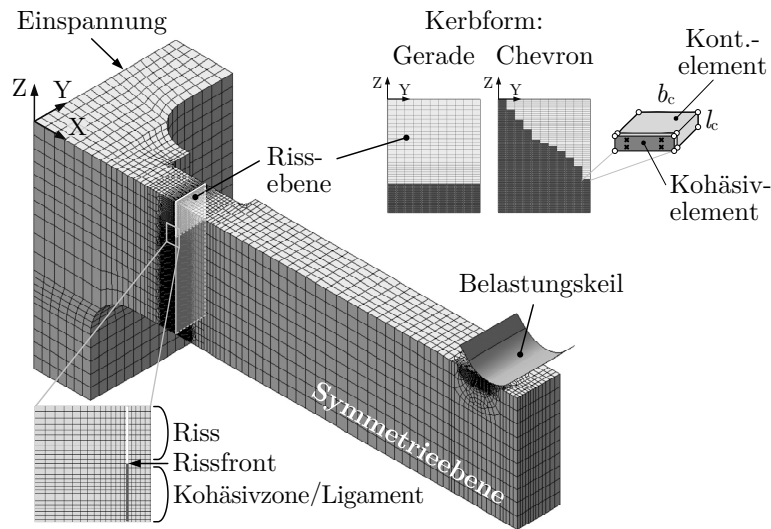


**Abbildung 4.16:** Rissspitzenvernetzung mit Viertelpunktelementen (links) und strukturierter Vernetzung (rechts) an der Risspitze.

Diese Vernetzungsmethode wurde zu Beginn für die Entwicklung der Probengeometrie verwendet, um Geometrieverhältnisse und Vernetzungseinflüsse bei Biegebelastung zu untersuchen. Mit dem Mikrobiegebalken nach Abb. 3.4 (Abschnitt 3.3.1) wurde eine geeignete Probengeometrie gefunden, welche für das nachfolgend modellierte Simulationsmodell in Abb. 4.17 als Referenz dient.

In der Simulation wird das plastische Verformungsverhalten von einkristallinem Wolfram über das kristallographische Abgleiten von unterschiedlichen Ebenen beschrieben. Das Abgleiten auf diesen sogenannten Gleitebenen erfolgt hierbei kontinuumsmechanisch nach der kristallplastischen Formulierung von Asaro [6] mittels linearer Hexaederelemente (C3D8). Die Kristallplastizität ist über ein *user defined material* (UMAT) in Abaqus mit einer Subroutine eingebunden. Die Implementierung erfolgte durch Huang [53] und ist neben den Materialparametern in Abschnitt 4.1 näher beschrieben.

Anhand der beiden hier untersuchten Kristallorientierungen mit den Rissystemen  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$  und  $\{100\}\langle 011\rangle$  ergibt sich bezüglich der Gleitebene eine Symmetrie, die ermöglicht, dass die Probe mit einer Hälfte modelliert werden kann. An der Einspannstelle sind die Elementknoten dagegen in alle drei Raumrichtungen fixiert. Die ausreichend groß modellierte Einspannstelle verhindert dabei eine Starrkörperdefinition, welche die Prozesszone beeinflussen könnte.



**Abbildung 4.17:** FE-Modell der Mikro-Biegebalkenprobe für bruchmechanische Untersuchungen mit Randbedingungen.

Der im Fernfeld wirkende Indenter wird als Starrkörper modelliert und über die Verschiebungsrandbedingung mit der Versuchsgeschwindigkeit von 20 nm/s gesteuert. Der Kontakt zwischen Indenter und dem Biegebalken ist in Richtung der Normalen als *Hard Contact* definiert. In tangentialer Richtung wird zur Stabilisierung der numerischen Rechnung ein Coulomb-Reibgesetz (*Penalty*) angenommen, dessen Reibkoeffizient  $\mu$  neben dem Indenterspitzenradius in einer numerischen Studie von 0,0 bis 0,4 untersucht wird (vgl. Abschnitt 5.1). Die lokale Netzverfeinerung in der Kontaktzone führt dazu, dass reale Oberflächendeformationen abgebildet werden und die Kontaktkraft zwischen Indenter und Probe kontinuierlich übertragen wird. Mit einem Kegelindeuter und einem abgerundeten Keilindeuter kommen in der Simulation zwei verschiedene Geometrien zum Einsatz.

Für die Simulation von Rissfortschritt eignen sich die oben beschriebenen Viertel-punktelemente jedoch nicht, da für eine kontinuierliche Risswachstumsentwicklung eine regelmäßige Elementanordnung im Ligament erforderlich ist. Hierfür wird eine strukturierte Vernetzung nach Abb. 4.16 mit der rechten Teilabbildung bevorzugt verwendet, wobei der komplexe Prozess der Bindungslösung bei Rissfortschrittsimulationen in der Regel mit den Mitteln der klassischen Kontinuumsmechanik nicht beschrieben werden kann.

Um das experimentell beobachtete Risswachstum numerisch quantitativ interpretieren zu können, wird ein Rissfortschrittsmodell basierend auf Kohäsivzonen im Ligament des Rechenmodells nach Abb. 4.17 implementiert. Die sogenannten Kohäsivelemente bilden eine Kohäsivzone und können mittels Separationsgesetz die Rissinitiierung und das Risswachstum beschreiben und abbilden. Die wichtigsten Parameter sind dabei die Kohäsivspannung und die kritische Separationsenergie. Mit dem Erreichen eines definiert kritischen Zustandes verlieren die Kohäsivelemente ihre Steifigkeit und die Kontaktbindungen der Kontinuums-elemente lösen sich. Die nicht mit Kohäsivelementen gekoppelten Doppelknoten charakterisieren hierbei den mathematisch scharfen Anriss.

Die Kohäsivelemente werden in einer definierten Rissebene (*Seam*) mit orthogonal angeordneten Doppelknoten der Dicke null eingefügt. Dies hat den Vorteil, dass die Elemente innerhalb dieser Rissebene individuell implementiert werden können und so neben geraden Kerbformen auch schräge Kerbformen realisierbar sind, wie beispielsweise die Chevron-Kerbe. Die Elementbreite  $b_c$  entspricht dabei der Mindestauflösung der diskretisierbaren Schräge und bildet folglich Treppen-Linie ab. Mit einer numerischen Anomalie ist aufgrund der kleinen Elementlänge  $l_c$  (vgl. Abschnitt 4.2.2) jedoch nicht zu rechnen. Auf die Wahl der geeigneten Elementgröße wird mit der Beschreibung der Kohäsivzone in Abschnitt 4.2 eingegangen.

# Kapitel 5

## Ergebnisse und Diskussion

### 5.1 Einfluss der Lateralkraft auf die Prozesszone

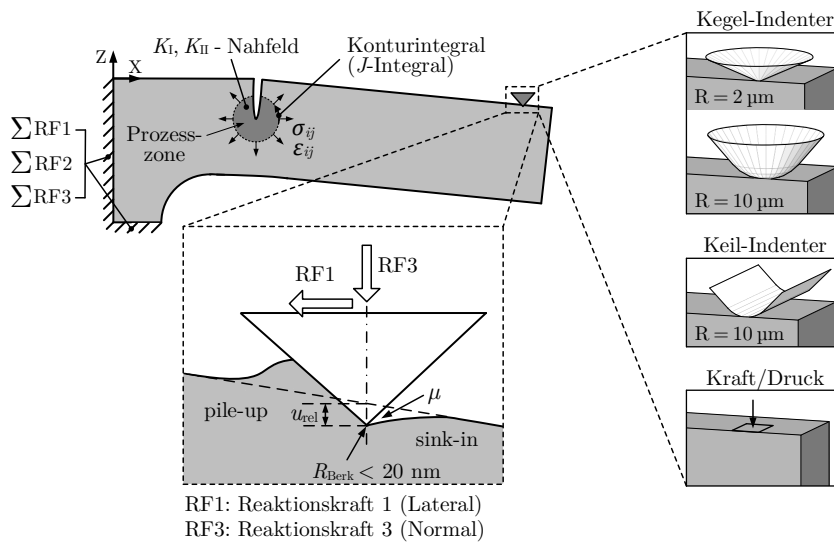
In diesem Abschnitt wird zunächst in einer elastischen Studie der Einfluss der Krafteinleitung über einen Indenter auf die Spannungsverteilung in der Prozesszone untersucht. Durch den Kontakt zwischen Indenter und Balken und wegen der einseitigen Einspannung des Balkens ist hier gegenüber genormten Proben eine Abweichung der Rissöffnungsart zu erwarten. Dieser Einfluss soll in einer weiteren Betrachtung auch mit kristallplastischem Materialverhalten und der Berechnung des  $J$ -Integrals untersucht werden.

#### 5.1.1 FE-Modellierung

Um den Einfluss der Kontaktrandbedingung auf den Belastungszustand des Biegebalkens zu untersuchen, wird das Rechenmodell nach Abschnitt 4.3.1 ohne Rissfortschrittsmodell verwendet. Die Geometrie wurde dabei mit  $B = 28,6 \mu\text{m}$ ,  $W = 55 \mu\text{m}$ ,  $a = 15 \mu\text{m}$  und  $L = 148 \mu\text{m}$  entsprechend der experimentellen Balkengeometrie aus der ersten Charge gewählt.

Aufgrund der Lastaufbringung mittels Nanoindenter wird an der Kontaktstelle zwischen Indenter und Balken mit zunehmender Indenterverschiebung eine steigende Relativbewegung sowie eine lokal wachsende Materialverformung erwartet. Dieser Zusammenhang ist in Abb. 5.1 grafisch dargestellt. Die Darstellung zeigt neben der resultierenden Normalkraft RF3 die Entstehung einer lateralen Querkraft mit RF1 infolge der Indenterrelativverschiebung  $u_{\text{rel}}$ .

Die Begriffe *pile-up* und *sink-in* sind aus der Indentierung bekannt und bezeichnen mit dem Aufwurf und dem Einsinken der Materialoberfläche zwei gegensätzliche Effekte. Dieses Verhalten ist neben dem Reibkoeffizienten  $\mu$  auch sehr stark von der



**Abbildung 5.1:** Schematische Darstellung der Deformation aufgrund der Indenter-Eindringung bei der Belastung des einseitig eingespannten Biegebalkens. Kegel- und Keil-Indenter sowie die direkte Kräfteinleitung über eine konzentrierte Kraft oder einen Flächendruck bilden dabei verschiedene Varianten zur Kräfteinleitung in der numerischen Studie ab.

Indentergeometrie und dem Materialverhalten abhängig. Eine numerische Untersuchung mit verschiedenen Indentergeometrien nach Abb. 5.1 und eine Variation der Reibkoeffizienten zwischen 0 und 0,4 soll dabei den Einfluss der Kräfteinleitung auf die Spannungsverteilung in der Prozesszone charakterisieren. In dem Simulationsmodell werden hierfür mit einem Kegel-Indenter ( $R = 2 \mu\text{m}$ ,  $R = 10 \mu\text{m}$ ), einem Keil-Indenter ( $R = 10 \mu\text{m}$ ) sowie einer direkten Flächenverschiebung und einem Kontaktdruck verschiedene Belastungsmethoden modelliert. Der achsensymmetrische Kegel-Indenter entspricht dabei einem vereinfachten Berkovich-Indenter, der in den Versuchen zunächst eingesetzt wurde. Der Spitzenradius  $R_{\text{Berk}}$  ist dabei kleiner als  $20 \text{ nm}$  und wäre folglich mit einer sehr starken Netzverfeinerung der Kontaktflächen zu berücksichtigen. Daher wird hier der Radius hinsichtlich des besseren Konvergenzverhaltens deutlich größer gewählt, da eine direkte Analyse der Kontaktbedingung nicht durchgeführt wird. Mit einem Radius von  $2 \mu\text{m}$  und  $10 \mu\text{m}$  kann die Elementlänge an der Kontaktfläche des Biegebalkens entsprechend mit  $0,2 \mu\text{m}$  und  $0,5 \mu\text{m}$  vernetzt werden. Die Wahl der numerischen Kontaktformulierung mit *Penalty* oder *Lagrange-Multiplier* sowie der Diskretisierungsmethode zwischen *Node-to-surface* und *Surface-to-Surface* zeigte dabei keinen Einfluss auf die Belastung in der Prozesszone.

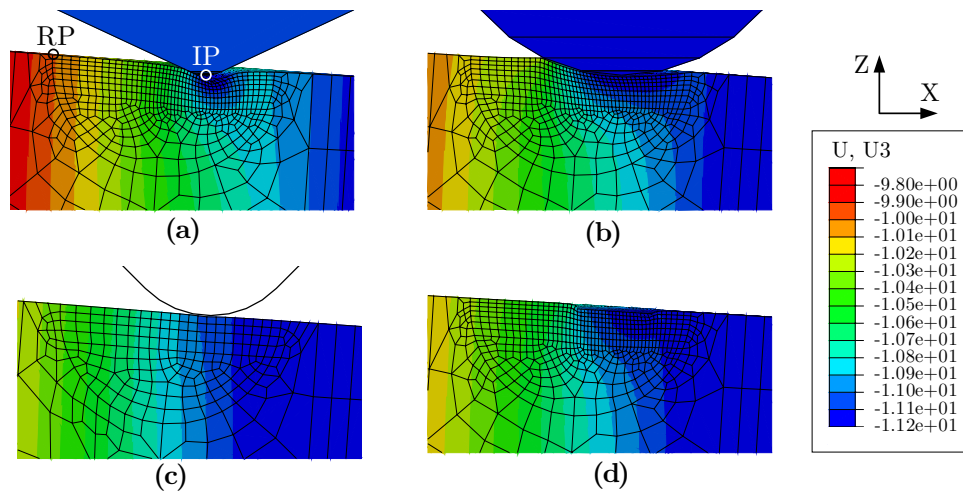


### 5.1.2 Ergebnisse der elastischen Analyse

Mit dem in Abschnitt 4.3 beschriebenen Modell werden Simulationsstudien mit unterschiedlichen Indentergeometrien und Reibbedingungen durchgeführt. Da beide Einflüsse jedoch bei der experimentellen Versuchsmethode nicht bestimmbar sind, soll hier gezeigt werden, welche Indenterform den geringste Einfluss auf die Spannungsintensität in der Prozesszone hat und wie die Reibung das Experiment beeinflusst

Die Ergebnisse der Simulationen zeigen, dass neben der Normalkraft eine Lateralkraft in Richtung der Einspannstelle auftritt. Diese Lateralkraft wird einerseits durch das Eindringen der Indenterspitze und andererseits infolge der Relativbewegung zwischen Indenter und Probenoberfläche verursacht. Dabei ist die Eindringtiefe mit zunehmender Belastung stark von der Indentergeometrie abhängig, welche sich hier grundlegend mit der Punkt- und Linienbelastung in zwei unterschiedliche Krafteinleitungsarten charakterisieren lassen.

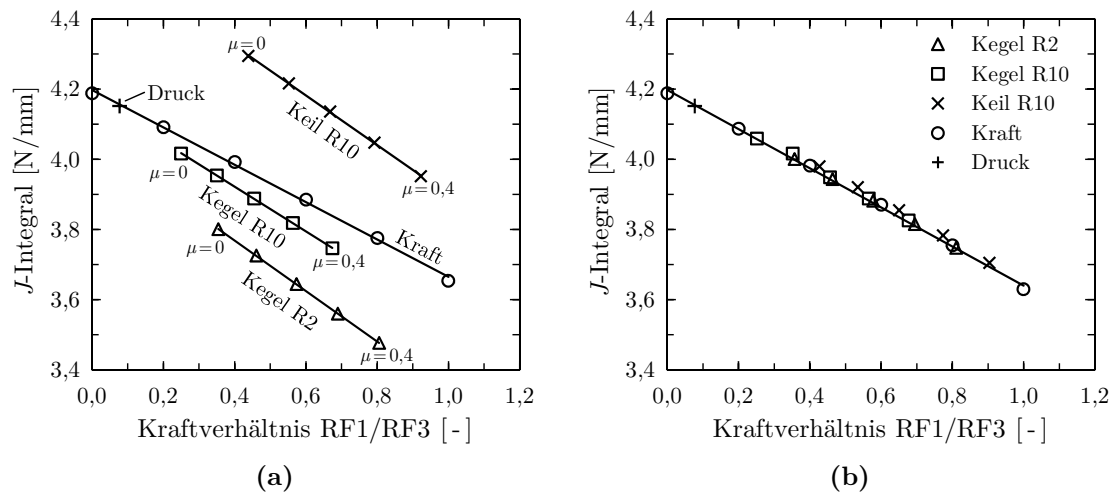
Abb. 5.2 zeigt die lokalen Verformungen der Kontaktzone für die beiden Indentergeometrien sowie die Kontaktkraft, bei einer Verschiebung  $u$  von  $11,1 \mu\text{m}$  und einer Reibzahl  $\mu$  von  $0,2$ . In (a) mit  $R = 2 \mu\text{m}$  gegenüber (b) mit  $R = 10 \mu\text{m}$  wird deutlich, dass die Indenterspitze mit einem kleinen Radius zu einer stärkeren lokalen Verformung unter dem Indenter führt. Es resultiert eine Abweichung aufgrund der relativen Verschiebung zwischen Indenter und Balkenoberfläche, die zu einem indenterabhängigen Fehler in der Wegmessung führt. Andererseits resultieren bei kleinem Spitzenradius infolge der Materialaufschiebung mit RF1 größere Lateralkräfte. Mit dem Keil-Indenter (c) erfolgt aufgrund der Linienbelastung eine homogene Verschiebung des Biegebalkens ohne große Kontaktverformung. Folglich ist bei der Versuchsdurchführung eine genauere Verschiebungsmessung zu erwarten, da die tatsächliche Verschiebung nicht durch eine Relativverschiebung  $u_{\text{rel}}$  verfälscht wird. Die Kontaktkraft (d), die als konzentrierte Kraft auf eine Fläche gekoppelt ist, zeigt ein ähnlich homogenes Verschiebungsbild wie es auch bei dem Flächendruck entsteht und hier nicht gezeigt ist. Jedoch ist hier das Kräfteverhältnis zwischen RF1 und RF3 direkt zu wählen und beruht nicht auf dem Verschiebungsvorgang mittels Reibgesetz. Zudem kann die definierte Fläche keine tangentielle Relativbewegung des Indenters simulieren, sodass hier gegenüber den experimentellen Versuchen eine zusätzliche Abweichung entsteht.



**Abbildung 5.2:** Darstellung der Kontaktprozesszone in der Symmetrieebene für verschiedene Indentergeometrien bei gleicher Verschiebung des Indenters von  $11,1 \mu\text{m}$  in Z-Richtung. Im Vergleich zeigt der Kegel-Indenter mit kleinem Spitzenradius ( $R = 2 \mu\text{m}$ ) in (a) gegenüber einem größeren Radius ( $R = 10 \mu\text{m}$ ) in (b) sowie dem Keil-Indenter (c) oder der Flächenbelastung (d) eine deutlich größere Relativverschiebung  $u_{\text{rel}}$  zwischen Indenterspitze und Balkenoberfläche.

In einer weiteren Untersuchung soll nun gezeigt werden, wie stark sich die oben gezeigten Einflüsse der Querkraft, der Relativverschiebung und der Eindringung auf das Spannungsfeld vor der Risspitze auswirken. Hierfür werden die bruchmechanischen Kennwerte mit dem  $J$ -Integral und den Spannungsintensitätsfaktoren  $K$  in linear-elastischen Simulationsmodellen berechnet und ausgewertet. Die Simulationen werden dabei für die verschiedenen Indentergeometrien mit Reibkoeffizienten zwischen 0 und 0,4 wiederholt. Für die Berechnungen mit konzentrierter Flächenkraft wird das Verhältnis zwischen Lateral- und Normalkraft entsprechend angepasst.

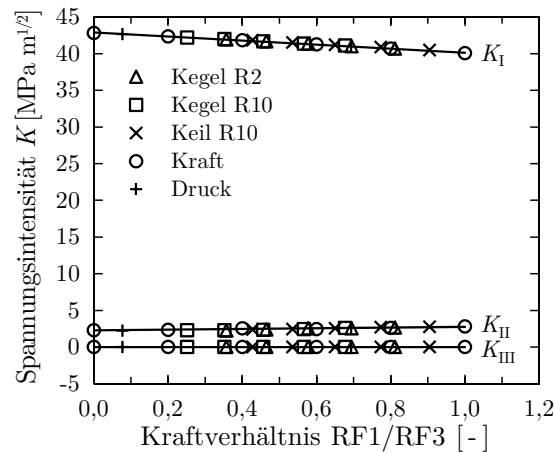
Die Ergebnisse sind in Abb. 5.3 (a) dargestellt und zeigen mit dem Kraftverhältnis  $\text{RF1}/\text{RF3}$  die Abhängigkeit des  $J$ -Integrals bei gleicher Indenterverschiebung. Hier wird deutlich, dass die  $J$ -Werte mit zunehmender Lateralkraft  $\text{RF1}$ , unabhängig von der Indentergeometrie, linear abnehmen. Zudem zeigen die Ergebnisse auch eine resultierende Lateralkraft bei reibungsfreien Rechnungen mit  $\mu = 0$ . Das Verhältnis  $\text{RF1}/\text{RF3}$  variiert dabei geometrieabhängig zwischen 0,25 und 0,44 und steigt mit zunehmendem Reibkoeffizienten. Weiterhin verdeutlichen die Kurven auch einen direkten Einfluss der unterschiedlichen Indentergeometrien. Indenter mit kleinem Radius zeigen tendenziell geringere Werte für  $J$ .



**Abbildung 5.3:**  $J$ -Integral in Abhängigkeit des Kraftverhältnisses von Lateralkraft zu Normalkraft mit  $RF1/RF3$  für verschiedene Belastungsvarianten. Dargestellt sind die Ergebnisse bei (a) gleicher Indenterverschiebung (IP) von  $11,1 \mu\text{m}$  und bei (b) gleicher Verschiebung eines gewählten Referenzpunktes (RP) außerhalb der Kontaktzone von  $10 \mu\text{m}$ .

Kleine Radien führen dabei zu starken lokalen Verformungen unterhalb des Indenters. So kann aufgrund der größeren Relativverschiebung  $u_{\text{rel}}$  bei gleicher Indenterverschiebung eine geringere Balkenverschiebung beobachtet werden. Folglich ist die Biegebelastung des Balkens kleiner und es resultiert ein geringeres  $J$ -Integral bei gleicher Verschiebung. Dieser Einfluss ist bei einem Kegel-Indenter mit kleinem und großem Radius, sowie bei der Krafteinleitung mittels konzentrierter Kraft auf eine kleine Fläche gegenüber der Linienbelastung des Keil-Indenters zu sehen. Bei letzterem führt die geringere Relativverschiebung des Keil-Indenters zu einem höheren  $J$ -Integral. Der Vergleich zeigt, dass die Werte bei gleicher Indenterverschiebung aufgrund unterschiedlicher Spitzengeometrien bis zu 12 % abweichen können.

Die Betrachtung der Verschiebung eines Referenzpunktes (RP) außerhalb der Kontaktzone nach Abb. 5.2 (a) verdeutlicht diese Abhängigkeit und Abb. 5.3 (b) zeigt die berechneten  $J$ -Werte bei gleicher Referenzpunktverschiebung. Die gleiche Verschiebung von RP charakterisiert dabei eine gleichgroße Prozesszonebelastung und der Einfluss der unterschiedlichen Indentergeometrien ist vernachlässigbar. Alle Kurven zeigen hier einen gleichartigen Trend. Auf diese Weise wird die Abhängigkeit des  $J$ -Integrals über die Indentergeometrie unterbunden und  $J$  wird nur über das Verhältnis von Lateralkraft zu Normalkraft definiert.



**Abbildung 5.4:** Ergebnis der numerischen Untersuchung der Rissöffnungsart für den gekerbten Biegebalken bei unterschiedlichen Kräfteinleitungen. Die Spannungsintensitätsfaktoren  $K_I$ ,  $K_{II}$  und  $K_{III}$  zeigen bei einer Referenzpunktverschiebung von 10  $\mu\text{m}$  einen dominanten Modus I.

Wie in Abb. 5.3 dargestellt, entstehen aufgrund der Indenterbelastung grundlegend prozesszonenbeeinflussende Lateralkräfte. Daher soll eine weitere Untersuchung zeigen, wie stark sich dieser Einfluss auf die Rissöffnungsart auswirkt. Hierfür werden mit den Grundlagen der LEBM die Spannungsintensitätsfaktoren des jeweiligen Modus mit  $K_I$ ,  $K_{II}$  und  $K_{III}$  berechnet und ausgewertet. Die  $K$ -Faktoren werden dabei mittels der FEM nach Gl. 2.15 berechnet.

In Abb. 5.4 sind die numerischen Werte  $K_I$ ,  $K_{II}$  und  $K_{III}$  für unterschiedliche Indentergeometrien und Reibkoeffizienten aufgetragen. In Abhängigkeit der Belastung führt eine zunehmende Lateralkraft zu abnehmenden  $K_I$ - und leicht ansteigenden  $K_{II}$ -Werten. Mit  $K_I$  und  $K_{II}$  entsteht eine kombinierte Beanspruchung, die jedoch im Vergleich zeigt, dass die Rissöffnung nach Modus I die dominante ist. Die Risscherung nach Modus II ist mit einem Anteil von etwa 6 % vernachlässigbar klein. Modus III ist dagegen nicht vorhanden. Basierend auf dem großen Unterschied zwischen  $K_I$  und  $K_{II}$  kann für die weitere Betrachtung die Belastungsart als reiner Modus I angenommen werden.

Somit konnte gezeigt werden, dass der Einfluss der Indenterspitze auf die Rissöffnungsart vernachlässigbar klein ist, der Einfluss der Relativverschiebung auf die Berechnung von  $J$  bzw.  $K$  aber nicht vernachlässigt werden darf. Für die weiteren experimentellen und numerischen Untersuchungen wird daher ein Keil-Indenter empfohlen, da dieser deutlich weniger in den Balken eindringt und die zu erwartende Abweichung bei der Berechnung des  $J$ -Integrals am geringsten ist.

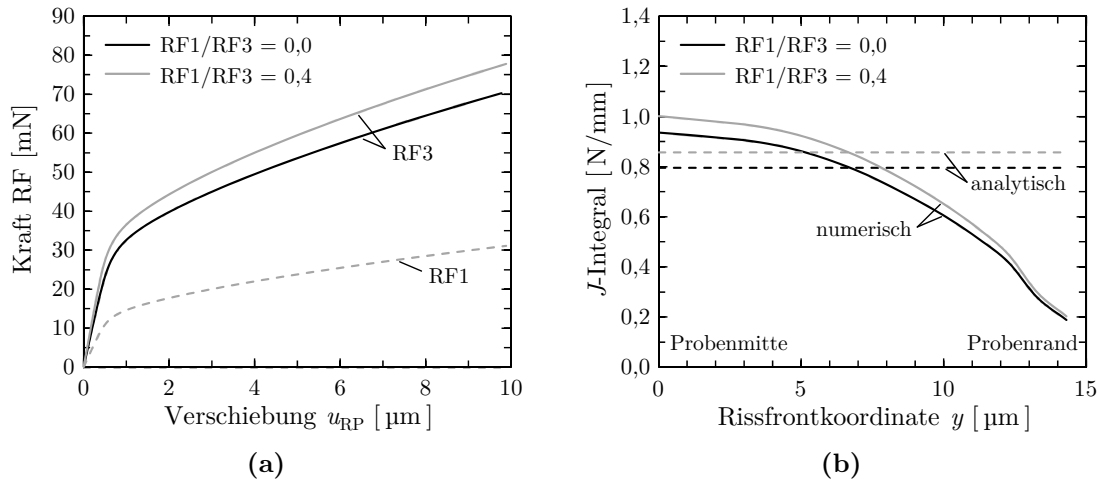
### 5.1.3 Ergebnisse der kristallplastischen Analyse

In der folgenden Untersuchung wird das Materialmodell mit dem kristallplastischem Ansatz nach Abschnitt 4.1.1 mit den Materialparametern der [112]-Anpassung nach Tab. 4.3 erweitert. Dies erlaubt unter Berücksichtigung der Kristallorientierung die plastischen Verformungen vor der Rissspitze und entlang der Rissfront zu analysieren. Hierfür wird die Belastung mittels konzentrierter Krafteinleitung ohne ( $RF1/RF3 = 0$ ) und mit ( $RF1/RF3 = 0,4$ ) resultierenden Lateralkräften modelliert. Die Kristallorientierung wurde dabei so gewählt, dass das Rissystem  $\{011\}\langle 0\bar{1}1 \rangle$  in der Rissebene des Biegebalkens liegt.

Das Biegeverhalten der beiden oben beschriebenen Lastfälle ist in Abb. 5.5 (a) mit Kraft-Verschiebungskurven dargestellt. Die grauen Kurven entsprechen dabei dem Lastfall mit auftretender Lateralkraft ( $RF1/RF3 = 0,4$ ) und zeigen gegenüber der schwarzen Kurve ohne Lateralkraft eine höhere resultierende Normalkraft. Übertragen auf die Indenterbelastung bedeutet dies, dass mit zunehmendem Reibungskoeffizient auch die Normalkraft steigt. Der Kraftunterschied entsteht dabei während des Biegevorganges aus dem Zusammenspiel von Materialverformung und Materialanhäufung vor dem Indenter.

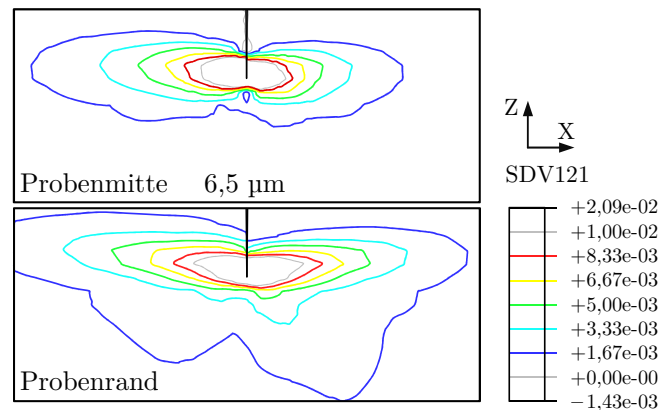
Abb. 5.5 (b) zeigt die Entwicklung des  $J$ -Integrals entlang der Rissfront bei einer Referenzpunktverschiebung von  $10 \mu\text{m}$ . Hierbei wird das numerisch berechnete  $J$ -Integral von Abaqus und das analytisch berechnete  $J$  nach Gl. 2.11 dargestellt. Mit  $\eta = 1,9$  ergibt sich für den Fall der reinen Normalkraft ein gemittelter analytischer Wert für  $J$  von  $0,8 \text{ N/mm}$ . Für den Lastfall mit einer Lateralkraft von  $40 \%$  ( $RF1/RF3 = 0,4$ ) erhöht sich das  $J$ -Integral um  $7,5 \%$  auf  $0,86 \text{ N/mm}$ . Dies kann mit einem höheren Anteil von  $J_{pl}$  aufgrund der höheren Normalkraft erklärt werden.

Der numerische Verlauf von  $J$  entlang der Rissfront ist ebenfalls in Abb. 5.5 (b) zu sehen. Erwartungsgemäß ist das  $J$ -Integral in der Symmetrieebene maximal und beschreibt mit dem ebenen Verzerrungszustand einen kritischen Beanspruchungszustand. Hier wird auch die Rissinitiierung mit anschließendem Rissfortschritt erwartet. Von der Symmetrieebene zur Oberfläche ergibt sich ein abfallender Kurvenverlauf, der gemittelt mit  $0,73 \text{ N/mm}$  und  $0,78 \text{ N/mm}$  eine gute Näherung gegenüber den analytischen Werten darstellt.



**Abbildung 5.5:** Numerische Ergebnisse eines gekerbten Mikro-Biegebalkens bei implementierter Kristallplastizität und einem gewählten  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissssystem. (a) Vergleich der Kraft-Verschiebungskurven mit der Normalkraft RF3 und Lateralkraft RF1 für charakteristische Kraftverhältnisse  $RF1/RF3$  von 0 und 0,4 bei gleicher Referenzpunktverschiebung  $u_{RP}$ . (b) Entwicklung der numerischen  $J$ -Integral-Werte entlang der Rissfront von der Probenmitte bis zum Probenrand im Vergleich zu den analytisch berechneten Werten bei  $u_{RP} = 10 \mu\text{m}$ .

Dank der Kristallplastizität können Gleitaktivitäten bei numerischen Berechnungen über die Scherdehnung untersucht und einzelne Gleitsysteme dargestellt werden. Um eine Vorstellung von der Zone mit aktiven Gleitvorgängen zu erhalten, ist in Abb. 5.6 die akkumulierte Scherdehnung vor der Risspitze bei Erreichen der angenommenen Fließgrenze ( $\sigma_Y = 280 \text{ MPa}$ ) dargestellt. Der Mikro-Biegebalken mit  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem wird dabei durch eine Indenterverschiebung von  $0,5 \mu\text{m}$  belastet (vgl. Abb. 5.5 (a)). Wie in Abschnitt 2.2.2 beschrieben, wird auch hier deutlich, dass die plastische Zone in der Symmetrieebene aufgrund der Dehnungsbehinderung kleiner ist als an der Oberfläche. Weiterhin ist der Einfluss der unsymmetrischen Probengeometrie mit der Einspannung links und der Belastung rechts erkennbar.



**Abbildung 5.6:** Darstellung der akkumulierten Scherdehnung vor der Rissspitze in der Probenmitte und der Oberfläche für das  $\{011\}\langle 0\bar{1}1 \rangle$ -Rissystem bei Erreichen der Fließgrenze.

#### 5.1.4 Mehrachsigkeit

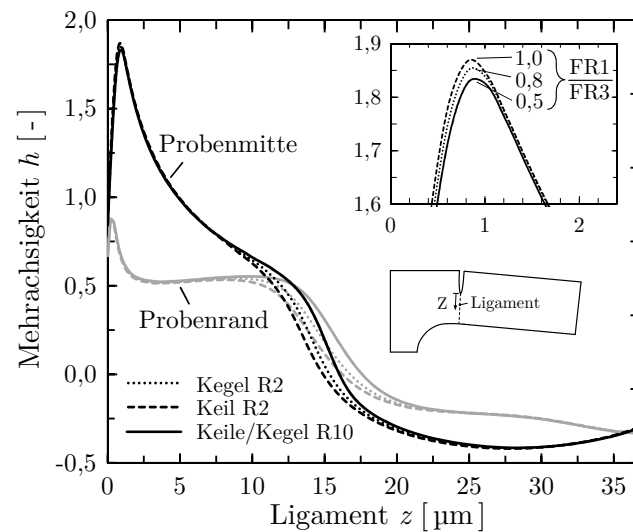
Das Versagensverhalten vor der Rissspitze wird unter anderem auch direkt von lokalen Beanspruchungen in der Prozesszone beeinflusst. Hierbei stellt die Mehrachsigkeit den Spannungszustand vor der Rissspitze als weitere charakteristische Größe neben der Spannungsintensität  $K$  dar. Die Mehrachsichtigkeitszahl  $h$  ist dabei definiert als Quotient der Hauptnormalspannungen und der v. Mises-Vergleichsspannung mit

$$h = \frac{1}{3} \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{\sigma_v} \quad (5.1)$$

und wird in einer weiteren Untersuchung des Belastungseinflusses mit unterschiedlichen Kraftverhältnissen analysiert. Da der Spannungsanteil in der Probenmitte den größten und an der Probenoberfläche den kleinsten Wert erreicht, wird  $h$  entlang des Ligamentes zum Zeitpunkt der Referenzpunktverschiebung  $u_{RP}$  von  $10 \mu\text{m}$  aus der Simulation entnommen. In Abb. 5.7 sind die Ergebnisse der FE-Analyse dargestellt. Die Kurven zeigen in der Probenmitte ein Maximum der Mehrachsigkeit von etwa 1,83, während am Probenrand das Maximum mit 0,85 deutlich kleiner ist. Mittels Seitenkerben kann die Mehrachsigkeit in diesem Bereich deutlich erhöht werden. Die Belastungen mittels Keil- und Kegeldenter mit großem Spitzenradius (R10) zeigen bei einem resultierenden Kraftverhältnis von Lateral- zu Normalkraft von 0,5, einen identischen Mehrachsichtigkeitsverlauf. Mit

einem Spitzenradius von R2 steigt das Kraftverhältnis von 0,5 auf 1,0 an und die Mehrachsichtigkeit erhöht sich dabei vor der Rissspitze um 2 % auf 1,87. Der Einfluss der Lateralbelastung in Bezug auf die Spannungsmehrachsichtigkeit  $h$  ist daher vernachlässigbar klein. Im weiteren Ligament-Verlauf treten im Übergang von der Zug- auf die Druckbelastung nochmals Abweichungen auf, welche jedoch in der weiteren Betrachtung nicht weiter berücksichtigt werden.

Für Dreipunkt-Biegeproben mit genormtem Geometrieverhältnis von  $a/W = 0,5$  und  $W/B = 2$  ist nach Nevalainen und Dodds [82] und Kim et al. [63] mit einer Mehrachsichtigkeit  $h$  bis zu 3,0 zu rechnen. In zweidimensionalen Simulationen mit ebenem Dehnungszustand ergab sich für die Normprobe eine maximale Mehrachsichtigkeit von 3,2 [63]. Zudem zeigt sich mit abnehmender Risslänge  $a$  auch eine abnehmende Mehrachsichtigkeit. Die Mehrachsichtigkeit ist jedoch sehr stark von dem Verformungsverhalten und dem Belastungszustand abhängig, sodass der einseitig eingespannte Biegebalken bei dieser Indenterverschiebung ( $u_{RP} = 10 \mu\text{m}$ ) mit  $h = 1,8$  deutlich unterhalb der von Normproben erreichbaren Mehrachsichtigkeit liegt.



**Abbildung 5.7:** Darstellung der Mehrachsichtigkeit entlang des Ligamentpfades in der Probenmitte (schwarz) und dem Probenrand (grau) für den Mikrobiegebalken mit  $a/W = 0,27$  und  $W/B = 1,92$ . Die Belastung mittels Kegel- und Keilindenter zeigt dabei einen geringen Einfluss auf die maximale Mehrachsichtigkeit vor der Rissspitze.



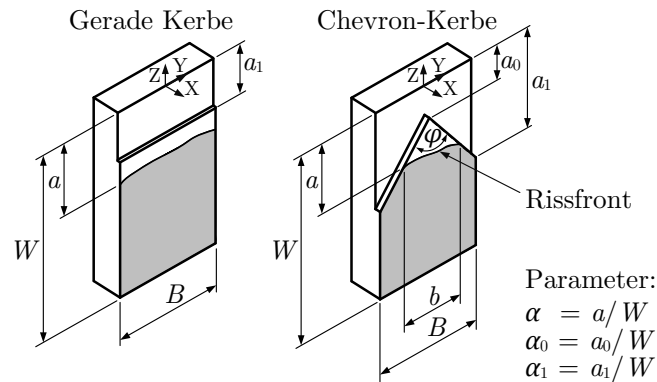
## 5.2 Untersuchung von unterschiedlich gekerbten Mikro-Biegebalken

Zur Bestimmung der Bruchzähigkeit werden in der vorliegenden Arbeit gekerbte Mikro-Biegebalken eingesetzt, die mittels Nanoindenter bis zum Versagen belastet werden. Die Tatsache, dass die Biegebalken mit gerader Rissfront jedoch spontan und ohne bestimmbareren Rissfortschritt versagen, erfordert eine weitere Versuchsmethode, bei der der Rissfortschritt besser kontrolliert werden kann. Hierfür wurde mit der Chevron-Kerbe eine keilförmige Kerbform gewählt, die mit zunehmendem Riss einen steigenden Risswiderstand aufweist und so ein stabiles Risswachstum ermöglicht. Neben der Bestimmung der kerbformspezifischen Formfunktion werden im weiteren Verlauf in der Verschiebungssteuerung der Indenteroutine mehrere Entlastungsschritte hinterlegt, welche zusätzlich einem instabilen Risswachstum entgegenwirken. Mit diesem Ansatz entstehen jedoch weitere Abweichungen gegenüber standardisierten Proben, sodass in den nachfolgenden Abschnitten die Formfunktion sowie das Compliance-Verhalten der unterschiedlichen gekerbten Mikro-Biegebalken untersucht wurde.

### 5.2.1 FE-Modellierung

Für die Untersuchung der Formfunktion und der Compliance wird eine Referenzgeometrie gewählt, die für eine bessere Vergleichbarkeit auch in den nachfolgenden Abschnitten verwendet wird. Die Geometrie entspricht dabei einer gemittelten experimentellen Balkengeometrie von  $L = 110 \mu\text{m}$ ,  $B = 22 \mu\text{m}$ ,  $W = 40 \mu\text{m}$  und  $a = 10 \mu\text{m}$  nach Abb. 3.4. Unter Berücksichtigung dieser geometrischen Randbedingungen wurde das Rechenmodell nach Abschnitt 4.3.1 aufgesetzt. Hierbei können die unterschiedlichen Kerbformen als Spalt modelliert werden (s. Abb 4.17).

In einer ersten elastischen Studie wurden mehrere Rechenmodelle mit unterschiedlichen Anfangsrisslängen erstellt, die ein Risstiefenverhältnis  $a/W$  von 0,05 bis 0,6 mit einer geraden Rissfront abbilden. Die Studie berücksichtigt neben der geraden Kerbe auch die Chevron-Kerbe. Die Nomenklatur beider Kerbformen ist in Abb. 5.8 dargestellt. Die Risslänge  $a$  und die Probenhöhe  $W$  führen zu dem Risstiefenverhältnis  $a/W$ . Die Parameter  $a_0$  und  $a_1$  beschreiben weiterhin die Kerbspitze und den Kerbgrund der keilförmigen Chevron-Kerbe. Bei den Untersuchungen mit Chevron-Kerbe besitzen die Proben eine Anfangskerbform mit  $a_0/W = 0$  und  $a_1/W = 0,25$ .



**Abbildung 5.8:** Nomenklatur und Parameterdefinition für die gerade Kerbe und die Chevron-Kerbe in der Rissebene der Biegebalken.

Zusätzlich zu den elastischen Studien mit definierten Risstiefen wird eine Rissfortschrittsstudie durchgeführt, um den Einfluss der numerischen Rissfrontentwicklung auf das Steifigkeitsverhalten zu analysieren. Hierfür wird entsprechend die Kristallplastizität als Materialmodell und die Kohäsivzone als Rissfortschrittsmodell in der Referenzgeometrie implementiert. Mit den Kristallparametern aus Tab. 4.4 und den Kohäsivzonenparametern  $\Gamma_0 = 0,2 \text{ N/m}$  und  $T_0 = 1500 \text{ N/mm}$  wird ein Parametersatz gewählt, welcher auch in der anschließenden Betrachtungen für das Referenzrissystem KO1 ( $\{011\}\langle 0\bar{1}1 \rangle$ ) verwendet wird.

### 5.2.2 Untersuchung und Bestimmung der Formfunktion

Für die analytische Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors  $K_I$  (nach Gl. 2.2) ist mit der Formfunktion eine sogenannte Geometriefunktion erforderlich, die neben der Probengeometrie auch von der Belastungsart beeinflusst wird. Für standardisierte Proben und klassische Anwendungsfälle wurden diese Zusammenhänge in verschiedenen Handbüchern zusammengestellt [35, 36, 78, 93, 111, 113]. Formfunktionen für nicht standardisierte Probengeometrien und Belastungsfälle sind dagegen rar [34, 121]. Die Herleitung von Formfunktionen für abweichende Probengeometrien erfolgt dabei häufig mit der Rand-Kollokationsmethode (boundary collocation method) nach der Beschreibung von Gross und Srawley [46]. Aufgrund der komplexen Probengeometrie und der Möglichkeit der numerischen Berechnungen wird die Formfunktion  $F(a/W)$  in dieser Arbeit über die numerisch ermittelte Spannungsintensität bestimmt. Zuerst werden aber Beziehungen für Spannungsintensitäten von ähnlichen Probenformen aus der Literatur angegeben.

Für einseitig gekerbte Biegeproben unter reiner Biegebelastung ( $M = F \cdot L$ ) kann der Spannungsintensitätsfaktor  $K_I$  nach Murakami [78] mit

$$K_I = \frac{6}{B} \frac{M}{W^2} \sqrt{\pi a} F(a/W) \quad (5.2)$$

und der Formfunktion

$$F(a/W) = C_0 + C_1 \left(\frac{a}{W}\right) + C_2 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + C_3 \left(\frac{a}{W}\right)^3 + C_4 \left(\frac{a}{W}\right)^4 \quad (5.3)$$

berechnet werden. Diese Formulierung ist für eine gerade Rissfront mit einem Risstiefenverhältnis  $a/W$  bis zu 0,6 gültig. Nach der Norm ASTM E1820 [11] berechnet sich die Spannungsintensität für gekerbte Dreipunkt-Biegeproben mit

$$K_I = \frac{P S}{B W^{3/2}} f(a/W) . \quad (5.4)$$

Für den Biegebalken gilt hierbei  $P = 2 \cdot F_{RF}$  und  $S = 2 \cdot L$ . Ähnlich wie Murakamis Ansatz definiert auch die ASTM-Norm die Formfunktion  $f(a/W)$  mit einer Polynomfunktion vierten Grades:

$$f(a/W) = \frac{3 \left(\frac{a}{W}\right)^{1/2}}{2 \left(1 + 2 \frac{a}{W}\right) \left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}} \left[ D_0 + D_1 \left(\frac{a}{W}\right) + D_2 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + D_3 \left(\frac{a}{W}\right)^3 + D_4 \left(\frac{a}{W}\right)^4 \right] . \quad (5.5)$$

Weitere Formulierungen aus Dreipunkt-Biegeversuchen, wie sie beispielsweise Karhaloo und Xiao [61, 123] beschreiben, werden hier nicht weiter betrachtet.

Die Standardtestmethode ASTM E1304 [10] ermöglicht mit genormten Chevron-Kerben die Untersuchung der Bruchzähigkeit im ebenen Verzerrungszustand. Der Spannungsintensitätsfaktor berechnet sich dabei mit der maximalen Prüfkraft  $P_M$  und dem kleinsten Formfunktionswert  $Y_{\min}^*$  zu

$$K_{Iv} = \frac{P_M}{B W^{1/2}} Y_{\min}^* \quad (5.6)$$

mit der Formfunktion

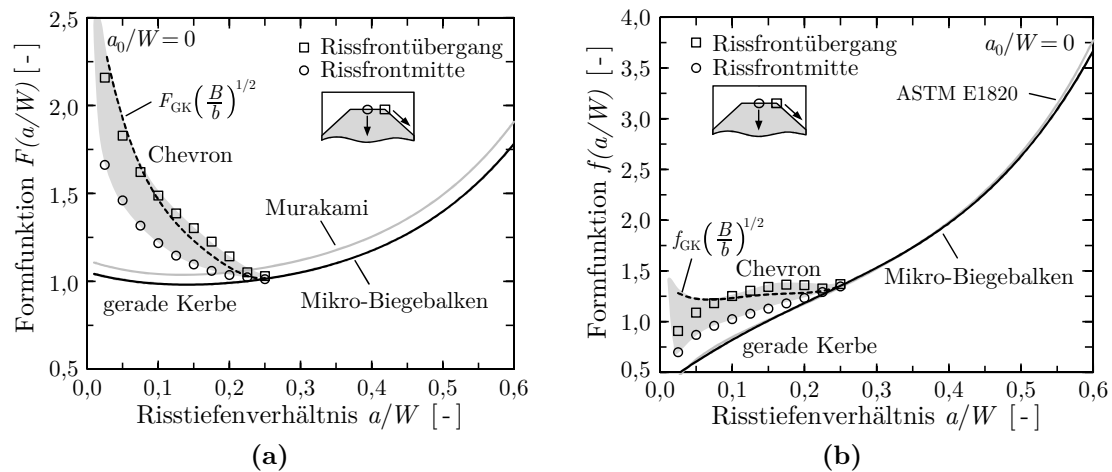
$$Y_{\min}^* = \exp \left[ E_0 + E_1 r + E_2 r^2 + E_3 r^3 + E_4 r^4 \right] . \quad (5.7)$$

Hierbei beschreibt  $r$  das Steigungsverhältnis zwischen der Anfangssteifigkeit bei Belastung und der effektiven Steifigkeit bei Entlastung. Mit wachsendem Riss nimmt die Steifigkeit des Balkens ab und  $r$  wird kleiner. Das Minimum der Formfunktion  $Y^*$  wird dabei in Untersuchungen mit mehreren Risstiefenverhältnissen ermittelt. Somit wird der Rissfortschritt mit dem Verhältnis  $a/W$  nicht direkt berücksichtigt und ermöglicht für standardisierte Proben eine einfache Bestimmung der Bruchzähigkeit.

Bei genormten Proben erstreckt sich die Chevron-Kerbe dabei über die gesamte Bruchfläche und zeigt mit spitzem Winkel ( $35^\circ - 55^\circ$ ) eine kontinuierliche Steifigkeitsänderung bei wachsendem Riss. Für die nicht genormten Mikro-Biegebalken zeigt sich dagegen mit einem Chevron-Winkel  $\varphi$  von  $95^\circ$  eine deutlich kleinere Änderung der Steifigkeit. Mit der Tatsache, dass die anfängliche Rissöffnungsverschiebung aufgrund der Probengeometrie mit  $a_0 = 0$  nicht gemessen werden kann, ist hier eine modifizierte Auswertung nach ASTM E1304 [10] nicht möglich. Allerdings wird dieser Steifigkeits-Ansatz im nachfolgenden Abschnitt mit der Untersuchung der Risslängenermittlung weiter betrachtet.

Da die Geometrie und die Belastungsart bei dem Mikrobruchversuch von den oben beschriebenen Normen abweicht, müssen hier für die Bestimmung der spezifischen Formfunktion numerische Simulationen durchgeführt werden. Das oben vorgestellte Referenzmodell ( $B = 22 \mu\text{m}$ ,  $W = 40 \mu\text{m}$ ) wird hierfür mit unterschiedlichen Risslängen erstellt.

Das Risstiefenverhältnis variierte dabei zwischen  $0 \leq a/W \leq 0,6$ , während  $a_0/W = 0$  und  $a_1/W = 0,25$  nicht verändert werden. Mit Hilfe der numerischen Berechnung lassen sich die Spannungsintensitätsfaktoren  $K_I$  entlang der Rissfront bestimmen. Über den Spannungsintensitätsfaktor kann anschließend die Formfunktion nach dem Ansatz von Murakami mit Gl. 5.2 und nach der Norm ASTM E1820 mit Gl. 5.4 berechnet werden, mit denen sich die spezifischen Parameter  $C_0$  bis  $C_4$  sowie  $D_0$  bis  $D_4$  nach Gl. 5.3 und Gl. 5.5 bestimmen lassen. Dieses Vorgehen wurde für den Mikro-Biegebalken mit gerader und Chevron-Kerbe durchgeführt.



**Abbildung 5.9:** Vergleich der Formfunktionswerte für gerade Kerben und Chevron-Kerben bei unterschiedlichen Risstiefenverhältnissen  $a/W$  mit (a) dem Ansatz nach Murakami [78] und mit (b) dem Ansatz nach der Norm ASTM E1820 [11].

Die numerischen Ergebnisse sind für die Parameteranpassung nach Murakami zusammen mit den analytischen Werten (Gl. 5.3) in Abb. 5.9 (a) dargestellt. Abb. 5.9 (b) zeigt analog die numerischen Ergebnisse für die Anpassung der Formfunktionsparameter nach der Definition von ASTM E1820 mit Gl. 5.5. Die Parameter für die Standardgeometrie der jeweiligen Methode sowie die angepassten Parameter der Mikro-Biegeprobe sind in Tab. 5.1 aufgelistet. Die schwarzen Linien in Abb. 5.9 entsprechen dabei der numerischen Lösung gekerbter Balken mit gerader Rissfront. Für den Ansatz nach Murakami zeigt sich, dass die Mikro-Biegebalken geringere Formfunktionswerte aufweisen, während diese nach der ASTM Norm mit Gl. 5.5 gut übereinstimmen.

Mit den berechneten Formfunktionswerten für die Chevron-Kerbe (gestrichelte Kurven) zeigt sich gegenüber der geraden Kerbe eine deutliche Abweichung. Die Markierungen stellen dabei die über die Spannungsintensität berechneten Formfunktionswerte in der Probenmitte (○) und dem äußeren Punkt der Rissfront (□) dar. Bei der Betrachtung der Chevron-Kerbe im Bereich von  $0 \leq a/W \leq 0,25$  wird deutlich, dass die risstreibende Kraft bei kleiner werdendem  $b$  zu steigender Spannungsintensität führt. Aufgrund der Elementbreite in der numerischen Berechnung erreicht sie an der Risspitze jedoch einen endlichen Wert. Mit Annäherung der Risstiefe an  $a_1$  zeigt die Chevron-Kerbe einen abnehmenden Einfluss auf die Formfunktion und erwartungsgemäß verlaufen die Kurven beider Kerbformen ab  $a \geq a_1$  gleich.

**Tabelle 5.1:** Numerisch angepasste Formfunktionsparameter zur Berechnung der Spannungsintensitätsfaktoren nach Murakami [78] und ASTM E1820 [11] für einen Bereich von  $0 < a/W \leq 0,6$ .

$F(a/W)$	$C_0$	$C_1$	$C_2$	$C_3$	$C_4$
Murakami [78]	1,12	-1,40	7,33	-13,08	14,00
Mikro-Biegeprobe	1,05	-1,14	5,60	-9,33	10,92
$f(a/W)$	$D_0$	$D_1$	$D_2$	$D_3$	$D_4$
ASTM E1820 [11]	1,99	-2,15	6,08	-6,63	2,70
Mikro-Biegeprobe	1,85	-0,68	1,13	0,08	-0,82

Grundsätzlich zeigen die beiden Beschreibungen der Formfunktion jedoch einen unterschiedlichen Verlauf. Die Formulierung nach Murakami beschreibt einen parabelförmigen nach oben geöffneten Kurvenverlauf, während die Norm ASTM E1820 [11] mit zunehmender Risstiefe eine annähernd linear steigende Formfunktion mit  $f(a/W)$  beschreibt. Für kleine  $a/W$ -Verhältnisse strebt  $f(a/W)$  gegen null und widerspricht dem charakteristischen Verlauf der Chevron-Kerbe mit hohen Spannungsintensitätsfaktoren bei kleinen Risstiefenverhältnissen. Daher bietet sich eine Betrachtung mit der Berechnung der Formfaktoren  $f(a/W)$  nicht an.

In Bezug auf die Spannungsintensität besteht zwischen den beiden Kerbformen jedoch eine geometrische Korrelation. Für die Chevron-Kerbe mit der Risstiefe  $a$  und der dazugehörigen Rissfrontbreite  $b$ , ergibt sich mit der Probenbreite  $B$  sowie den Geometrieparametern  $\alpha_1$  und  $\alpha_0$  nach dem Strahlensatz folgender geometrischer Zusammenhang:

$$\frac{B}{b} = \frac{\alpha_1 - \alpha_0}{\alpha - \alpha_0}. \quad (5.8)$$

Mit Verwendung dieser Beziehung und unter der Annahme, dass sich die Steifigkeitsänderungen mit zunehmender Risstiefe für gerade und schräge Kerbformen gleich verhalten, erhielt Munz [77] für  $\alpha_0 < \alpha \leq \alpha_1$  folgende Spannungsintensitätskorrelation zwischen geraden Kerben ( $K_{GK}$ ) und Chevron-Kerben ( $K_{CK}$ ) mit

$$K_{CK} = K_{GK} \left( \frac{B}{b} \right)^{1/2} = K_{GK} \left( \frac{\alpha_1 - \alpha_0}{\alpha - \alpha_0} \right)^{1/2} \quad (5.9)$$

oder

$$F(a/W)_{CK} = F(a/W)_{GK} \left( \frac{B}{b} \right)^{1/2} = F(a/W)_{GK} \left( \frac{\alpha_1 - \alpha_0}{\alpha - \alpha_0} \right)^{1/2}. \quad (5.10)$$

Die Anwendung dieser Verbindung auf die numerischen Werte  $F(a/W)$  (Gl. 5.10) ist für beide Methoden in Abb. 5.9 mit der gestrichelten Linie im oberen Bereich der grauen Fläche dargestellt. Die Werte zeigen mit den numerisch berechneten Maximalwerten an der äußeren Rissfront eine gute Übereinstimmung. Für  $a = a_0$  ist die geometrische Funktion sowie der Spannungsintensitätsfaktor sehr groß und fällt mit zunehmender Risslänge auf einen Minimalwert rasch ab. Für  $a \geq a_1$  ist die Geometriestruktur beider Kerbformen gleich und die Formfunktion identisch. Für die weitere Untersuchung der Bruchzähigkeit kann somit der Ansatz nach Murakami [78] mit den angepassten Parametern nach Tab. 5.1 verwendet werden. Für den Bereich der Chevron-Kerbe ist dabei mit einer erhöhten Spannungsintensität nach Gl. 5.9 zu rechnen.

### 5.2.3 Risslängenermittlung nach der Compliance-Methode

Die Compliance-Methode untersucht und beschreibt das Steifigkeitsverhalten eines rissbehafteten Körpers bei wirkender Belastung. In gekerbten Biegebalken hängt die Nachgiebigkeit bzw. Steifigkeit, neben weiteren Faktoren, sehr stark von der Risstiefe ab. In bruchmechanischen Untersuchungen kann mittels Be- und Entlastungsschritten die Reststeifigkeit bestimmt werden, um die tatsächliche Risstiefe entsprechend abzuschätzen [11, 13].

Eine Berechnung des Rissfortschrittes über die elastische Compliance-Methode ist auch nach der ASTM-Norm E1820 [11] möglich. Hier wird der Rissfortschritt einer Dreipunkt-Biegeprobe über eine zyklische Belastung mit aufgezeichneter Rissöffnungsverschiebung bestimmt. Für einen Dreipunkt-Biegebalken wird die Risstiefe  $a/W$  dabei aus einer Funktion der Rissöffnungscompliance mit  $C_i = \Delta u / \Delta P$ , der Probengeometrie und des Elastizitätsmoduls berechnet. Mit Hilfe der FEM kann der Rissfortschritt auch hier über Entlastungsschritte bestimmt werden. Ein Vergleich der analytisch berechneten  $a/W$ -Verhältnisse mit der numerischen Rissfortschrittsberechnung zeigt für einen geraden Rissfortschritt mit einer maximalen Abweichung von 10 % eine geringere Übereinstimmung infolge der Chevron-Kerbe. Eine weitere Methode, den Rissfortschritt aus der Kraft-Verschiebungskurve zu bestimmen, zeigten Albrecht et al. [26, 27] mit der Compliance-Verhältnis-Methode ohne Entlastungsschritte. Diese beruht neben der Key-Kurven Methode von Ernst et al. [33] auch auf den Grundgleichungen zur Berechnung des Rissfortschrit-

tes nach ASTM E1820. Es wird bevorzugt für Standardproben bei dynamischen Belastungen oder sehr hohen Temperaturen angewendet, bei denen Entlastungen während des Experiments nicht möglich sind [14]. Die Kristallplastizität mit verschiedenen Kristallorientierungen sowie der Biegebalken mit unterschiedlichen Geometrien und Kerbformen erschweren hierbei die Anwendung dieser Methode, sodass diese nicht weiter berücksichtigt wird.

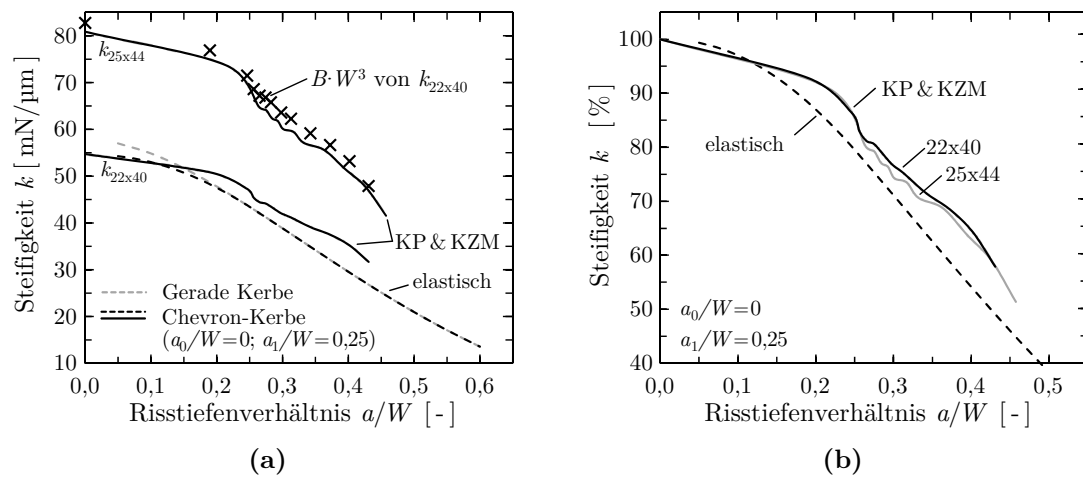
Es wurden numerische Studien durchgeführt, um das Korrelationsverhalten der Steifigkeit mit wachsender Risslänge  $a$  für die Experimente zu untersuchen. Bei den experimentellen Versuchen mit Be- und Entlastungszyklen zeigte sich zudem, dass diese Methode neben der Steifigkeitsuntersuchung zu einem stabilen und kontrollierbaren Rissfortschritt führt. Die Steifigkeit  $k$  wird dabei mit der Steigung der einzelnen Entlastungskurven aus der Kraft-Verschiebungskurve definiert:

$$k = \frac{\Delta F}{\Delta u} . \quad (5.11)$$

In dieser Studie wird dasselbe Simulationsmodell verwendet wie es bereits bei der Analyse der Kerbform in Abschnitt 5.2.2 zum Einsatz gekommen ist. Hierbei wird das Risstiefenverhältnis  $a/W$  für gerade Kerben sowie für Chevron-Kerben zwischen 0,05 und 0,6 variiert und hinsichtlich der Steifigkeit untersucht. Der modellierte Rissfortschritt entspricht dabei einer geraden Rissfront. Daher werden neben den elastischen Studien zusätzlich kristallplastische Simulationen mit implementierter Kohäsivzone durchgeführt, um den Einfluss der gekrümmten Rissfront auf die Steifigkeit  $k$  zu untersuchen. Der gemittelte Rissfortschritt ist hierbei mit dem Rissfortschritt der geraden Rissfront vergleichbar. Das Steifigkeitsverhalten wird dabei wie in den experimentellen Versuchen über die einzelnen Entlastungsschritte bestimmt. Zusätzlich wird ein weiterer Mikro-Biegebalken ( $B = 25 \mu\text{m}$ ,  $W = 44 \mu\text{m}$ ) mit Chevron Kerbe und gleichem  $a/W$ -Verhältnis modelliert, um den Einfluss der Geometrie auf die Steifigkeit zu untersuchen.

Abb. 5.10 (a) zeigt die berechnete Steifigkeit  $k$  der Biegebalken in Abhängigkeit des Risstiefenverhältnisses  $a/W$ . Die Ergebnisse der elastischen Studien sind gestrichelt dargestellt und zeigen für die gerade Kerbe (grau) und die Chevron-Kerbe (schwarz) eine Abweichung bei kleinem  $a/W$ -Verhältnis. Die schwarzen Linien zeigen dagegen die Ergebnisse der Rissfortschrittsmodelle und sind mit „22x40“ und „25x44“ bezüglich ihres Querschnittes gekennzeichnet. Der Balken mit größerem





**Abbildung 5.10:** (a) Steifigkeitsverhalten von Biegebalken mit gerader und Chevron-Kerbe in Abhängigkeit von der Risttiefe  $a/W$  für elastisches und kristallplastisches Materialverhalten mit Rissfortschritt (KP & KZM). (b) Normiertes Steifigkeitsverhalten der Biegebalken mit Chevron-Kerbe ( $a_0/W=0$ ;  $a_1/W=0,25$ ) in Abhängigkeit unterschiedlicher Balkengeometrien.

Querschnitt weist erwartungsgemäß eine höhere Steifigkeit auf. Ein Vergleich zwischen dem elastischen Modell und dem Rissfortschrittsmodell mit Kohäsivzone verdeutlicht, dass beide Modelle mit geringen Abweichungen eine gute Übereinstimmung zeigen. Für einen direkten Vergleich der unterschiedlichen Balkengeometrien zeigt Abb. 5.10 (b) die normierte Steifigkeit  $k_{\%}$  in Prozent über dem Rissverhältnis  $a/W$ . Die Steifigkeit  $k_{\%}$  bezieht sich dabei auf die Anfangssteifigkeit des gekerbten Biegebalkens mit  $a_0=0$ .

Die Abweichungen entstehen dabei größtenteils aufgrund der unterschiedlichen Rissfront (gerader und gekrümmter Rissfortschritt) und der Indenterrelativbewegung, welche zwischen elastischer und kristallplastischer Berechnung unterschiedlich groß ist. Die Separation der Kohäsivzone beeinflusst somit nicht das elastische Verhalten des Biegebalkens. Ähnlich wie bei der experimentell gefundenen Steifigkeit (siehe Abschnitt 3.3.4), zeigt die Kurve zwei verschiedene Steifigkeitsbereiche mit unterschiedlicher Steigung. Der erste Bereich beschreibt mit der Chevron-Kerbe zwischen  $0 \leq a/W \leq 0,25$  eine geringe Änderung der Steifigkeit, während der zweite Bereich das Steifigkeitsverhalten bei Rissfortschritt über die gesamte Balkenbreite annähernd linear und mit größerer Steigung charakterisiert.

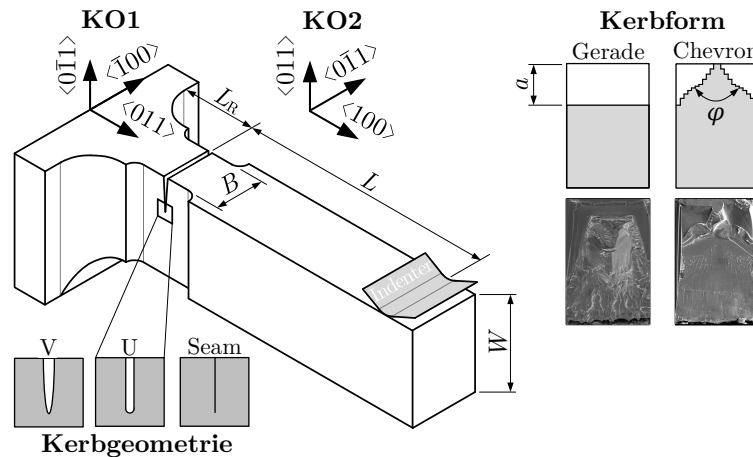
Weiterhin verdeutlicht der Vergleich der beiden unterschiedlichen Balkenquerschnitte, dass die Steifigkeit  $k$  mit dem Flächenträgheitsmoment  $B \cdot W^3$  skaliert. Aufgrund der unterschiedlichen Balkenhöhen und der damit verbundenen Steifigkeitsänderung kann die in der Bruchmechanik bekannte dimensionslose Steifigkeit mit  $k = F/(U \cdot E' \cdot B)$  hier nicht angewendet werden. So zeigt Abb. 5.10 (b) zusammenfassend mit der Compliance-Methode die Ergebnisse der numerischen Studie und ermöglicht für die Experimente eine erste Vorhersage der Risslänge  $a$ , über das Risstiefenverhältnis  $a/W$  in Bezug auf die Steifigkeit  $k_{\%}$ . Aus der elastischen Berechnung geht dabei folgender Zusammenhang hervor:

$$k_{\%} = 100 + 23,2 \left( \frac{a}{W} \right) - 533 \left( \frac{a}{W} \right)^2 + 478 \left( \frac{a}{W} \right)^3 \quad (5.12)$$

und dient als Grundlage zur Bestimmung der Risslänge für das Referenzmodell mit Chevron-Kerbe und ähnlich skalierte Geometrien.

### 5.3 Parameterstudie mit Rissfortschrittsmodell und Kristallplastizität

Um den Einfluss des Rissfortschrittsmodells auf das Bruchverhalten zu bestimmen, wird in diesem Abschnitt die Kohäsivspannung des Separationsgesetzes variiert. Ausgehend von dem Referenzmodell mit der  $\{011\}$ -Rissebene, wird hier mit der  $\{100\}$ -Rissebene eine weitere Kristallorientierung untersucht, die makroskopisch nach Riedle et al. [92] eine geringere Bruchzähigkeit aufweist (vgl. Tab. 2.1). Über die Kristallorientierung im Referenzmodell können die beiden ausgewählten Rissysteme  $\{011\}\langle 0\bar{1}1 \rangle$  und  $\{100\}\langle 011 \rangle$  im FE-Modell definiert werden. Hierbei soll auch der Einfluss der Gleitaktivitäten der unterschiedlichen Kornorientierungen in Bezug auf das Kraft-Verschiebungsverhalten untersucht werden. Neben den beiden Kerbformen werden auch unterschiedliche Kerbgeometrien simuliert, um die Rissinitiierung sowie das Risswachstum bei steigender Belastung zu analysieren.



**Abbildung 5.11:** Probengeometriestudie mit verschiedenen Kerbformen und Kerbgeometrien und für zwei unterschiedliche Kornorientierungen (KO1 und KO2).

### 5.3.1 FE-Modellierung

Um den Einfluss der Kohäsivspannung und der Kristallorientierung auf das Kraft-Verschiebungsverhalten zu untersuchen, wird das Referenzmodell nach Abb. 4.17 mit implementierter Kohäsivzone verwendet. Mit der geraden und der keilförmigen Chevron-Kerbe werden zwei Kerbformen in Abb. 5.11 gezeigt, die auch experimentell untersucht wurden. Entsprechend der Versuchsgeometrie bilden die Kohäsivelemente die Kerbformen mit einer Anfangsrisslänge von  $a = 10 \mu\text{m}$  und einem Chevron-Winkel von  $\varphi = 95^\circ$  ab. Die Referenzgeometrie mit  $L = 110 \mu\text{m}$ ,  $B = 22 \mu\text{m}$  und  $W = 40 \mu\text{m}$  aus Abschnitt 5.2 bleibt erhalten.

Mit dem Rissystem  $\{011\}\langle 0\bar{1}\bar{1} \rangle$  und  $\{100\}\langle 011 \rangle$  werden zwei Kristallorientierungen KO1 und KO2 untersucht, die nach Riedle et al. [92] mit  $K_{\text{Ic}} = 12,9 \text{ MPa m}^{1/2}$  und  $K_{\text{Ic}} = 6,2 \text{ MPa m}^{1/2}$  zwei unterschiedliche Bruchzähigkeiten aufweisen. Für das Kohäsivzonenmodell (KZM) liefert Riedle somit in erster Näherung die Grundlage zur Bestimmung der Kohäsivenergie nach Gl. 4.16. In dieser Untersuchung wird mit  $K_{\text{Ic}} = 9,5 \text{ MPa m}^{1/2}$  ein mittlerer kritischer Spannungsintensitätsfaktor gewählt, welcher sich in eine Kohäsivenergie von  $\Gamma_0 = 0,2 \text{ N/mm}$  umrechnen lässt. Dieser Wert wird in der Studie konstant angenommen, während die Kohäsivspannung  $T_0$  mit etwa dem 1,8- und 3,6-fachen der makroskopischen Fließgrenze zwischen 750 MPa und 1500 MPa variiert wird. Die Modellparameter der Kristallplastizität werden dabei mit  $\tau_0 = 210 \text{ MPa}$ ,  $\tau_s = 530 \text{ MPa}$  und  $h_0 = 1350 \text{ MPa}$  beschrieben (vgl. Tab. 4.4).

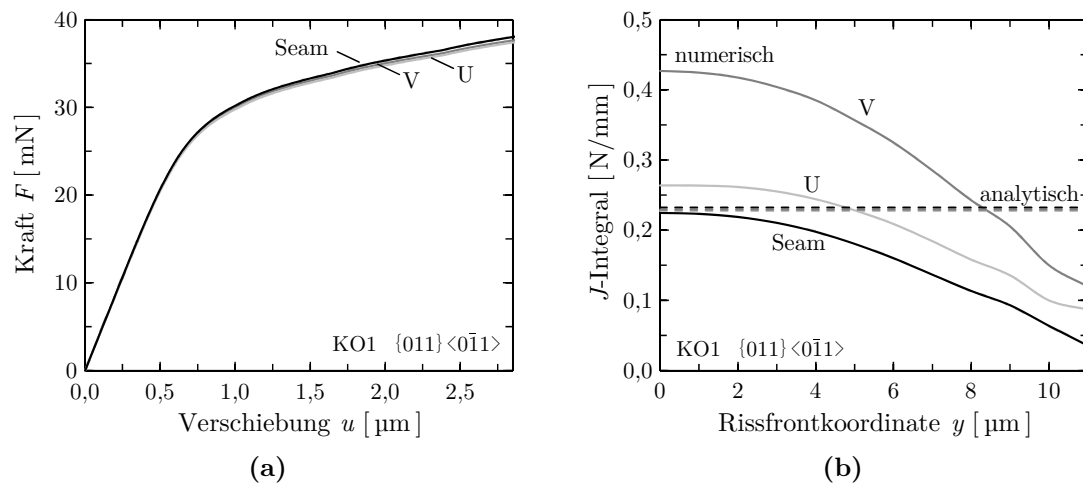
Weiterhin werden mit V-, U- und Seam-Kerbe drei verschiedene Kerbgeometrien bei gerader Rissfront untersucht. Der modellierte Anriss misst für V- und U-Kerben hierbei eine Breite von  $1\ \mu\text{m}$  und soll den herstellungsbedingt endlichen Spitzenradius mit einem unendlich scharfen Riss (Seam-Kerbe) im Modell vergleichen. Die V-Kerbe wird gegenüber der U-Kerbe mit einer elliptischen Form beschrieben und besitzt einen deutlich kleineren Spitzenradius.

### 5.3.2 Einfluss der Kerbgeometrie

In diesem Abschnitt werden drei verschiedene Kerbgeometrien mit jeweils einem  $a/W$ -Verhältnis von 0,25 untersucht (s. Abb. 5.11). Dabei handelt es sich neben dem mathematisch scharfen Anriss (Seam) um eine elliptische V- sowie einer U-Kerbe mit einer Rissöffnung an der Oberfläche von  $1\ \mu\text{m}$ . Entsprechend ergibt sich bei der U-Kerbe ein Kerbradius von  $0,5\ \mu\text{m}$ .

Die Ergebnisse der Untersuchungen mit Rissfortschrittsmodell zeigen, dass die Form der Kerbe einen vernachlässigbar kleinen Einfluss auf die Kraft-Verschiebungskurve hat. Wie in Abb. 5.12 (a) dargestellt, ergibt sich in Abhängigkeit der Kerbgeometrie ein annähernd gleicher Kurvenverlauf. Aufgrund der gleichen Kraftverläufe weichen auch die nach ASTM E1820 [11] berechneten  $J$ -Werte grundsätzlich nicht voneinander ab. Die Ausnahme bilden hier die numerischen, in Abb. 5.12 (b) dargestellten  $J$ -Werte entlang der Rissfront. Trotz gleichem Kerbtiefenverhältnis weichen diese bei identischem Belastungszustand in Abhängigkeit von der Kerbgeometrie in Übereinstimmung mit Untersuchungen von Brocks und Scheider [22, 23] erheblich voneinander ab, das auf die numerische Vernetzung mit unterschiedlicher Elementgröße und der dadurch unterschiedlich entstehenden Singularität vor der Rissspitze zurückzuführen ist. Auch in Bezug auf die analytisch bestimmten  $J$ -Werte ergeben sich sehr große Differenzen, weshalb sich die  $J$ -Werte daher nicht als Vergleichsgrundlage mit den experimentellen Untersuchungen eignen.

Bei den weiteren Studien erfolgt folglich die Auswertung über die Kraft-Verschiebungskurven, sodass nachfolgend das  $J$ -Integral auf der Grundlage der Norm ASTM E1820 [11] berechnet wird. In den Modellen wird dabei die Kerbe mittels Seam-Spalte erstellt.



**Abbildung 5.12:** (a) Vergleich der Kraft-Verschiebungskurven bei unterschiedlicher Kerbgeometrie mit gleichem Kerbtiefenverhältnis. (b) Entwicklung des numerischen  $J$ -Integrals entlang der Rissfront bei verschiedenen Kerbgeometrien im Vergleich mit den analytisch berechneten Werten bei  $u = 2, 8 \mu\text{m}$ .

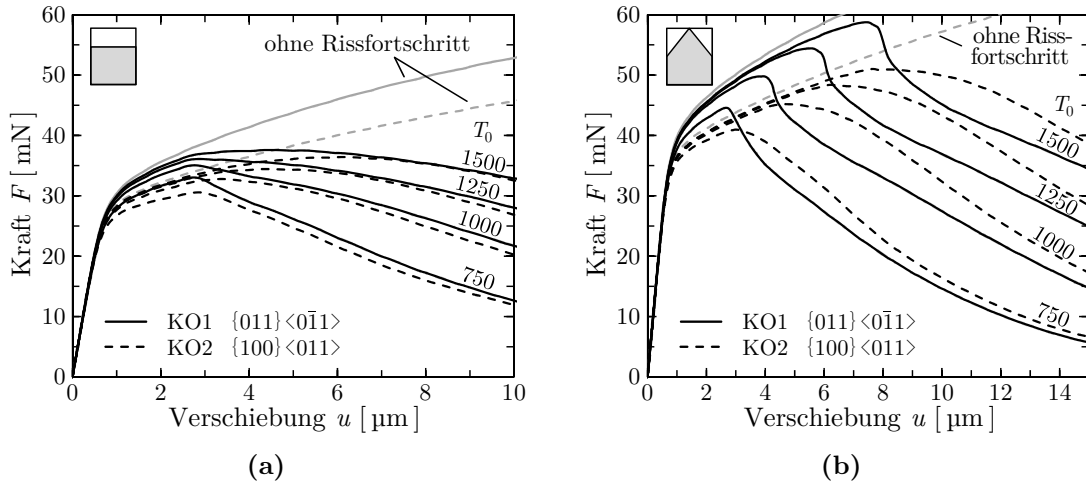
### 5.3.3 Einfluss der Kerbform und der Kristallorientierung

Anhand einer geraden Rissfront und einem  $a/W$  Verhältnis von 0,25 werden mit den Kristallorientierungen

- KO1:  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$  und
- KO2:  $\{100\}\langle 011\rangle$

zwei verschiedene Rissysteme untersucht. Abb. 5.13 (a) zeigt die resultierenden Kraft-Verschiebungskurven für diese zwei Kristallorientierungen in Abhängigkeit der Kohäsivspannung  $T_0$  von 750 bis 1500 MPa. Darüber hinaus zeigen die beiden grauen Kurven das Kraft-Verschiebungsverhalten für den Fall, dass kein Risswachstum auftritt. Um dies zu realisieren, wurden die Kohäsivzonen vom Referenzmodell entfernt. Diese Berechnungen bestätigen das anisotrop plastische Verhalten von einkristallinen Wolfram-Mikroproben.

Unabhängig von der Kohäsivspannung zeigen die Biegebalken bei Belastung einen unterschiedlichen Kurvenverlauf für KO1 und KO2. Gegenüber KO1 erreicht KO2 bereits bei geringerer Kraft die gleiche Balkenverschiebung  $\Delta u$ . Dies ist auf die Tatsache zurückzuführen, dass die Gleitsysteme von KO2 in Bezug auf die Belastung günstiger liegen und bevorzugt aktiviert werden. Der Vergleich der beiden grauen Kurven verdeutlicht den Unterschied im Fließbeginn mit einer etwas höheren Verfestigungsrate für KO1.



**Abbildung 5.13:** Berechnete Kraft-Verschiebungskurven infolge der Indenterbelastung von gekerbten Mikro-Biegebalken mit unterschiedlicher Kristallorientierung (KO) und in Abhängigkeit der Kohäsivspannungen  $T_0$  von 750 bis 1500 MPa bei konstanter Kohäsivenergie von  $\Gamma_0 = 0,2$  N/mm für Proben mit (a) gerader Kerbe und (b) Chevron-Kerbe. Die grauen Kurven zeigen dabei das numerische Verhalten ohne Rissfortschritt.

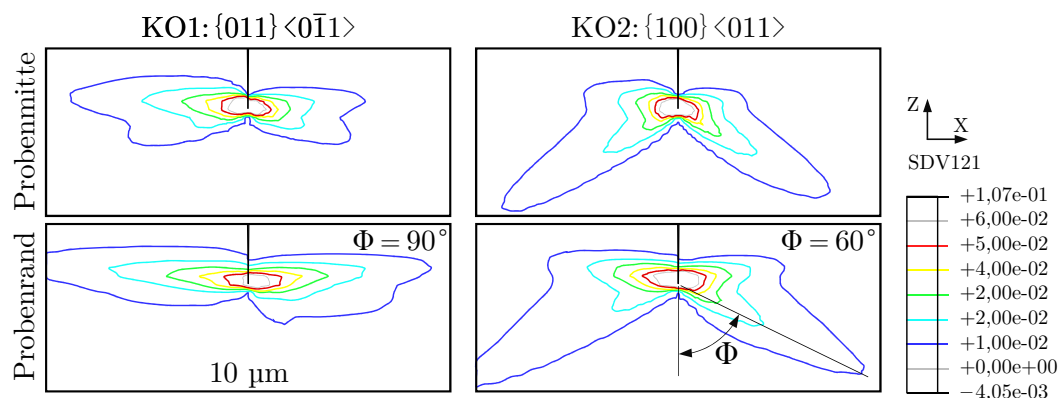
Weiterhin zeigen die Kraft-Verschiebungskurven bei gerader Rissfront, dass mit zunehmender Kohäsivspannung eine höhere maximale Kraft erreicht wird (s. Abb. 5.13 (a)). Die maximale Kraft verschiebt sich dabei entlang der grauen Kurve. Wird die Kohäsivspannung in der Kohäsivzone aufgrund steigender Belastung erreicht, beginnen die Kohäsivelemente zu separieren und versagen anschließend. Rissinitiierung und Risswachstum führen dabei, wie in Abschnitt 5.2 bereits gezeigt, zu einer geringeren Probensteifigkeit und es erfolgt eine Abnahme der Reaktionskraft. Beide Kristallorientierungen zeigen in dieser Hinsicht erwartungsgemäß ein ähnliches Verhalten.

Mit der Tatsache, dass in den experimentellen Versuchen die Kraftreduzierung nach der Rissinitiierung sehr gering ist und es bei annähernd konstanter Kraft zu einem spontanen (instabilen) Versagen kommt, wird mit der Chevron-Kerbe eine weitere Kerbform untersucht. Diese Kerbform führt in der Regel zu einem kontrollierbaren Risswachstum, da der Widerstand gegen die Rissausbildung mit zunehmender Risslänge steigt. Hierfür wurden die Simulationen mit einer modellierten Chevron-Kerbe bei gleicher Probenrandrisslänge mit  $a_1$  wiederholt.

Die Ergebnisse der untersuchten Chevron-Kerbe sind in Abb. 5.13 (b) mit den resultierenden Kraft-Verschiebungskurven in Abhängigkeit der Kohäsivspannung

dargestellt. Aufgrund der geringeren effektiven Anfangsrissslänge zeigen die Balken mit Chevron-Kerben gegenüber den Balken mit gerader Kerbe ein deutlich höheres Kraftniveau. Der Unterschied der beiden Kristallorientierungen ist dabei größer. Nach Erreichen der maximalen Kraft zeigen die Kurven der  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Kristallorientierung einen ausgeprägten Kraftabfall. Bei KO2 ist dieser nicht so abrupt und die Kurven verlaufen nach der Rissinitiierung analog zu den Balken mit gerader Kerbe.

Weiterhin zeigt eine Untersuchung der Gleitaktivitäten, dass sich die plastische Zone vor der Rissspitze in Abhängigkeit der Kristallorientierung unterschiedlich ausbildet. Abb. 5.14 zeigt mit der akkumulierten Scherdehnung die Gleitsystemaktivitäten in der Probenmitte und dem Probenrand bei Erreichen der Fließgrenze. Mit dem ebenen Dehnungszustand bildet sich in der Probenmitte generell eine kleinere plastische Zone aus als am Probenrand mit einem ebenen Spannungszustand. Hierbei verhalten sich beide Rissysteme KO1 und KO2 ähnlich. Jedoch bestätigt die Simulation die Annahme, dass die Kristallorientierung die Formbildung der plastischen Zone hinsichtlich der Ausbildungsrichtung und Ausbildungsgröße beeinflusst. Bei gleicher Probengeometrie und gerader Kerbform ergibt sich die resultierende Richtung der maximalen Gleitsystemaktivitäten bei KO1 zu  $\Phi = 90^\circ$  und bei KO2 zu  $\Phi = 60^\circ$  vor der Rissspitze.



**Abbildung 5.14:** Darstellung der akkumulierten Scherdehnung vor der Rissspitze für die gerade Kerbe in der Probenmitte und dem Probenrand für unterschiedliche Kristallorientierungen KO1 und KO2 bei Erreichen der Fließgrenze.

### 5.3.4 Rissfortschrittsanalyse der Kerbformen

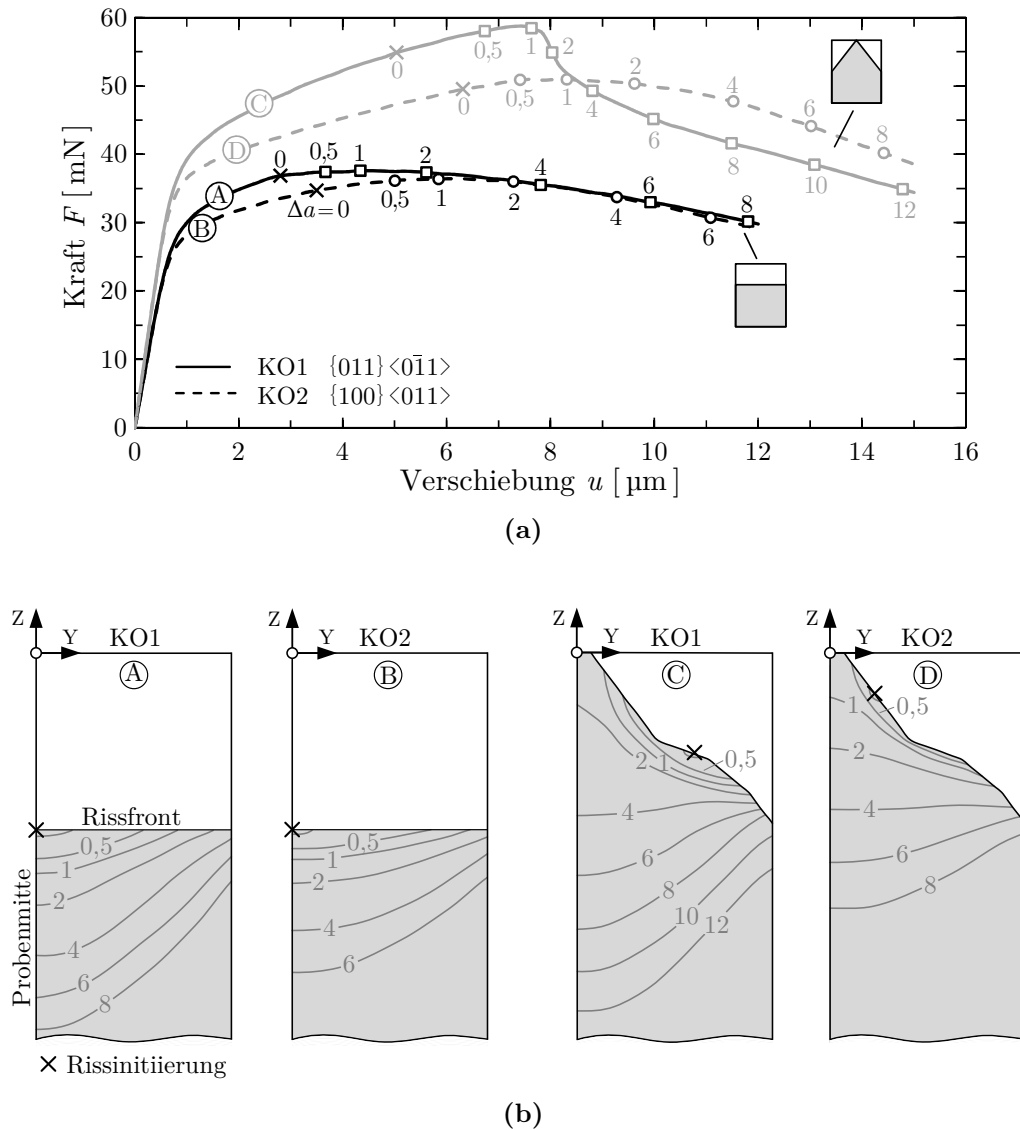
Um den Kurvenverlauf im Einzelnen charakterisieren zu können, wird nachfolgend der Bruchvorgang der beiden Kerbformen näher analysiert. Numerische Berechnungen bieten dabei den Vorteil, dass die Rissinitiierung sowie die Rissausbreitung detailliert untersucht werden können. Hierfür zeigt Abb. 5.15 (a) die Kraft-Verschiebungskurven beider Kerben und Kristallorientierungen mit einer Kohäsivspannung von 1500 MPa im direkten Vergleich. Die Rissinitiierung mit  $\Delta a = 0 \mu\text{m}$  ist auf den Kurven als Punkt ( $\times$ ) markiert und charakterisiert das Versagen des ersten Kohäsivelementes. Im weiteren Verlauf, mit steigender Anzahl an versagten Kohäsivelementen, ist der gemittelte Rissfortschritt der Bruchfläche in Bezug auf die Probenbreite mit  $\Delta a = 0,5, 1, 2, 4, 6, 8$  und  $10 \mu\text{m}$  auf den Kurven gekennzeichnet. Die Simulationen zeigen, dass die Punkte der Risseinleitung deutlich vor dem Lastmaximum auftreten und die Kurven daher mit sinkender Steifigkeit vorzeitig von den Berechnungen ohne Rissfortschrittsmodell abweichen (vgl. Abb. 5.13). Die maximale Kraft wird anschließend bei beiden Kerbformen mit einem Risswachstum von etwa  $1 \mu\text{m}$  erreicht.

Der Risswachstumsprozess mit der Initiierung und dem Wachstum der einzelnen Kerbformen ist für eine weitere Untersuchung in Abb. 5.15 (b) dargestellt. Mit dem Risspfad zeigt die Abbildung neben der Position der Rissentstehung auch die charakteristische Rissausbreitung in der Rissebene für die markierten Risslängen nach Abb. 5.15 (a). Bei den vier dargestellten Bruchflächen können folgende Eigenschaften und Merkmale aus der Simulation beobachtet werden:

Ⓐ Gerade Kerbe (KO1):

Wie auch experimentell zu beobachten ist, initiiert der Riss in der Probenmitte, was auf den vorherrschenden ebenen Dehnungszustand mit erhöhter Spannungsmehrachsigkeit vor der Risspitze zurückzuführen ist. Dadurch wird die kritische Beanspruchung in der Probenmitte gegenüber der Oberfläche mit deutlich geringerer Mehrachsigkeit früher erreicht. Mit zunehmender Belastung bildet sich in der Probenmitte ein voreilender Riss und es entsteht eine stark gekrümmte Rissfront. Der deutlich vorauseilende Riss ist für diese Kristallorientierung charakteristisch.





**Abbildung 5.15:** (a) Darstellung der berechneten Kraft-Verschiebungskurven für Biegebalken mit gerader Kerbe (A) und (B) und Chevron-Kerbe (C) und (D) bei einer Kohäsivspannung  $T_0$  von 1500 MPa und unterschiedlichen Kristallorientierungen. Auf den Kurven ist zusätzlich die Rissinitiiierung ( $\times$ ) und der Rissfortschritt ( $\square$ ) mit  $\Delta a$  in Bezug auf die Bruchfläche der gesamten Probenbreite dargestellt. (b) Simulierter Bruchvorgang in der Rissebene mit Blick auf die Bruchfläche. Die Entwicklung des Rissfortschrittes mit zunehmender Belastung ist dabei ausgehend von der Anfangsrissfront mit Risspfaden in Bezug zu (a) eingezeichnet.

Ⓑ Gerade Kerbe (KO2):

Mit der Rissinitiierung in der Symmetrieebene zeigt die Kristallorientierung KO2 ein ähnliches Versagensverhalten wie KO1. Jedoch findet im direkten Vergleich die Rissinitiierung erst bei größerer Indenterverschiebung statt und charakterisiert mit einer langsamer abflachenden Kraftkurve eine langsamere Rissausbreitung. Bei etwa  $2\ \mu\text{m}$  Rissausbreitung stellt sich bereits ein Rissfortschritt über die gesamte Probenbreite ein und zeigt gegenüber KO1 mit einem weniger voreilenden Riss eine nicht so stark gekrümmte Rissfront.

Ⓒ Chevron-Kerbe (KO1):

Entgegen den Erwartungen beginnt der Riss bei der Chevron-Kerbe aufgrund der ausgebildeten Rissfront nicht an der Kerbspitze, sondern zwischen der Probenmitte und dem Probenrand zu wachsen. Die anfängliche Rissfront wurde entsprechend der Versuchsgeometrie nicht als Gerade, sondern als eine Art wellige Rissfront modelliert (vgl. Abb. 5.11 und 4.17). Diese kann in drei Steigungsbereiche eingeteilt werden. Die Risspitze beschreibt mit einer hohen Steigung einen kleinen Winkel  $\varphi$ , der nach außen größer und mit ansteigender Steigung in Oberflächennähe wieder kleiner wird. Die Rissinitiierung findet dabei am Übergang zwischen der mittleren und der äußeren Steigung statt. Mit der Rissinitiierung zeigt sich somit eine höher beanspruchte Stelle an der Rissfront, die anschließend mit der Auswertung der Spannungsmehrachsigkeit näher analysiert wird.

Nach der Rissinitiierung wächst der Riss entlang der Rissfront stärker in Richtung der Probenmitte. Unmittelbar nach dem Erreichen der Probenmitte versagen viele Kohäsivelemente spontan und es folgt in der Kraftverschiebungskurve eine starke Kraftreduzierung bei annähernd instabilem Risswachstum. Nach dem Kraftabfall zeigt sich mit der Rissfront ( $4\ \mu\text{m}$ ) ein annähernd gerader Rissverlauf und verdeutlicht hier die Vorteile der Chevron-Kerbe. Mit zunehmender Belastung entspricht der weitere Rissverlauf dem Rissfortschritt der geraden Kerbe in Ⓐ und es stellt sich mit einem voreilenden Riss in der Probenmitte eine ähnliche gekrümmte Rissfront ein.

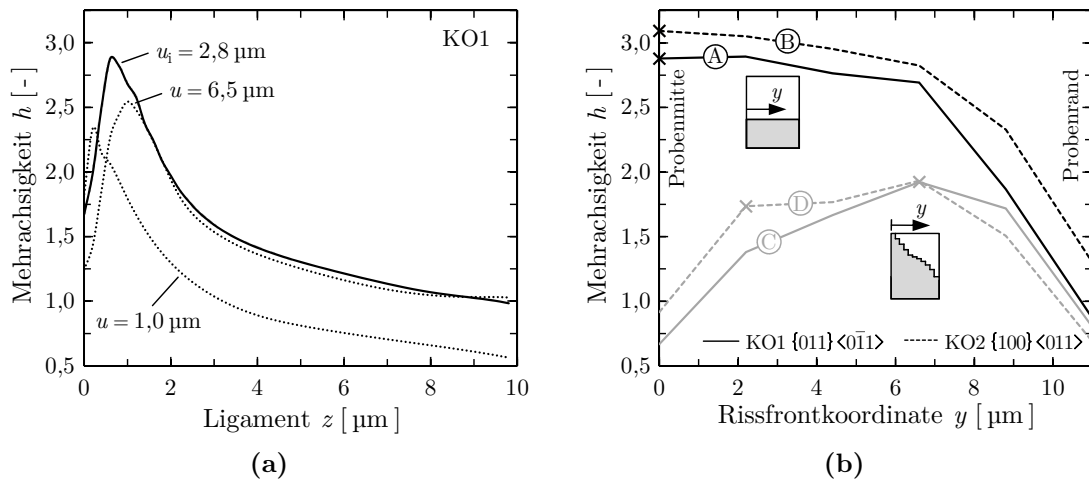
Ⓓ Chevron-Kerbe (KO2):

Gegenüber KO1 zeigt die Untersuchung der Chevron-Kerbe in dem Biegebalken mit KO2 zu Beginn ein abweichendes Rissfortschrittsverhalten. Im Vergleich befindet sich die Rissinitiierung näher in der Probenmitte und deutet auf einen weiteren kritischen Belastungszustand hin, der sich bei dieser Kristallorientierung an der Rissfront ergibt. Von dort wächst der Riss stetig entlang der Rissfront in Richtung Probenmitte und Kerbgrund. Dabei erreicht der Riss bereits bei einer geringeren Risslänge die Symmetrieebene und es resultiert aufgrund des EVZ in der Probenmitte gegenüber der Oberfläche ein schnellerer Rissfortschritt. Ein spontanes Versagen vieler Kohäsivelemente, mit der Folge eines Kraftabfalles in der Kraft-Verschiebungskurve, wird somit verhindert (vgl. Ⓒ und Ⓓ). Ab einer Risslänge von etwa  $4\ \mu\text{m}$  stellt sich hier ein ähnliches Rissfortschrittsverhalten wie bei der geraden Kerbe in Ⓐ mit gleicher Kristallorientierung ein.

### Zusammenhang zwischen Spannungszustand und Rissinitiierung

Die Rissfortschrittssimulationen zeigen bei den Biegebalken mit gerader Kerbe eine erwartete und in der Bruchmechanik oft gesehene Rissinitiierung in der Probenmitte aufgrund des kritischen ebenen Verzerrungszustandes. Bei der Chevron-Kerbe beginnt die Rissinitiierung jedoch nicht an der Kerbspitze in der Probenmitte, sondern an zwei unterschiedlichen Stellen in Abhängigkeit der Kristallorientierung. Diese Eigenschaft soll nachfolgend mit dem Spannungszustand vor der Risspitze untersucht werden.

Grundsätzlich lässt sich der kritische Spannungszustand mit der Spannungsmehrachsigkeit charakterisieren und analysieren. Am Beispiel der geraden Kerbe zeigt Abb. 5.16 (a) das Verhalten der Mehrachsigkeit in der Probenmitte bei unterschiedlichen Belastungszuständen mittels der Indenterverschiebung  $u$ . Mit zunehmender Belastung steigt die Mehrachsigkeit bis zu einem globalen Maximum an und fällt anschließend wieder ab. Die Position der lokalen Maxima wandert zudem mit steigender Belastung von der Risspitze weg. Die maximale Mehrachsigkeit tritt bei einer Indenterverschiebung  $u_i$  von  $2,8\ \mu\text{m}$  auf und entspricht in der Rissfortschrittssimulation dem Zeitpunkt der Rissinitiierung in der Probenmitte (vgl. Abb. 5.15 (a), Kurve Ⓐ).



**Abbildung 5.16:** (a) Entwicklung der Mehrachsigkeit in der Probenmitte am Beispiel der geraden Kerbe mit zunehmender Indenterverschiebung. (b) Darstellung der Mehrachsigkeit entlang der Rissfront in Abhängigkeit der Kerbform und Kristallorientierung zum Zeitpunkt der Rissinitiierung. Die Rissfrontkoordinaten der Chevron-Kerben ist hierbei die projizierte Länge entlang der Y-Achse.

Für eine Auswertung des kritischen Spannungszustandes in Bezug auf die Initiierungsstelle wird die Mehrachsigkeit beider Probenformen zum Zeitpunkt der Rissinitiierung untersucht. Mit dem Verlauf der Mehrachsigkeit entlang der Rissfront und der Position der Risseinleitung ( $\times$ ) zeigt Abb. 5.16 (b) den Zusammenhang zwischen Initiierung und Spannungszustand. Mit der Entfernung von der Probenmitte in Richtung Probenrand ändert sich der Spannungszustand zunehmend und somit auch das Niveau der Mehrachsigkeit. Die maximale Mehrachsigkeit der Proben mit gerader Kerbe liegt in der Probenmitte, je nach Kristallorientierung, zwischen 2,9 und 3,1. Am Probenrand zeigt sich mit  $h$  zwischen 0,9 und 1,3 dagegen die geringste Mehrachsigkeit und bestätigt den stark nachteiligen Riss.

Gegenüber der geraden Rissfront zeigt die Chevron-Kerbe mit der Spannungsmehrachsigkeit entlang der Rissfront einen stark abweichenden Kurvenverlauf. Mit der Kerbspitze und dem Kerbgrund an der Probenoberfläche stellt sich in der Probenmitte und am Probenrand zum Zeitpunkt der Rissinitiierung ein annähernd gleicher Spannungszustand ein. Für beide Kristallorientierungen ergibt sich hier mit 0,7 und 0,9 eine niedrige Mehrachsigkeit.

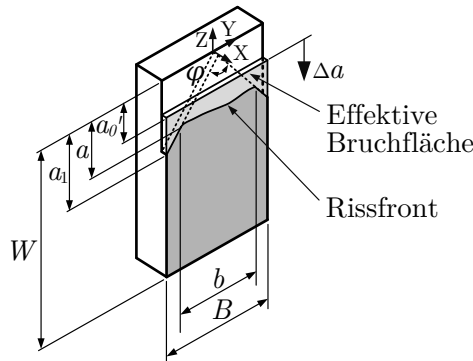
Entlang der Rissfront steigt die Mehrachsigkeit zwischen der Probenmitte und dem Probenrand unterschiedlich an und erreicht bei der Rissfrontkoordinate  $y$  von  $7\ \mu\text{m}$  ein Maximum mit  $h = 1,9$ . Für den Biegebalken mit dem  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem (KO1) ist auch an dieser Stelle die numerische Rissinitiierung in Abb. 5.15 (b) zu beobachten und bestätigt den Zusammenhang zwischen Risseinleitung und Spannungsmehrachsigkeit. Im Vergleich zu dem  $\{100\}\langle 011\rangle$ -Rissystem (KO2) zeigt der Kurvenverlauf in Abb. 5.16 (b), dass die Mehrachsigkeit von der Probenmitte aus schneller ansteigt und entlang der Rissfront zwischen  $2$  und  $7\ \mu\text{m}$  einen annähernd gleichen Spannungszustand erreicht. Mit einer Rissinitiierung bei  $y = 2\ \mu\text{m}$  zeigt sich auch hier eine gute Übereinstimmung und sie erklärt die unterschiedlichen Positionen der Risseinleitung in Abhängigkeit der Kristallorientierung.

### 5.3.5 Einfluss der Kerbform und der Kristallorientierung auf den Risswiderstand

Im vorangegangenen Abschnitt zeigte sich ein deutlicher Einfluss der Kerbform und der Kristallorientierung auf das Rissfortschrittsverhalten. In einer weiteren Analyse der Referenzsimulationen (A) - (D) soll nachfolgend der Risswiderstand untersucht und als  $J$ - $\Delta a$ -Kurve dargestellt werden.

Aus der kristallplastischen Analyse von unterschiedlich gekerbten Mikrobiegebalken geht hervor, dass die numerische Berechnung von  $J$  sehr stark von der Modellierungsmethode abhängt (vgl. Abschnitt 5.3.2). Untersuchungen von Brocks und Scheider [22, 23] bestätigen diese Abhängigkeit. Daher wird das  $J$ -Integral mit der Basismethode für Dreipunkt-Biegeproben nach der Norm ASTM E1820 mit Gl. 2.11 bestimmt. Grundlage hierfür ist die resultierende Kraft-Verschiebungskurve der numerisch berechneten Mikro-Biegebalken. Die Anpassung der dimensionslosen Zahl  $\eta$  sowie der Formfunktion  $F(a/W)$  erfolgt in Abhängigkeit des Rissfortschrittes nach Gl. 2.12 und Gl. 5.3. Der Spannungsintensitätsfaktor  $K_{Ic}$  wird dabei nach dem Ansatz von Murakami mit Gl. 5.2 mit der gefitteten Formfunktion berechnet.

Der Rissfortschritt  $\Delta a$  berechnet sich in der Simulation über die Fläche der versagten Kohäsivelemente mit  $l_c$  und  $b_c$  in Bezug auf die tatsächliche Probenbreite  $B_N$ . Dies erlaubt einen Vergleich zwischen den beiden Kerbformen auf gleicher Basis und mit dem Rissfortschritt wird die gleiche erzeugte Bruchfläche beschrieben.



**Abbildung 5.17:** Chevron-Kerbe mit modifizierter effektiver Bruchfläche für die Berechnung von  $J$ .

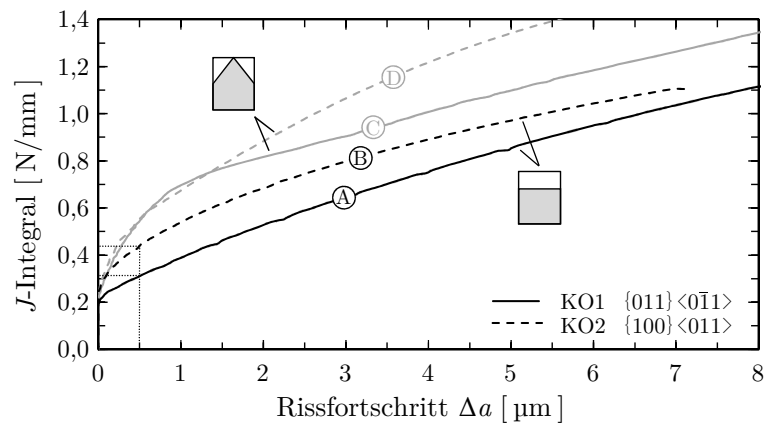
Bei der Berechnung des  $J$ -Integrals nach ASTM E1820 [11] beschreibt jedoch die Definition mit  $B_0 = W - a_0$  und mit  $a_0 = 0$  eine zu große Bruchfläche für die Chevron-gekerbten Proben. Die tatsächliche Bruchfläche wird nicht berücksichtigt und ist somit nicht direkt mit der geraden Kerbe vergleichbar. Daher wird eine „effektive“ Bruchfläche  $A_{\text{eff}}$  eingeführt, die der tatsächlichen Bruchfläche der Chevron-Kerbe entspricht. Sie ist mit

$$A_{\text{eff}} = B_N \cdot (a - a_o') \quad (5.13)$$

definiert und beschreibt mit  $a_o' = a_1/2$  die halbe Kerbhöhe, von wo aus der Rissfortschritt  $\Delta a$  beginnt (siehe Abb. 5.17). Bei unterschiedlichen Kerbformen berücksichtigt somit das  $J$ -Integral mit dem effektiven Rissfortschritt  $\Delta a$  gegenüber dem Risswachstum  $a$  die gleiche erzeugte Bruchfläche.

In Abb. 5.18 ist der Risswiderstand der beiden unterschiedlich gekerbten Mikrobalken mit  $J$ - $\Delta a$ -Kurven dargestellt. Aufgrund der gewählten Kohäsivenergie von  $\Gamma_0 = 0,2 \text{ N/mm}$  findet die Rissinitiierung in allen Fällen bei einem  $J$ -Integral von  $0,2 \text{ N/mm}$  statt.

Die  $J$ - $\Delta a$ -Kurven zeigen bei Rissbildung ein stark unterschiedliches Risswiderstandsverhalten, welches hauptsächlich durch die Kerbform der jeweiligen Proben beeinflusst wird. Gegenüber Proben mit gerader Kerbe stellt sich bei der Chevron-Kerbe mit höherer Formfunktion  $F(a/W)$  auch ein höherer Risswiderstand zu Beginn ein.



**Abbildung 5.18:** Darstellung der berechneten Risswiderstandskurven für die Referenzmodelle (A) - (D) mit unterschiedlicher Kristallorientierung und Kerbgeometrie.

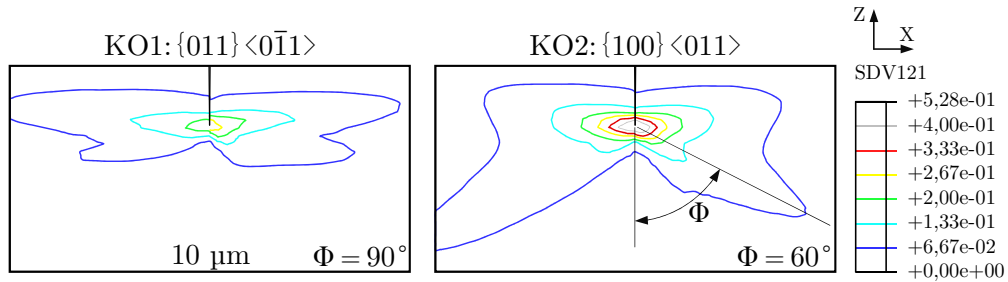
Mit zunehmender Belastung steigt die Plastizität, die bei der Berechnung von  $J$  aus der Summe von  $J_{el}$  und  $J_{pl}$  eine wichtige Rolle spielt. Aufgrund der großen plastischen Fläche unter den Kraft-Verschiebungskurven ist hier  $J_{pl}$  dominant,  $J_{el}$  jedoch nicht vernachlässigbar.

Im Vergleich der beiden Kerbformen mit  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem zeigt sich, dass mit zunehmender Bruchfläche der Einfluss der Chevron-Kerbe geringer wird. Beide Kurven verlaufen ab einem Rissfortschritt von etwa  $\Delta a = 4 \mu\text{m}$  mit einer Abweichung von  $\Delta J = 0,25 \text{ N/mm}$  annähernd parallel. Für diesen Rissfortschritt zeigt der Risspfad der Chevron Kerbe in Abb. 5.15, dass der Riss die anfängliche Chevron-Kerbe durchlaufen hat und in eine gerade Rissfront übergeht.

Bei einem Vergleich der geraden Proben mit unterschiedlicher Kristallorientierung wird deutlich, dass der Risswiderstand auch von der Kornorientierung beeinflusst wird. Obwohl das  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem in der Kraft-Verschiebungskurve gegenüber  $\{100\}\langle 011\rangle$  ein höheres Kraftniveau erreicht, zeigt sich für letztere Orientierung mit dem Kurvenverlauf in Abb. 5.18 ein höherer Risswiderstand. Mit der Betrachtung des Rissfortschrittverhaltens wird deutlich, dass die Rissinitiierung bei KO2 gegenüber KO1 später einsetzt. Bei gleichem Rissfortschritt resultiert daher für die Berechnung von  $J_{pl}$  eine größere plastische Fläche unter der Kraft-Verschiebungskurve.

Mit der kumulierten Scherdehnung zeigt Abb. 5.19 die Gleitsystemaktivitäten vor der Risspitze bei einem Rissfortschritt von  $\Delta a = 0,5 \mu\text{m}$  für KO1 und KO2. Bei gleichem Rissfortschritt entstehen hierbei unterschiedliche plastische Zonen in Ab-

hängigkeit der Kristallorientierung, wobei sich für KO2 am Probenrand eine deutlich größere Plastizität ausbildet. Diesen Zusammenhang zeigen auch die berechneten  $J$ -Integrale in Abb. 5.18 und bestätigen den Einfluss der Kristallorientierung auf das Bruchverhalten von einkristallinem Wolfram.



**Abbildung 5.19:** Kumulierte Scherdehnung vor der Rissspitze an der Probenoberfläche gerader gekerbter Biegebalken (A links, B rechts). Bei einem Rissfortschritt von  $\Delta a = 0,5 \mu\text{m}$  entstehen dabei unterschiedliche plastischen Zonen an der Oberfläche für KO1 und KO2.

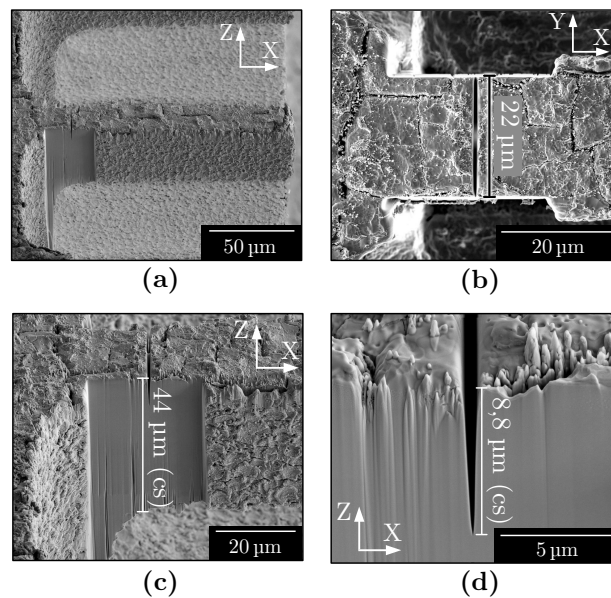
## 5.4 Ergebnisvergleich von Experiment und Simulation

Im folgenden Abschnitt werden die experimentellen Ergebnisse der Mikrobruchversuche mit den numerischen Berechnungen für den Biegebalken mit der  $\{011\}$ -Rissebene (KO1) verglichen. Dabei werden das in Abschnitt 4.3 vorgestellte Rissfortschrittsmodell und die in Abschnitt 4.1.2 gewählten Materialparameter evaluiert. Im Speziellen soll auf die Anwendbarkeit des Modells zur Bestimmung bruchmechanischer Kennwerte eingegangen werden. Hierbei dient die Kraft-Verschiebungskurve eines Mikro-Biegebalkens mit Chevron-Kerbe als erste Bewertungsgrundlage. Die experimentellen Versuche wurden dabei von Schmitt [105] durchgeführt.

### 5.4.1 Probengeometrie und Modellbeschreibung

Der experimentell untersuchte Mikro-Balken ist in Abb. 5.20 zu sehen. Er weicht mit einer Balkenhöhe von  $W = 44 \mu\text{m}$  und einer Balkenbreite von  $B = 22 \mu\text{m}$  nur geringfügig von der Referenzgeometrie ab ( $W = 40 \mu\text{m}$  und  $B = 22 \mu\text{m}$ ). So sind





**Abbildung 5.20:** Unbelasteter Mikro-Biegebalken mit Chevron-Kerbe für den Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit den numerischen Berechnungen.

viele Einflüsse und Abhängigkeiten aus den bereits durchgeführten Studien bekannt und können hier im Vergleich berücksichtigt werden.

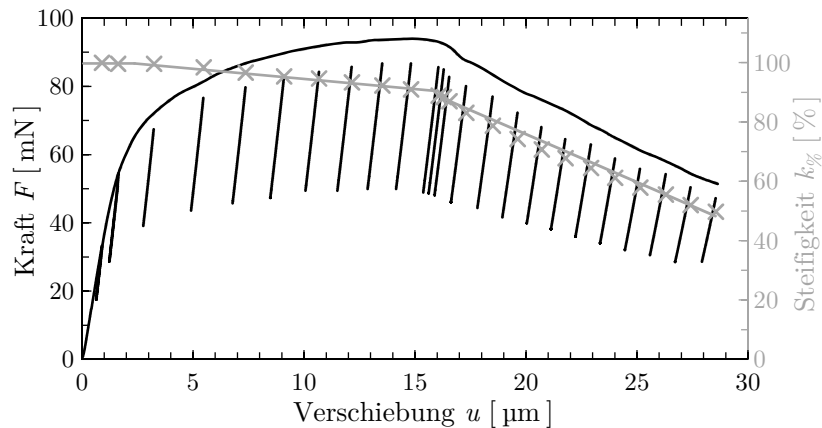
Die Chevron-Kerbe beschreibt mit einer Anfangskerbtiefe am Probenrand von  $8,8 \mu\text{m}$  ein Risstiefenverhältnis von  $a_1/W = 0,2$ . Die Kerbspitze befindet sich dabei mit  $a_0 = 0$  an der Oberfläche. Eine Vermessung der exakten Kerbgeometrie über die Bruchfläche ist nicht möglich, da der Versuch bei stabilem Risswachstum vorzeitig angehalten wurde und der Balken nicht vollständig gebrochen ist. Daher wurde entsprechend der vorangegangenen Versuche die Chevron-Kerbe mit einer leicht welligen Rissfront beschrieben (vgl. Abb. 5.11). Wegen der größeren Balkenhöhe gegenüber der Referenzgeometrie ist zu erwarten, dass der hier untersuchte Biegebalken mit seinem größerem Balkenquerschnitt eine höhere Maximalkraft sowie ein steiferes Biegeverhalten aufweist. Die weiteren geometrischen Abmaße des Biegebalkens ergeben sich mit der Indenterwirklänge  $L = 110 \mu\text{m}$ , dem Abstand der Kerbe zur Einspannung mit  $L_R = 30 \mu\text{m}$  und dem Übergangsradius von Einspannung zu Balken mit  $R = 15 \mu\text{m}$ .

Um berechnete und gemessene Kraft-Verschiebungskurven quantitativ vergleichen zu können, wurde die Simulation der Mikro-Biegebalken mit  $W = 44 \mu\text{m}$  und  $B = 22 \mu\text{m}$  und sonst identischen Randbedingungen wiederholt. Mit der bestimmten Kohäsivspannung  $T_0 = 1500 \text{MPa}$  und der definierten Kohäsivener-

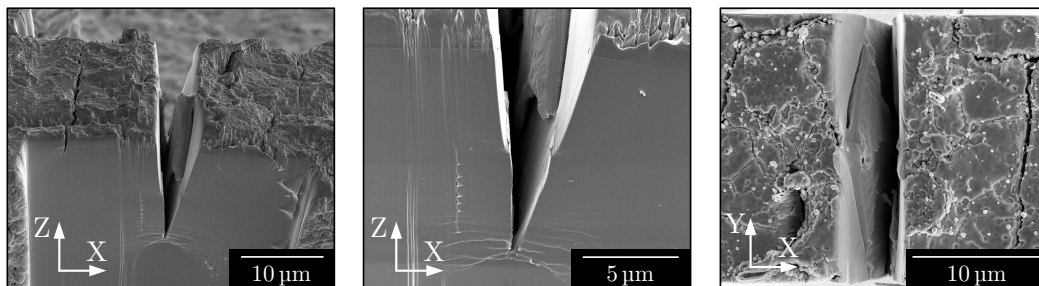
gie  $\Gamma_0 = 0,2 \text{ N/mm}$  wurden zunächst die gleichen Kohäsivzonenparameter aus vorangegangener Studie (Abschnitt 5.3) verwendet. Das kristallplastische Materialverhalten wird dabei mit der kritischen Schubspannung  $\tau_0 = 210 \text{ MPa}$  und dem Verfestigungsmodul  $h_0 = 1350 \text{ MPa}$  neben weiteren Materialparametern nach Tab. 4.4 beschrieben. Aufgrund der hohen Kohäsivspannung von  $1500 \text{ MPa}$  wurde jedoch unter der Berücksichtigung des Schmid'schen Schubspannungsgesetzes eine höhere Sättigungsspannung mit  $\tau_s = 700 \text{ MPa}$  gewählt, um einen kritischen numerischen Zustand vor der Risspitze zu vermeiden. Mit niedrigem Verfestigungsverhalten ändert sich dabei der Kurvenverlauf der Kraft-Verschiebungskurve nur geringfügig, sodass kein abweichendes Rissfortschrittsverhalten erwartet wird (vgl. Abb. A.4).

#### 5.4.2 Experimenteller Mikrobruchversuch

Der oben dargestellte Mikro-Biegebalken wurde mittels Nanoindenter und einem Keil-Indenter mit einer konstanten Geschwindigkeit von  $20 \text{ nm/s}$  in vertikale Richtung belastet. Hinsichtlich der besseren Kontrollierbarkeit des Bruchprozesses wurden während des Versuches mehrere Entlastungen durchgeführt. Dies ermöglichte ein stabiles Risswachstum ohne vorzeitiges Versagen des Biegebalkens an der Kerbe. Zusätzlich kann über das Steifigkeitsverhalten die Risslänge bei zunehmender Belastung mit Hilfe der Compliance-Methode (Abschnitt 5.2.3) bestimmt werden. Die während des Experiments aufgezeichnete Kraft-Verschiebungskurve ist in Abb. 5.21 (a) dargestellt. Zuerst ist ein linearer Zusammenhang zu sehen, gefolgt von einem immer geringer werdenden Kraftanstieg bis zur Maximalkraft. Die Kurve zeigt dabei ein kontinuierliches Verfestigungsverhalten bis zur Maximalkraft. Anschließend ist ein kurzzeitiger Kraftabfall zu erkennen, danach nimmt die Kraft mit zunehmender Indenterverschiebung und fortschreitendem Risswachstum linear ab. Die Versuche wurden anschließend bei einer Indenterverschiebung von  $29 \text{ }\mu\text{m}$  und einer resultierenden Kraft von  $51,4 \text{ mN}$  gestoppt. Zusätzlich sind die Entlastungskurven, die für die Steifigkeitsuntersuchung verwendet wurden, eingezeichnet. Die jeweils resultierende Steifigkeit ist dabei mit  $\times$  markiert und bezieht sich auf die vertikale Sekundärachse. Hier zeigt sich mit zwei Steigungsbereichen ein ähnlicher Verlauf, wie er beispielsweise bei der numerischen Untersuchung gezeigt wurde (vgl. Abb. 5.10 (a)).



(a)



(b)

**Abbildung 5.21:** (a) Aufgezeichnete Kraft-Verschiebungskurve aus dem Versuch mit Entlastungen und entsprechender Auswertung der Steifigkeit. (b) Belasteter Biegebalken mit sichtbarem Rissfortschritt am Probenrand und zusätzlich entstandene Mikro-Risse an der Oberfläche in unterschiedlichen Ansichten.

Abb. 5.21 (b) zeigt mit unterschiedlichen Ansichten der Probe den belasteten Biegebalken am Ende des Experiments. Dabei ist zu erkennen, dass die Rissausbreitung in der angenommenen Ligamentebene mit größter Normalspannung liegt und auf beiden Seiten Gleitspuren sichtbar werden. Der Biegebalken wurde dabei nicht in-situ getestet, sodass nur der letzte Belastungszustand als Momentaufnahme untersucht werden konnte. Weitere Einblicke in die Rissinitiation und die ablaufenden Versagensmechanismen sind somit nicht möglich.

### 5.4.3 Vergleich zum simulierten Mikrobruchversuch

Die mit  $\Gamma_0 = 0,2 \text{ N/mm}$  berechnete Kraft-Verschiebungskurve weist gegenüber der experimentell bestimmten eine zu geringe Maximalkraft auf. Die Abweichung ist

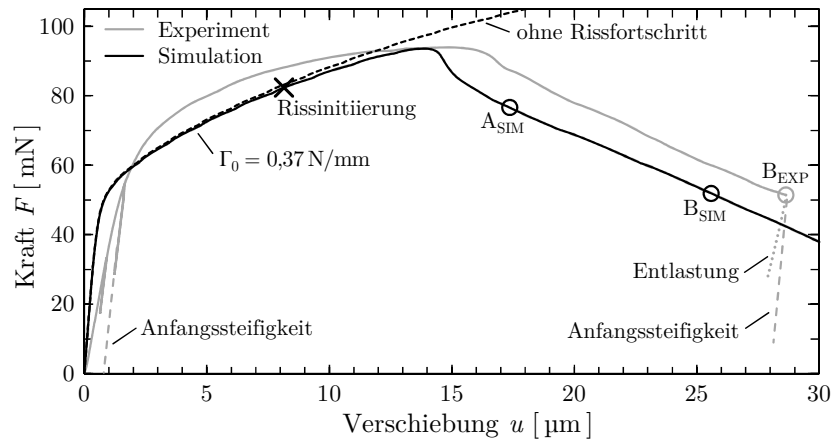
dabei auf die spätere Rissinitiierung im Experiment zurückzuführen. Daher wurde in weiteren Simulationen die Kohäsivenergie  $\Gamma_0$  schrittweise erhöht, um folglich bei gleichem Kurvenverlauf einen späteren Zeitpunkt der Rissinitiierung zu erhalten. Die Kohäsivspannung  $T_0$  blieb dabei konstant. Mit  $\Gamma_0 = 0,37$  N/mm wurde schließlich für dieses Rissystem eine Kohäsivenergie gewählt, welche nach Gl. 4.16 einer Bruchzähigkeit von  $K_{Ic} = 12,9$  MPa m<sup>1/2</sup> entspricht und somit exakt dem makroskopischen Wert von Riedle et al. [92] entspricht.

Abb. 5.22 (a) zeigt die Kraft-Verschiebungskurve dieser numerischen Berechnung zusammen mit der experimentellen Kurve aus Abb. 5.21 (a). Darüber hinaus wird das Ergebnis einer Simulation ohne Kohäsivzone mit gestrichelter Linie dargestellt, um den maximal erreichbaren elastisch-plastischen Kurvenverlauf ohne Rissfortschrittsmodell aufzuzeigen.

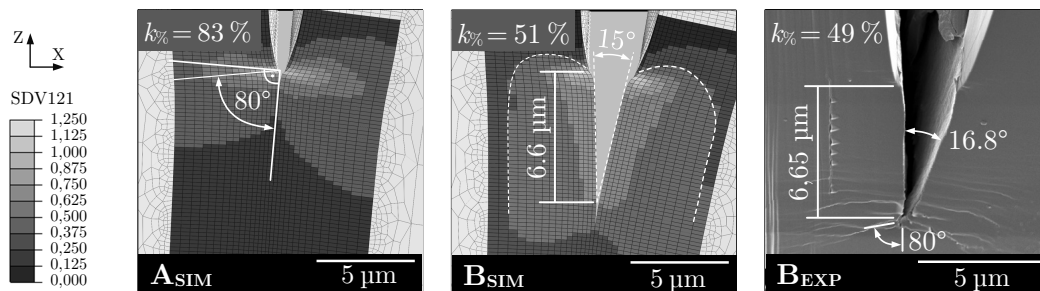
In einer ersten Betrachtung ergeben sich für beide Kurven ein gleiches Kraftmaximum mit charakteristisch ähnlichem Kurvenverlauf. Es scheint allerdings, dass die Anfangssteifigkeiten der Balken voneinander abweichen. Betrachtet man die ersten im Experiment durchgeführten Entlastungsschritte im linearen Bereich, so weisen diese eine ähnliche Steigung wie die berechnete Anfangssteigung auf. Dieser Effekt ist dabei nicht auf die Lastratenabhängigkeit zurückzuführen, sondern durch zusätzliche Mikro-Risse an der Oberfläche erklärbar, welche aufgrund vereinzelter Spannungsüberhöhungen bei geringer Belastung plastifizieren (vgl. Abb. 5.21). Ein Vergleich der im zweiten Entlastungsschritt bestimmten Steifigkeit aus dem Experiment und der numerisch ermittelten Anfangssteifigkeit zeigen eine gute Übereinstimmung (vgl. Abb. 5.10). Der anschließende Fließbereich beginnt bei der numerischen Berechnung jedoch früher und zeigt Verbesserungspotential hinsichtlich des definierten Materialmodells auf.

Da die Form der experimentellen und numerischen Kraft-Verschiebungskurven ähnlich sind, kann hier angenommen werden, dass die in den numerischen Studien gewonnenen Erkenntnisse zutreffen. Folglich ist auch im Experiment anzunehmen, dass die Rissinitiierung deutlich vor dem Kraftmaximum eintritt und der Riss mit dem Kraftabfall die keilförmige Kerbe bis  $a_1$  mit einer geraden Rissfront durchlaufen hat (vgl. Abb. 5.15).

Der spontane Kraftabfall führt auch in den Experimenten kurzzeitig zu einem instabilen Risswachstum, welches jedoch mittels Entlastungsschritten und verschiebungsgesteuerter Indenterregelung stabilisiert wird. Mit zunehmender Indenter-



(a)



(b)

**Abbildung 5.22:** (a) Experimentelle Kraft-Verschiebungskurve von Mikro-Biegebalken mit Chevron-Kerbe im Vergleich mit den Ergebnissen der numerischen Rissfortschrittsimulation mit einer Kohäsivenergie von  $\Gamma = 0,37 \text{ N/mm}$  und einer Kohäsivspannung von  $T_0 = 1500 \text{ MPa}$ . (b) Numerische und experimentelle Darstellung des belasteten Biegebalkens mit den Momentaufnahmen  $A_{\text{SIM}}$  und  $B_{\text{SIM}}$  aus der Simulation im Vergleich mit dem letzten Belastungszustand  $B_{\text{EXP}}$  aus dem Experiment.

verschiebung zeigt sich ein duktileres Materialverhalten bei Raumtemperatur, das auch an der Bruchfläche mit einem waben- bzw. wellenartigen Aussehen am Probenrand beobachtet werden kann [106].

Neben der Kraft-Verschiebungskurve kann auch die beim letzten Belastungszustand vorliegende und am Probenrand bestimmbare Risslänge mit der berechneten Risslänge verglichen werden. An dem in Abb. 5.22 markierten Punkt  $B_{\text{EXP}}$  kann ein Risswachstum am Probenrand von  $a_{\text{PR}} = 6,65 \mu\text{m}$  gemessen werden. Die Balkensteifigkeit beträgt dabei 49 % der Anfangssteifigkeit, d.h.  $k_{\%} = 49 \%$ .

Im direkten Vergleich zeigt die numerische Lösung bei einer Restfestigkeit von 51 % in Punkt  $B_{\text{SIM}}$  ein Risswachstum von  $6.6 \mu\text{m}$  bei gleicher Kraft. Die Ergebnisse zeigen eine sehr gute Übereinstimmung und bestätigen die Anwendbarkeit der Compliance-Methode in Korrelation mit der normierten Steifigkeit (vgl. Abb. 5.10 (b)). So kann mit der Steifigkeit  $k_{\%}$  über das Rissverhältnis  $a/W$  nach Gl. 5.12 die tatsächliche Rissfläche ermittelt werden. Mit der Berücksichtigung der effektiven Bruchfläche im Bereich der Chevron-Kerbe gilt für die Bestimmung des Rissfortschritts  $\Delta a$  folgender Zusammenhang:

$$\begin{aligned} \Delta a &= \frac{a^2}{2 a_1} & \text{für} & \quad \frac{a}{W} \leq \frac{a_1}{W} \\ \Delta a &= a - \frac{a_1}{2} & \text{für} & \quad \frac{a}{W} > \frac{a_1}{W} . \end{aligned} \tag{5.14}$$

Darüber hinaus zeigt der Rissöffnungswinkel (engl. Crack Tip Opening Angle, CTOA) aus dem Experiment mit  $16,8^\circ$  und aus der Simulation mit  $15^\circ$  eine gute Übereinstimmung. Abweichungen sind hierbei auf Mikro-Risse an der Oberfläche oder auf Messfehler infolge der Balkenschragstellung zurückzuführen.

### Rissspitzenplastizität und Gleitaktivitäten

In Rasterelektronenaufnahmen werden Gleitlinien und somit plastische Verformung vor der Rissspitze beobachtet (Abschnitt 3.3.4). Diese können mit den berechneten Abscherungen auf den unterschiedlichen Gleitsystemen verglichen werden. Um eine Vorstellung von der Größe der plastischen Zone zu erhalten, wird die kumulierte Scherdehnung  $\gamma_{\text{tot}}$  der einzelnen Gleitsysteme untersucht. Dabei zeigt sich wie erwartet eine Konzentration der Plastizität im Bereich vor der Rissspitze (vgl. Abb. 5.19). Die akkumulierte Scherdehnung aller Gleitsysteme ist in Abb. 5.22 (b) mit  $A_{\text{SIM}}$  bei einer Indenterverschiebung von  $17 \mu\text{m}$  und mit  $B_{\text{SIM}}$  bei einer Indenterverschiebung von  $25 \mu\text{m}$  dargestellt. Die Hauptaktivitäten lassen sich dabei resultierend zwischen einem Winkel von  $80^\circ$  bis  $90^\circ$  senkrecht zur Rissebene ermitteln. Dies wurde auch experimentell beobachtet und zeigt Abb. 5.22 (b) mit  $A_{\text{SIM}}$  und  $B_{\text{EXP}}$ . Weitere experimentell getestete Balken zeigten ebenfalls Gleitbänder in einem Winkel  $\Phi$  von etwa  $80^\circ$  vor der Rissspitze [105].

An dieser Stelle sei jedoch erwähnt, dass die gezeigte akkumulierte Scherdehnung am Probenrand eine Kombination aus allen 12 möglichen Gleitsystemen der  $\{110\}\langle 111 \rangle$ -Gleitfamilie ist. Gleitsystem  $(0\bar{1}1)[111]$  und  $(0\bar{1}1)[\bar{1}11]$  sind dabei die Gleitsysteme mit den meisten Aktivitäten vor der Rissspitze mit einem Winkel  $\Phi$  von  $125^\circ$  und  $88^\circ$ . Es sind jedoch auch andere Gleitsysteme aktiv, die allerdings einen kleineren Beitrag zur kumulativen Scherdehnung liefern.

Die Verschiebung der Prozesszone hinterlässt mit einem wachsenden Riss eine plastifizierte Zone in der Form einer einhüllenden Kurve und kann im Vergleich von  $A_{\text{SIM}}$  und  $B_{\text{SIM}}$  in Abb. 5.22 (b) mit den gestrichelten weißen Linien parallel zur Rissebene beobachtet werden. Die tatsächliche Schädigung des Materials findet jedoch durch die Trennung der Kohäsivelemente statt und wird im Separationsgesetz beschrieben.

## Risswiderstand

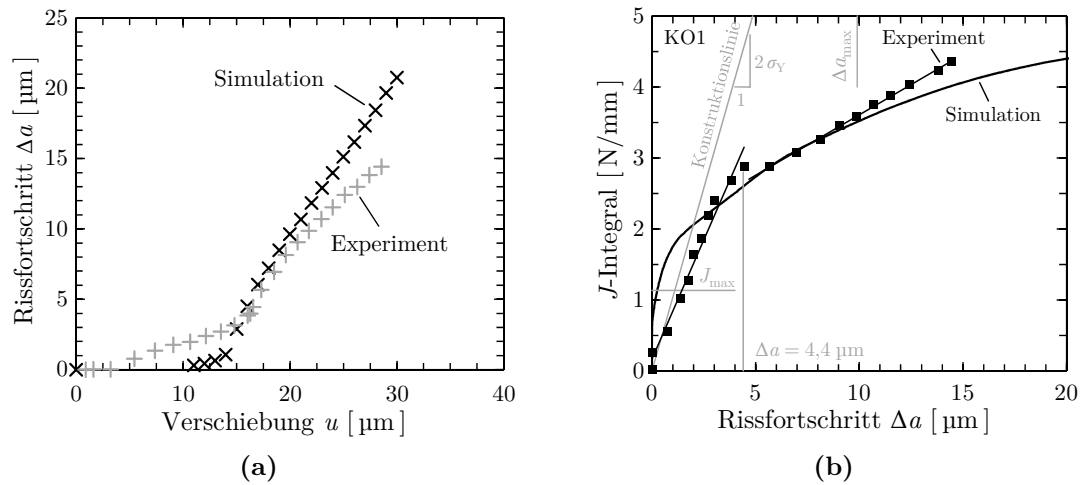
Um Experiment und Simulation vergleichen zu können, wird zunächst die Risslänge  $a$  mithilfe von Gl. 5.12 aus der experimentell bestimmten Steifigkeit ermittelt, um anschließend mit Gl. 5.14 den Rissfortschritt  $\Delta a$  zu erhalten.

Dieser Rissfortschritt ist in Abb. 5.23 (a) über der Indenterverschiebung aufgetragen und zeigt zu Beginn eine gewisse Diskrepanz zwischen der Simulation und dem Experiment. Diese ist damit zu erklären, dass in der Simulation der Rissfortschritt nur über die versagten Kohäsivelemente berechnet wird. Das hat zur Folge, dass, selbst wenn in der Simulation Rissabstumpfung auftritt, dies keinen Beitrag zum berechneten Rissfortschritt darstellt. In dem Experiment wird der Rissfortschritt dagegen über die Compliance-Methode bestimmt. So kann die anfängliche Rissfortschrittsabweichung der experimentellen zur numerischen Kurve auf das Steifigkeitsverhalten des Biegebalkens im Experiment zurückgeführt werden (vgl. Abb. 5.21 (a)).

Neben dem tatsächlichen Brechen der Bindungen zwischen Atomen wird das Steifigkeitsverhalten hierbei auch von der Rissabstumpfung, dem sogenannten Blunting, sowie entstehenden Mikro-Rissen und Poren an der Oberfläche beeinflusst. So wird anfänglich ein Rissfortschritt ermittelt, obwohl noch keine Bindungen zwischen Atomen gebrochen sind. Beispielsweise ergibt sich im Experiment bei einer Verschiebung von 7  $\mu\text{m}$  bereits eine 3 % geringere Balkensteifigkeit, die nach der Compliance-Methode bereits Rissfortschritt bedeutet. Die Abweichung bei größeren Verschiebungen ist dagegen auf die unterschiedlichen Kraft-Verschiebungskurven von Simulation und Experiment zurückzuführen und eine exakte Übereinstimmung ist daher nicht zu erwarten.

Aus den experimentellen Daten wurde das  $J$ -Integral nach ASTM E1820 [11] und die Spannungsintensität  $K$  nach Murakami [78] mit gefitteter Formfunktion für die Entlastungspunkte aus der experimentellen Kraft-Verschiebungskurve berechnet und in Abb. 5.23 (b) dargestellt. Auf dieselbe Art und Weise wurde das  $J$ -Integral aus der simulierten Kraft-Verschiebungskurve ermittelt und über  $\Delta a$  aufgetragen, siehe Abb. 5.23 (b). Da das berechnete  $\Delta a$  wieder aus den gebrochenen Kohäsivelemente ermittelt wurde und keine Rissabstumpfung in  $\Delta a$  berücksichtigt ist, ergibt sich im Anfangsbereich eine erklärbbare Diskrepanz zwischen Experiment und Simulation. Ansonsten zeigen die experimentell ermittelten Werte einen gleichen charakteristischen Verlauf wie die Simulation.

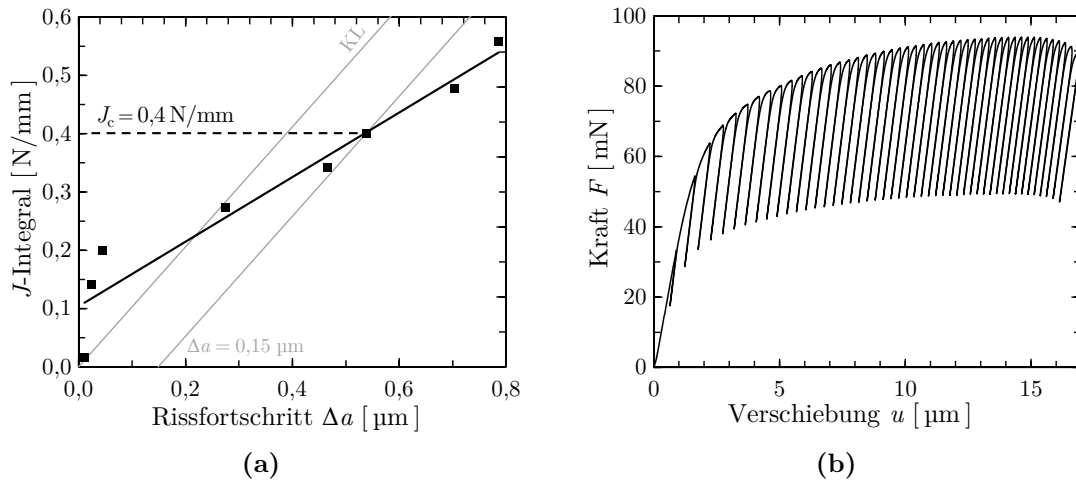




**Abbildung 5.23:** Vergleich zwischen Simulation und Experiment mit dem Rissfortschritt über der Verschiebung (a) und (b) der  $J$ - $\Delta a$ -Kurve zur Bestimmung der kritischen bruchmechanischen Kennwerte.

Somit lassen sich bruchmechanische Kenngrößen aus der Simulation und dem Experiment bestimmen und vergleichen. Jedoch stellt sich hierbei die Frage, wie das duktile Verhalten den eigentlichen Bruchprozess beeinflusst, da die plastische Zone vor der Risspitze eine Art Konkurrenz zwischen dem plastischen und spröden Versagen darstellt. In der Simulation wird hierbei der Bruchprozess mit der Kohäsivzone getrennt von der Plastizität abgebildet, sodass die gewählte Kohäsivenergie der tatsächlichen Bruchenergie entspricht. So ergibt sich aus dem Rissfortschrittsmodell mit  $\Gamma = 0,37 \text{ N/mm}$  nach Gl 4.16 eine Art bereinigte Bruchzähigkeit von  $K_{Q\text{KZM}} = 12,9 \text{ MPa m}^{1/2}$ , die dem Rissinitiierungswert entspricht, also einem Materialkennwert entspricht, der nicht von der Plastizität verfälscht wird.

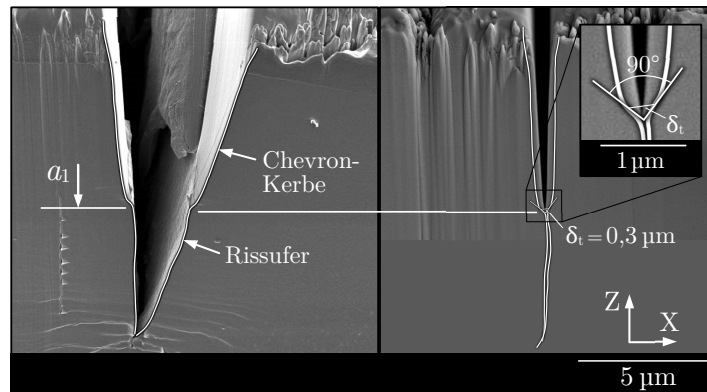
Es wäre wünschenswert, diesen Kennwert auch rein experimentell, d.h. ohne die doch recht aufwändige Simulation, zu ermitteln. Nach der Norm ASTM E399 [12] wird für die Bestimmung der Bruchzähigkeit im Rahmen der LEBM davon ausgegangen, dass der Riss mit gerader Rissfront für einen gültigen Wert innerhalb einer 95 % Sekantensteigung zur Anfangssteigung initiiert wird, bzw. dieser Sekantensteigung entspricht. Dieser Ansatz ist jedoch bei der Chevron-Kerbe nicht direkt anwendbar, da der Bereich mit gerader Rissfront und der maximalen Kraft wesentlich später erreicht wird. Mit der Annahme, dass sich eine gerade Rissfront bei 95 % der maximalen Kraft nach dem Kraftabfall ausbildet, berechnet



**Abbildung 5.24:** (a)  $J$ - $\Delta a$ -Kurve bei Rissinitiierung mit allen ausgewerteten Datenpunkte entsprechend den Entlastungen der experimentellen Kraft-Verschiebungskurve in (b).

sich nach der klassischen LEBM und der Risslänge  $a_1$  eine Bruchzähigkeit von  $K_{Q\text{LEBM}} = 7,6 \text{ MPa m}^{1/2}$  nach Gl. 5.2 mit dem Ansatz von Murakami [78] und gefitteter Formfunktion. Ohne Berücksichtigung der Plastizität wird mit dem Ansatz der linear-elastischen Bruchmechanik somit ein unterer Grenzwert der Bruchzähigkeit mit  $K_{Q\text{LEBM}}$  definiert. Jedoch zeigen sowohl die Kraft-Verschiebungskurve als auch die  $J$ - $\Delta a$ -Kurve bei einem Rissfortschritt  $\Delta a$  von 4,4 mit einem charakteristischen Punkt in der Kurve einen deutlich plastischen Anteil, sodass die linear elastische Bruchmechanik nicht mehr anwendbar ist und hier die elastisch-plastische Bruchmechanik herangezogen wird.

Neben dem plastischen Anteil des  $J$ -Integrals nach Gl. 2.11 wird in der Norm ASTM E1820 [11] die plastische Rissabstumpfung, die keinen Rissfortschritt charakterisiert, mit der sogenannten Konstruktionslinie (Bluntingline) berücksichtigt (vgl. Abb. 5.23 (b)). Die Konstruktionslinie ermittelt sich hierbei als Funktion der Fließspannung und wird nach der Norm parallel auf einen Rissfortschritt  $\Delta a$  von 0,2 mm verschoben, um ein allgemeines Blunting zu berücksichtigen. Der Schnittpunkt mit der  $J$ - $\Delta a$ -Kurve charakterisiert hierbei den vorläufig kritischen Materialkennwert  $J_q$ . Mit einer kleinen Probe außerhalb der Norm kann diese Vorgehensweise nicht verwendet, jedoch der methodische Ansatz übernommen werden.



**Abbildung 5.25:** Darstellung der belasteten und unbelasteten Probe zur Bestimmung der Rissabstumpfung mit der Rissöffnungsverschiebung  $\delta_t$ .

So zeigt Abb. 5.24 (a) mit einem Ausschnitt der  $J$ - $\Delta a$ -Kurve aus Abb. 5.23 (b) den Rissfortschrittsbeginn näher aufgelöst mit der Konstruktionslinie (grau) und einer linearen Trendlinie der Risswiderstandswerte (schwarz). Dabei wurden alle Entlastungen der vorhandenen Kraft-Verschiebungskurve aus Abb. 5.24 (b) als Datenpunkte ausgewertet. Die Konstruktionslinie basiert mit entsprechenden Annahmen ( $2 \cdot \sigma_Y$ ) auf der Norm ASTM 1820 [11] und führt bereits ohne Verschiebung der Linie zu einem  $J_{Q_{\min}}$  von  $0,2 \text{ N/mm}$ . Die parallele Verschiebung der Konstruktionslinie um  $\Delta a$  wurde hierbei über die Rissöffnungsverschiebung  $\delta_t$  bestimmt, die bei kreisförmiger Rissabstumpfung  $2 \cdot \Delta a$  charakterisiert [65]. Die Rissöffnungsverschiebung hierfür ist in Abb. 5.25 dargestellt und zeigt auf der linken Seite die beiden weiß skizzierten Rissufer der gebrochenen Probe, welche auf der rechten Seite mit der unbelasteten Probe überlagert wurden. Mit einem Rissöffnungswinkel von  $90^\circ$  konnte die Rissöffnungsverschiebung  $\delta_t$  zu  $0,3 \mu\text{m}$  bestimmt werden und zeigt hierbei mit der kritischen Separation aus dem Separationsgesetz mit  $\delta_0 = 0,286 \mu\text{m}$  eine gute Übereinstimmung. Entsprechend der Rissöffnungsverschiebung wird folglich die Konstruktionslinie in Abb. 5.24 (a) um  $\Delta a \sim \delta_t/2 = 0,15 \mu\text{m}$  parallel verschoben. Der Schnittpunkt mit der Trendlinie ergibt sich bei einem Risswiderstand  $J_q$  von  $0,4 \text{ N/mm}$ , der einem kritischen Risswiderstand bei Initiierung entspricht. Hierfür berechnet sich  $J_Q$  zu  $K_{QJ} = 13,3 \text{ MPa m}^{1/2}$  und stellt einen weiteren konservativen Grenzwert bei der Rissinitiierung dar.

Für eine gültige Evaluierung der Bruchzähigkeit mit  $K_{J_{Ic}} = \sqrt{J_{Ic} \cdot E'}$  müssen alle relevanten Probenabmessungen gegenüber einer entsprechend definierten plastischen Zone nach Gl. 2.13 größer sein. Die hierfür erforderliche Fließspannung  $\sigma_Y$  lässt sich näherungsweise mit dem Schmid'schen Schubspannungsge-

setz nach Gl. 2.16 bestimmen. Mit der kritischen Schubspannung  $\tau_s = 210$  MPa und dem Schmidfaktor von 0,408 entsprechend der  $[011]$ -Rissebenennormale (vgl. Tab. 4.2) berechnet sich die Fließspannung zu 515 MPa. Da jedoch kein einachsiger Spannungszustand vorliegt, dient dieser Wert nur einer ersten Näherung.

Die Kenngröße nach Gl. 2.13 berechnet sich mit  $J_{Q\text{EXP}} = 0,4$  N/mm zu  $7,7$   $\mu\text{m}$  und ist folglich kleiner als die kleinste relevante Größe mit der Probenbreite  $B = 22$   $\mu\text{m}$ , sodass die Definitionen der ASTM Prüfvorschrift erfüllt sind. Die somit numerisch und experimentell gefundenen bruchmechanischen Kenngrößen wurden bei Rissinitiierung bestimmt und sind zusammenfassend für das  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem in Tab. 5.2 angegeben. Jedoch charakterisiert  $K_{Q\text{LEBM}}$  aufgrund der großen plastischen Verformung keinen kritischen Bruchzähigkeitskennwert und ist somit in Frage zu stellen.

**Tabelle 5.2:** Experimentell und numerisch bestimmte Bruchzähigkeitskennwerte des Mikro-Biegebalkens ( $L = 110$   $\mu\text{m}$ ,  $B = 22$   $\mu\text{m}$ ,  $W = 44$   $\mu\text{m}$ ,  $a_1 = 8,8$   $\mu\text{m}$ ) mit einem  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem, unabhängig der Normkonditionen nach der LEBM mit  $K_{Q\text{LEBM}}$ , über die Kohäsivenergie mit  $K_{Q\text{KZM}}$  und  $K_{Q\text{JEXP}}$  über  $J_{Q\text{EXP}}$  mit entsprechend berücksichtigter Rissabstumpfung.

Rissystem	$K_{Q\text{LEBM}}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]	$K_{Q\text{KZM}}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]	$K_{Q\text{JEXP}}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]	$J_{Q\text{EXP}}$ [N/mm]
$\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$	7,6	12,9	13,3	0,4

#### 5.4.4 Versuchsvorschrift und Diskussion

Der Vergleich zwischen Simulation und Experiment zeigt in erster Näherung eine gute Übereinstimmung. Jedoch mussten im Modell Vereinfachungen getroffen werden, die sich auch auf das Ergebnis auswirken. So können die Abweichungen zwischen der numerischen und der experimentellen Kraft-Verschiebungskurve eine Folge von mehreren getroffenen Vereinfachungen und Randbedingungen sein.

**Auf der experimentellen Seite** erfolgt die Herstellung der finalen Balken- und der Kerbgeometrie mittels FIB und zeigt herstellungsbedingt keine eindeutig bestimmbare Probengeometrie der unbelasteten Biegebalken. Zudem kann mittels FIB keine eindeutig definierte mathematisch scharfe Kerbe hergestellt werden. Daher dient hier der Mittelwert der tatsächlich gemessenen Werte aus unterschiedlichen Ansichten als Basis. Weiterhin führen Mikro-Risse an der Oberfläche zu einer

Abweichung der Balkensteifigkeit, die sich neben der Eigensteifigkeit der Prüfvorrichtung selbst direkt auf die resultierende Kraft-Verschiebungskurve auswirkt. Diese Eigenschaften und die daraus entstehenden Einflüsse bei der experimentellen Untersuchung werden in der Arbeit von Schmitt [105] näher beleuchtet.

**Auf der numerischen Seite** erfolgen die Berechnungen idealisiert ohne Berücksichtigung von Poren oder Mikro-Rissen an der Oberfläche. Zudem entsteht über die Indenterreibung eine Lateralkraft, die aufgrund fehlender Informationen aus den Versuchen nicht bewertet werden kann und somit nicht in der Kraft-Verschiebungskurve und der Berechnung von  $J$  berücksichtigt wird. Weiterhin zeigt sich, dass eine Belastung mit reibungsfreier Formulierung bereits eine Lateralkraft verursacht und die Prozesszone beeinflusst (vgl. Abschnitt 5.1).

Mit den Erkenntnissen aus der numerischen Simulation und des hier gezeigten Vorgehens lassen sich zwei Ansätze für die Bestimmung der Bruchzähigkeit ableiten.

1. **Numerischer Ansatz:** Kohäsivzone definiert mit der Kohäsivenergie die Bruchzähigkeit  $K_{Q\text{ KZM}}$  (KZM-Methode).

Durch die Verwendung einer Kohäsivzone werden die Plastizität und der Bruchvorgang voneinander getrennt, wobei der Bruchvorgang selbst über das Kohäsivgesetz definiert ist. Somit wird das Bruchverhalten in der Simulation nicht von der Kristallplastizität beeinflusst. Diese wird jedoch um die Kohäsivzone abgebildet, um ein reelles Verhalten wie beispielsweise die Verformungsabhängigkeit unterschiedlicher Kristallorientierungen zu berücksichtigen. So kann die Energie, die für einen Rissfortschritt benötigt wird, als Kohäsivenergie  $\Gamma_0$  verstanden werden, die unabhängig von der plastischen Zone einen gültigen Bruchzähigkeitswert liefert.

In der Simulation zeigte sich, dass die Anpassung der Kohäsivenergie die Rissinitiierung beeinflusst und sich dadurch das Kraftmaximum entlang dem Kurvenverlauf verschiebt. Eine größere Kohäsivenergie führt dabei zu einer größeren Maximalkraft und folglich zu einer höheren Bruchzähigkeit. Mit der Anpassung der numerischen Kraft-Verschiebungskurve an die experimentelle Kurve (vgl. Abb. 5.22) ergibt sich bei konstanter Kohäsivspannung folglich eine Kohäsivenergie, die mit obiger Annahme nach Gl. 4.16 als Bruchzähigkeit  $K_{Q\text{ KZM}}$  definiert werden kann.

2. **Experimenteller Ansatz:** Die Bruchzähigkeit wird mittels der Compliance-Methode aus der experimentellen Risswiderstandskurve über  $J_Q$  bestimmt und definiert den oberen Grenzwert.

Bei der Bestimmung der Bruchzähigkeit im Rahmen der LEBM ergibt sich mit  $K_{Q\text{LEBM}}$  ein unterer Grenzwert, der jedoch aufgrund der Plastizität in Frage zu stellen ist und somit die EPBM herangezogen werden muss. Die Grundlage hierfür liefert die Rissfortschrittsanalyse von Biegebalken mit Chevron-Kerben. In Verbindung mit der Compliance-Methode (Abschnitt 5.2.3), kann hier die Risslänge in Abhängigkeit der Steifigkeit bestimmt und über den berechneten Risswiderstand aufgetragen werden. Hier zeigte sich zu Beginn eine stark ansteigende Risswiderstandskurve, die das charakteristische Wachstumsverhalten von Rissen in Chevron-Kerben definiert [13, 116]. Mit der gemessenen Rissabstumpfung aus dem Experiment, die hier auch der kritischen Separation in dem Kohäsivzonenmodell entspricht, kann somit über die verschobene Bluntingline ein kritischer Kennwert bestimmt werden. Sind die Prüfvorschriften erfüllt, entspricht der gefundene Wert einem zulässigen Bruchzähigkeitskennwert.

Die Bruchzähigkeitswerte nach den beiden Ansätzen sind in Tab. 5.2 aufgelistet. Nach dem numerischen Ansatz ergibt sich die Bruchzähigkeit mit der Kohäsivenergie von  $0,37 \text{ N/mm}$  zu  $K_{Q\text{KZM}} = 12,9 \text{ MPa m}^{1/2}$  und nach dem experimentellen Ansatz über die Risswiderstandskurve zu  $K_{Q\text{J EXP}} = 13,3 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Diese entsprechen dem Literaturwert von  $K_{Ic} = 12,9 \pm 2,1 \text{ MPa m}^{1/2}$ , welchen Riedle et al. [92] ebenfalls am  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem an makroskopischen Proben ermittelte. Mit gleicher Kraft und gleicher Probengeometrie berechnet sich  $K_{Q\text{LEBM}}$  unabhängig der Normkonditionen im Rahmen der linear-elastischen Bruchmechanik zu  $6,7 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Unter Berücksichtigung der elastisch-plastischen Bruchmechanik zeigt die Risswiderstandskurve einen deutlichen Anstieg, sodass der plastische Anteil von  $J$  nicht vernachlässigbar ist. Wurster et al. [122] beobachtete in seinen Untersuchungen von einkristallinem Wolfram mit der Zunahme der Bruchzähigkeit zwischen LEBM und EPBM ein ähnliches Verhalten und bestätigt diese Ergebnisse. Dabei zeigte er im Vergleich zur Literatur geringere Werte für  $K_{Q\text{LEBM}}$  und höhere Werte für  $K_{Q\text{J}}$  [92]. Aktuelle Untersuchungen von Ast et al. [9] zeigen jedoch, dass die Probenabmessungen das Bruchverhalten nicht entscheidend beeinflussen und bestätigen somit diese Ergebnisse und die theoretischen Ansätze.

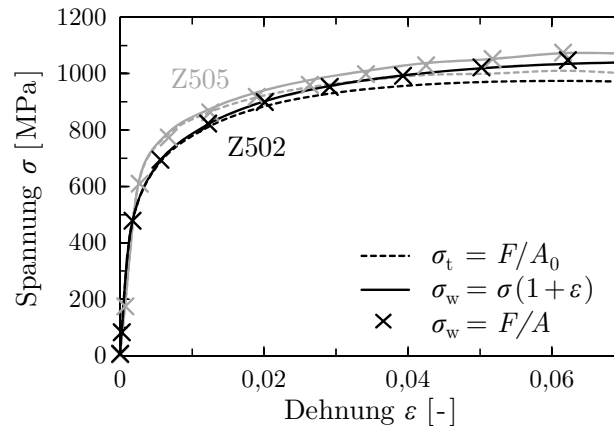
## 5.5 Deformationsverhalten von einkristallinem Wolfram

Neben den bruchmechanischen Untersuchungen wurden in einer weiteren Betrachtung als zweite Verifikation Zugexperimenten bis zum Bruch betrachtet, um die angewandte Methodik zu testen und zu verifizieren. Das in Abschnitt 3.2 gezeigte Verformungsverhalten von kubisch-raumzentriertem Wolfram soll hierfür weiter untersucht werden. Hierbei beschränkt sich die Betrachtung innerhalb des stereographischen Standarddreiecks in diesem Abschnitt auf die [123]-Orientierung, da hier gegenüber den Eckorientierungen nur ein primär aktives Gleitsystem zu erwarten ist. So ergeben sich bei der Verformung weniger Einflüsse, die durch die Aktivierung konjugierter Gleitsysteme entstehen können und beispielsweise ein anomales Fließverhalten wie bei der [011]-Orientierung hervorrufen. Das Verformungsverhalten wird hierbei numerisch mit Schmid'schem und Nicht-Schmid'schem Verhalten untersucht und mit den Experimenten der [123]-Orientierung verglichen. Die Berücksichtigung des Einschnürverhaltens ermöglicht zudem eine Bestimmung des wahren Verformungsverhaltens, das ergänzend zu der [123]-Orientierung für die [001]-, [011]- und [111]-Kristallorientierung im Anhang A.5 gezeigt wird.

### 5.5.1 Auswertung der wahren Spannung

In der Arbeit von Schmitt [105] wurden *in situ* Zugversuche an ungekerbten Flachzugproben durchgeführt, bei denen die gemessene Zugkraft sowie die Längenänderung in Längs- als auch Breitenrichtung über Bilddaten zur Verfügung stehen. Die Dickenänderung wurde dabei nicht erfasst. Lediglich an der gebrochenen Probe kann die Bruchfläche vermessen werden. Nachfolgend soll überprüft werden, ob die Änderung der Breite mit der Änderung der Dicke korreliert, d.h. die Querdehnung in Breitenrichtung der Querdehnung in Dickenrichtung entspricht. Die Grundlage hierfür liefert die Annahme eines einachsigen homogenen Spannungszustandes bei der Versuchsdurchführung.

Mit Z502 und Z505 wurden zwei Flachzugproben mit einer [123]-Kristallorientierung in Zugrichtung untersucht, deren Anfangsquerschnitte sich etwa durch den Faktor zwei unterscheiden. Abb. 3.2 zeigt deren gemessene technische Spannungs-Dehnungskurven. Unter Annahme der Volumenkonstanz kann die technische Spannung im Bereich bis zur Gleichmaßdehnung über  $\sigma_w = \sigma(1 + \varepsilon)$  in die Cauchy-Spannung (wahre Spannung) umgerechnet werden. Für Z502 und Z505 sind die so ermittelten Spannungen in Abhängigkeit der Hencky-Dehnung mit  $\varepsilon_w = \ln(1 + \varepsilon)$  neben der technischen Spannungs-Dehnungskurve in Abb. 5.26 dargestellt.



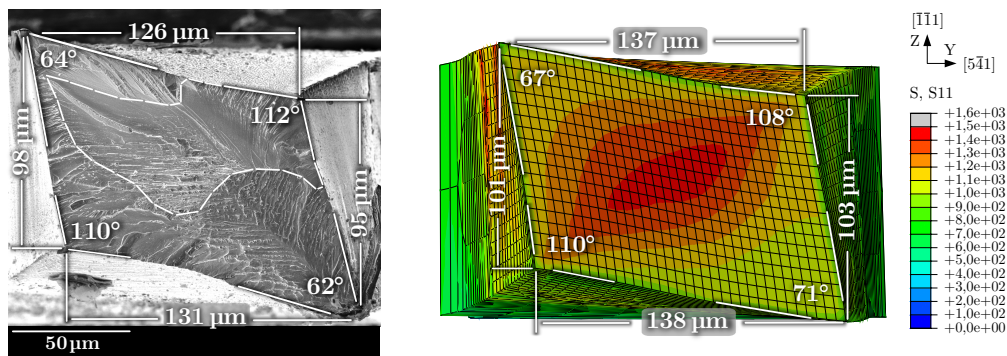
**Abbildung 5.26:** Berechnete wahre Spannung über die Querschnittsfläche im Vergleich mit der Cauchy-Spannung für zwei Flachzugproben mit [123]-Kristallorientierung im Bereich der Gleichmaßdehnung.

Alternativ kann die wahre Spannung über die tatsächliche Querschnittsfläche ermittelt werden. Zur Bestimmung dieser wurde die Probenbreite  $b_g$  vermessen und die Änderung auf die Probendicke  $d_g$  skaliert. Die so ermittelten Spannungswerte sind in Abb. 5.26 jeweils mit  $\times$  gekennzeichnet und zeigen eine gute Übereinstimmung mit der wahren Cauchy-Spannung. Somit korreliert die Änderung der Probendicke mit der Änderung der Probenbreite und kann für weitere Auswertungen verwendet werden, siehe Anhang A.4. Jedoch ist im Einschnürbereich aufgrund des auftretenden mehrachsigen Spannungszustands diese Korrelation nicht mehr möglich.

### 5.5.2 Experimentelles und berechnetes Verformungsverhalten der [123]-Kristallorientierung

Mit [123] wurde hier eine Kristallorientierung in Zugrichtung gewählt, die nach dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz nur ein dominantes Gleitsystem aufweist (vgl. Tab. 4.2). Mit einem Schmidfaktor von 0,46 wird das  $(101)[\bar{1}11]$ -Gleitsystem bevorzugt aktiviert und führt in der Flachzugprobe zu einem Einfachgleiten entlang dieser Gleitsystemebene. Bei einem einachsigen Zugversuch muss zusätzlich zur Scherung noch eine Rotation erfolgen, damit die Probe in Zugrichtung ausgerichtet bleibt [41]. Aufgrund der Einspannung erfolgt die Verformung somit nicht homogen über die gesamte Zugprobe, sodass im Simulationsmodell nach Abb. 4.13 die gesamte Probengeometrie zu berücksichtigen ist.





**Abbildung 5.27:** Bruchfläche der Flachzugprobe Z502 mit eingezeichneter Restbruchfläche im Vergleich zur kristallplastischen Simulation bei gleichem Belastungszustand und definierter [123]-Kristallorientierung in Zugrichtung.

Grundlage für die Modellerstellung ist hierbei die Probengeometrie mit einem Anfangsquerschnitt von  $204 \mu\text{m} \times 114 \mu\text{m}$  für Z502 und  $137 \mu\text{m} \times 91 \mu\text{m}$  für Z505. Für das Materialmodell werden die bereits in Abschnitt 4.2.3 definierten Kristallplastizitätsparameter  $\tau_0 = 245 \text{ MPa}$ ,  $\tau_s = 460 \text{ MPa}$  und  $h_0 = 6000 \text{ MPa}$  für die [123]-Orientierung verwendet.

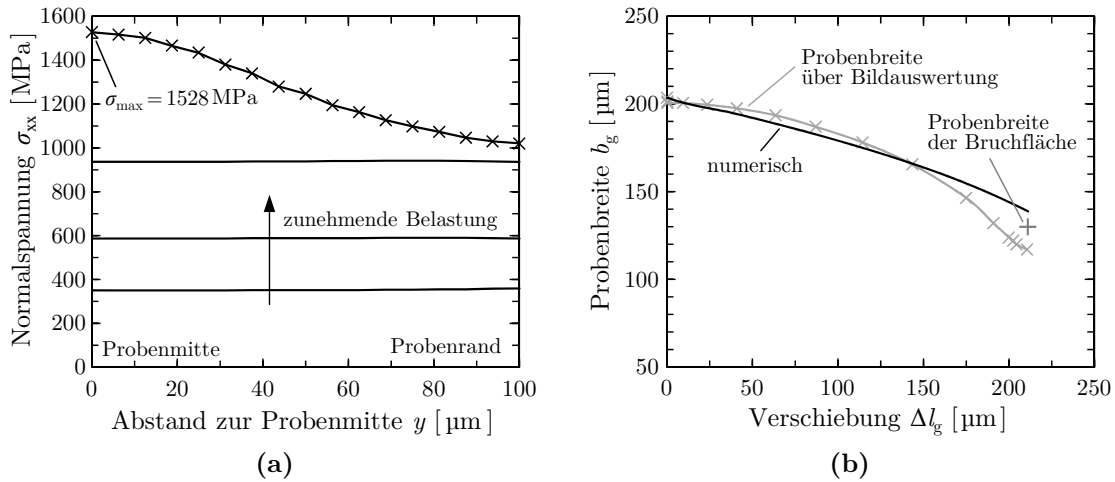
Einen ersten Vergleich der experimentellen Bruchfläche mit der numerisch berechneten Querschnittsfläche zeigt Abb. 5.27 mit der Flachzugprobe Z502. Im Versuch zeigt die Zugprobe mit [123]-Kristallorientierung eine starke Verformung im Bereich der Einschnürzone. Die Ausgangsquerschnittsfläche mit  $b_g = 204 \mu\text{m}$  und  $d_g = 114 \mu\text{m}$  deformiert sich mit zunehmender Belastung dabei so stark, dass die Bruchfläche ein Parallelogramm mit einem Innenwinkel von etwa  $63^\circ$ , bzw.  $111^\circ$  beschreibt. Ein Vergleich mit der Simulation zeigt bei gleicher Verschiebung und Orientierung ein ähnliches Deformationsbild mit maximaler Normalspannung  $\sigma_{xx}$  in der Probenmitte. Nach der Bruchflächenanalyse beginnt auch hier der Anriss und breitet sich von dort stabil zum oberen Probenrand aus (vgl. Abb. 5.27). Die weiß gestrichelte Kontur der experimentellen Bruchfläche beschreibt hierbei die angenommene stabile Rissausbreitung vor dem Versagen. Mit der höheren Normalspannung im oberen Probenquerschnitt bestätigt die Simulation diesen bevorzugten Rissverlauf. Die Fläche außerhalb der gestrichelten Kontur charakterisiert die Restbruchfläche und erklärt somit auch die abfallende Spannungs-Dehnungs-Kurve in Abb. 4.15, wenn die tatsächliche Fläche über Probenbreite und damit korrelierter Probendicke bestimmt wird. Mit der Rissinitiierung in der Probenmitte kann die Hohlraumbildung hierbei nicht berücksichtigt werden und zeigt folglich der Auswertung nach Abschnitt 5.5.1 Grenzen auf.

Um eine Vorstellung des Spannungsverlaufs bei zunehmender Belastung zu erhalten, ist in Abb. 5.28 (a) die Normalspannung  $\sigma_{xx}$  über den Abstand zur Probenmitte aufgetragen. Zu Beginn zeigt sich ein konstanter Spannungsverlauf, der ab der Einschnürung in der Probenmitte gegenüber dem Probenrand stark ansteigt. Zum Versagenszeitpunkt erreicht die Normalspannung in der Simulation der Flachzugprobe Z502 einen Maximalwert von 1528 MPa im Probenzentrum, der gleichzeitig der sogenannten Kohäsivspannung des Separationsgesetzes entspricht (vgl. Abb. 4.15). Infolge der Einschnürung berechnet sich an dieser Stelle ein mehrachsiger Spannungszustand der ungekerbten Probe von  $h = 0,47$ .

Abb. 5.28 (b) beschreibt mit der gemessenen Probenbreite die Einschnürung der experimentellen Versuche bei zunehmender Verschiebung. Im Vergleich mit der numerischen Simulation zeigt der Kurvenverlauf zu Beginn eine gute Näherung, die jedoch mit zunehmender Verschiebung voneinander abweichen.

Ein entscheidender Faktor für diese Abweichung ist auf die Methode der Bildauswertung zurückzuführen. Mit der starken Deformation und der Verdrehung der Probe befindet sich der Messbereich unter dem Mikroskop nicht mehr im zu Beginn fokussierten Bereich. Bei geringer Tiefenschärfe wirkt sich die so entstandene Abstandsänderung zwischen Probenoberfläche und Kamera sehr stark auf die Vermessung der Probe aus. In der Bildauswertung führt dabei eine größere Entfernung zum Mikroskop zu einer kleineren Probenbreite. Weiterhin wird die Vermessung der Probe mit zunehmender Einschnürung erschwert, da sich das Belichtungsfeld infolge der Deformation auf der Probenoberfläche ändert und der Einschnürbereich gegenüber der Umgebung teilweise nur einen geringen Kontrastunterschied aufweist. Mit der Vermessung der Probenbreite über die Bruchfläche wird dieser Einfluss in Abb. 5.28 (b) verdeutlicht und zeigt im Falle der Flachzugprobe Z502 mit  $129 \mu\text{m}$  eine größere tatsächliche Probenbreite gegenüber der gemessenen Breite aus der Bildauswertung mit  $117 \mu\text{m}$ . Im Vergleich mit der numerischen Berechnung ergibt sich mit  $b_g = 137 \mu\text{m}$  somit eine geringere tatsächliche Abweichung von etwa 6 %.

Ein weiterer Einfluss auf die gemessene Probenbreite, der hier jedoch nicht weiter untersucht wird, ist der herstellungsbedingte Kantengrat, der bei manchen Flachzugproben beobachtet wird. Dieser kann bei der Bildauswertung der Probenoberfläche nicht berücksichtigt werden und führt somit zu einer weiteren Abweichung der berechneten Querschnittsfläche.



**Abbildung 5.28:** (a) Entwicklung der Normalspannung  $\sigma_{xx}$  bei zunehmender Belastung über den Probenquerschnitt einer ungekerbten Flachzugprobe mit Hilfe der FEM. (b) Gemessene Probenbreite bei zunehmender Verschiebung im Vergleich mit der numerisch ermittelten Probenbreite.

Die in diesem Abschnitt gezeigte Untersuchung dient der Evaluierung des verwendeten Materialgesetzes. Die gewählten Materialparameter konnten dabei das Verformungsverhalten der [123]-Orientierung beschreiben (vgl. 5.29 (a)) und dienen somit der Validierung der verwendeten Kristallplastizität. Mit der genauen Auswertung der Zugversuchsdaten können die wahren Spannungs-Dehnungskurven im Anhang A.4 für zukünftige Materialcharakterisierungen mit verbesserten Materialgesetzen verwendet werden.

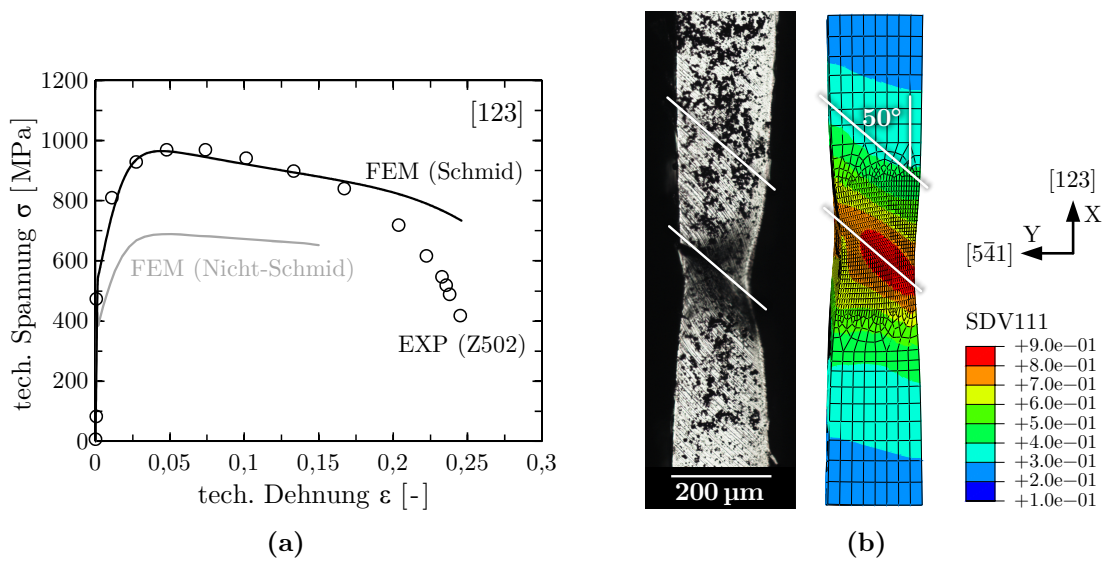
### 5.5.3 Vergleich der aktiven Gleitsysteme bei Schmidchem und Nicht-Schmidchem Verhalten

In der Formulierung der Kristallplastizität ist die Fließregel nach Schmid in der einfachen Form des Schmidchen Gesetzes implementiert. Das Nicht-Schmidche Verhalten bleibt dabei unberücksichtigt und soll daher mit der Erweiterung nach Abschnitt 4.1.3 untersucht werden. Hierfür wird das kristallplastische Materialverhalten mit dem Schmidchen und Nicht-Schmidchen Verhalten in der Simulation abgebildet.

Das Ergebnis der Berechnung zeigt Abb. 5.29 (a) mit der technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve aus Experiment und Simulation. Entsprechend den angepassten Materialparametern stimmt der Kurvenverlauf bei reinem Schmid-Verhalten gut mit der experimentellen Kurve überein. Das Fließverhalten korreliert hierbei direkt mit dem Schmid-Faktor, der sich bei dem primären Gleitsystem mit der [123]-Kristallorientierung zu 0,47, bzw. nach dem modifizierten Schmid-Faktor zu 0,64 bestimmen lässt. Mit den gewählten Materialparametern ergibt sich somit für das Nicht-Schmidverhalten entsprechend des höheren Schmid-Faktors ein niedrigerer Fließbeginn.

In einer weiteren Auswertung werden daher die aktiven Gleitsysteme untersucht. Diese bestätigt die Annahme, dass die [123]-Orientierung im einachsigen Zugversuch nur ein dominantes Gleitsystem besitzt und die Spannungs-Dehnungs-Kurve folglich primär beeinflusst (s. Anhang A.5). So ergibt sich für  $(101)[\bar{1}11]$  mit einem Schmid-Faktor von 0,47 nach Tab. 4.2 ein dominantes Gleitsystem, das bei Schmid-schem Verhalten 99,5 % zur Gesamtdehnung beiträgt. Weitere konjugierte Systeme sind daher im einachsigen Zustand nicht zu erwarten. Bei Nicht-Schmid-schem Verhalten zeigt sich mit  $(011)[\bar{1}\bar{1}1]$  ein sekundäres Gleitsystem, dessen Aktivitäten jedoch mit 6 % vernachlässigbar klein sind. Die Hauptverformung findet dabei auch auf dem dominanten  $(101)[\bar{1}11]$ -System statt.

Mit der [123]-Kristallorientierung in Zugrichtung resultiert aus der Gleitfamilie ein dominantes Gleitsystem, das in der Flachzugprobe zu einer ausgeprägten Einschnürung führt, vgl. Abb. 5.29 (b). Die experimentellen und numerischen Ergebnisse zeigen dabei grundsätzlich ein ähnliches Verhalten. Zudem können bei den Versuchen auf der Probenoberfläche Gleitlinien beobachtet werden, die in einem Winkel von  $50^\circ$  zur Zugachsenrichtung auftreten. Folglich bevorzugen die Kristallorientierung in den Zugversuchen ein Abgleiten auf der  $(101)$ -Ebene, die einen Winkel von  $49^\circ$  zur Zugrichtung beschreibt. Die Simulation bestätigt mit dem dominanten  $(101)[\bar{1}11]$ -Gleitsystem diese Gleitebene und zeigt mit der Scherdehnung in Abb. 5.29 (b) ein identisches Verformungsbild mit gleicher Gleitrichtung. Diese Übereinstimmung mit den experimentellen Daten zeigt, dass einkristallines Wolfram mit der Kristallplastizität abgebildet werden kann und eine Vorhersage des Deformationsverhaltens für verschiedene Kristallorientierungen, mit Ausnahme der speziellen  $[011]$ -Orientierung, prinzipiell möglich ist.



**Abbildung 5.29:** Darstellung der experimentellen und numerischen Ergebnisse der Flachzugprobe Z502 mit einer  $[123]$ -Kristallorientierung in Zugachse. (a) Technische Spannungs-Dehnungs-Kurve im Vergleich mit Schmid- und Nicht-Schmid-Verhalten. (b) Einschnürzone kurz vor dem Versagen und Vergleich der experimentell beobachteten Gleitlinien mit der numerischen Scherdehnung.



# Kapitel 6

## Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde das Verformungs- und Bruchverhalten von einkristallinem Wolfram auf der mikroskopischen Ebene bei unterschiedlichen Kristallorientierungen numerisch untersucht.

Ein Schwerpunkt dieser Studien war es, die Orientierungsabhängigkeit des Risswiderstandes am Beispiel eines Mikro-Biegebalkens systematisch zu ermitteln sowie die Rissinitiierung und das Risswachstum mit Hilfe der FEM zu charakterisieren. Hierfür wurden zwei Rissysteme mit  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$  (KO1) und  $\{100\}\langle 011\rangle$  (KO2) gewählt, die bereits Riedle und Gumbsch [48, 92] auf der makroskopischen Ebene untersuchten. Die Rissfortschrittsuntersuchung erfolgte hierbei mit Hilfe des Kohäsivzonenmodells von Scheider und Brocks [102] in Kombination mit der Kristallplastizitätsformulierung nach Asaro [6]. Das Verfestigungsverhalten wurde dabei bis auf die Sättigungsspannung ( $\tau_s = 700$  MPa) nach den Materialparametern von Yao [124] beschrieben und zeigte anhand der durchgeführten Zugversuche einen guten Mittelwert bei unterschiedlichen Kristallorientierungen. Lediglich das abweichende Verformungsverhalten der  $[011]$ -Orientierung kann mit der Kristallplastizität nicht abgebildet werden. Das Rissfortschrittsverhalten selbst wurde hier mit der Kohäsivenergie  $\Gamma_0$  und der Kohäsivspannung  $T_0$  nach dem Separationsgesetz beschrieben. Hierbei konnte nach numerischer Anpassung der experimentellen Flachzugversuche von Schmitt [105] eine Kohäsivspannung von 1500 MPa bestimmt werden, die nach Scheider et al. [103] als konstant angenommen wurde. Ein weiterer Schwerpunkt dieser Arbeit war die numerische Untersuchung des Verformungsverhaltens von kubisch-raumzentriertem Wolfram. Hierzu wurde ebenfalls die Kristallplastizität verwendet und die Materialparameter zunächst an Literaturdaten angefitet. Um das spezielle krz-Verformungsverhalten mit dem Nicht-Schmid-Verhalten abzubilden, wurde das benutzerdefinierte Materialmodell mit dem Ansatz von Weinberger et al. [119] und den Materialparametern von Grö-

ger et al. [43] erweitert. Für einen Vergleich mit den experimentellen Ergebnissen wurde in dieser Arbeit mit der [123]-Orientierung in Zugachsenrichtung eine Flachzugprobe untersucht, die nach dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz nur ein dominantes Gleitsystem aufweist. Anhand dieses Vergleichs konnte die Kohäsivspannung angepasst und die aktiven Gleitsysteme sowie das wahre Verformungsverhalten untersucht werden. Neben der [123]-Orientierung wurde in einer weiteren Auswertung das wahre Verformungsverhalten der [001]-, der [011]- und der [111]-Orientierung bestimmt.

Im Folgenden werden die wesentlichen Ergebnisse der vorliegenden Arbeit zusammenfassend aufgelistet.

#### Einfluss der Probengeometrie und der Biegebelastung auf die Prozesszone

- Mit einer Positionierung der Kerbe in der Balkenmitte zeigte sich neben der Rissprozesszone eine zusätzliche plastische Zone an der Einspannstelle. Die Kerbe wurde folglich in Richtung der Einspannstelle verschoben, sodass sich das maximale Spannungsfeld an der Rissspitze konzentriert und plastische Verformungen an der Einspannstelle verhindert wird.
- Bei der Belastung mittels Nanoindenter entstehen bei Belastung eine laterale und transversale Relativbewegung zwischen Indenter und Oberfläche. Diese Relativbewegung führt dazu, dass (a) die gemessene Indenterverschiebung von der tatsächlichen Balkenbiegung abweicht und das Kraft-Verschiebungsverhalten beeinflusst, (b) der Hebelarm zwischen Riss und Belastung kleiner wird und (c) Lateralkräfte in dem Balken resultieren, welche das Rissspitzenfeld beeinflussen.
- Mit zunehmender Reibung zwischen Indenter und Probenoberfläche zeigte sich mit steigender Lateralkraft auch eine steigende Indenternormalkraft. Eine Lateralkraft resultiert jedoch bereits bei reibungsfreiem Kontakt.
- Im Gegensatz zur Berkovich-Spitze zeigte der Keil-Indenter mit einer Linienbelastung eine deutlich kleinere plastische Verformung unter der Indenterspitze, sodass die Abweichung der Relativverschiebung vernachlässigbar ist und der Keil-Indenter für die Belastung von Biegebalken empfohlen wird.
- Der Einfluss der Indenterbelastung auf die Rissöffnungsart ist bei unterschiedlichen Indenterspitzen vernachlässigbar klein. Neben Modus II zeigte sich ein dominanter Modus I.



### Einfluss der Kerbform

- Mit unterschiedlich modellierten Risstiefen wurden für die gerade und die keilförmige Chevron-Kerbform eine geometrie- und belastungsabhängige Formfunktion bestimmt. Gegenüber der Formfunktion aus der Literatur ergab sich für die gerade Kerbe geringere Werte für die Formfunktion. Die Chevron-Kerbe zeigt jedoch mit einer großen risstreibenden Kraft deutlich höhere Werte für die Formfunktion, die aber in direkter Beziehung zur Formfunktion der geraden Kerbe steht.
- In einer weiteren elastischen Studie wurde der Einfluss der Kerbformen auf das Steifigkeitsverhalten untersucht und mittels der Compliance-Methode eine risstiefenabhängige Steifigkeitsfunktion bestimmt. Der Ansatz der Compliance-Methode wurde hierbei auch mittels Entlastungen durch das Rissfortschrittsmodell bestätigt und zeigte, dass die Chevron-Kerbe gegenüber der geraden Kerbe eine geringere Steifigkeitsänderung mit zunehmender Risslänge aufweist.

### Einfluss der Kristallorientierung

- Unabhängig von der Kerbform zeigt KO1 mit dem  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem einen tendenziell höheren Kraft-Verschiebungsverlauf mit einer früheren Rissinitiierung als KO2 mit dem  $\{100\}\langle 011\rangle$ -Rissystem.
- Bei der Chevron-Kerbe wird der Riss bei KO1 und KO2 zwischen der Probenmitte und dem Probenrand an unterschiedlichen Positionen initiiert. Der anschließend zur Probenmitte wachsende Riss resultiert mit einem Versagen vieler Kohäsivelemente in einem Kraftabfall. Bei KO1 ist dieser besonders ausgeprägt.
- Mit wachsendem Riss und steigender plastischer Zone stellt sich in der  $J$ - $\Delta a$ -Kurve ein steigender Risswiderstand ein. Hierbei resultierte für KO2 ein höherer Risswiderstand und es wurde gezeigt, dass bei gleichem Rissfortschritt aufgrund der Gleitaktivitäten in KO2 eine größere plastische Zone entsteht.
- Die Ausbildung der plastischen Zone vor der Rissspitze zeigte für die beiden Kristallorientierungen unterschiedliche Formen. Bei gleicher Probengeometrie ergab sich eine resultierende Richtung der maximalen Gleitsystemaktivitäten bei KO1 zu  $90^\circ$  und bei KO2 zu  $60^\circ$  vor der Rissspitze zur Rissebene.

### Vergleich von Experiment und Simulation mit dem $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem

- In einem ersten Vergleich mit einem experimentellen Biegebalkenversuch wurde gezeigt, dass das entwickelte Rissfortschrittsmodell mit angepasster Kohäsivenergie die experimentelle Kraft-Verschiebungskurve annähernd abbilden kann. Abweichungen im elastischen Verformungsbereich konnten mit Mikrorissen und Poren erklärt werden, die in der Simulation nicht berücksichtigt wurden.
- Experimentell beobachtete Gleitlinien vor der Risspitze konnten numerisch mit einem Vergleich der Gleitaktivitäten ebenfalls nachgewiesen werden.
- Für Experiment und Simulation zeigte sich bei gleicher Steifigkeit am Probenrand ein identischer Rissfortschritt, sodass der Rissfortschritt im Experiment mit der Compliance-Methode zuverlässig berechnet werden konnte.
- Im Rahmen der LEBM konnte mit  $K_{Q\text{LEBM}} = 7,6 \text{ MPa m}^{1/2}$  ein unterer konservativer Grenzwert der Bruchzähigkeit definiert werden, der jedoch aufgrund der Plastizität in Frage gestellt und die EPBM herangezogen werden musste.
- Die numerisch und experimentell ermittelten Risswiderstandskurven zeigten einen ähnlichen Kurvenverlauf, sodass für die Auswertung zwei methodische Ansätze zur Bestimmung der Bruchzähigkeit vorgeschlagen wurden:
  - Numerischer Ansatz: Mit der Verwendung einer Kohäsivzone werden die Plastizität und der Bruchvorgang voneinander getrennt, wobei der Bruchvorgang selbst über das Kohäsivgesetz definiert ist. So definiert die Kohäsivzone mit der Kohäsivenergie die Bruchzähigkeit  $K_{Q\text{KZM}}$ .
  - Experimenteller Ansatz: Mit Hilfe der Compliance-Methode kann der Rissfortschritt im Biegebalken in Abhängigkeit der Steifigkeit ermittelt werden. Aus der Auftragung des Risswiderstands gegen den Rissfortschritt und anschließender Berücksichtigung der Rissabstumpfung (Blunting) kann die Bruchzähigkeit  $K_{QJ}$  in Anlehnung an die Norm mit  $J_Q$  bestimmt werden. Mit  $K_{Q\text{KZM}} = 12,9 \text{ MPa m}^{1/2}$  und  $K_{QJ\text{EXP}} = 13,3 \text{ MPa m}^{1/2}$  ergaben sich hier Bruchzähigkeitskennwerte, die für das  $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem mit dem makroskopischen Literaturwert von  $K_{Ic} = 12,9 \pm 2,1 \text{ MPa m}^{1/2}$  [92] gut übereinstimmen. Somit konnte gezeigt werden, dass die Probenabmessung das Bruchverhalten nicht entscheidend beeinflusst und die Bruchzähigkeitswerte von der mikroskopischen Ebene auf die makroskopische Ebene übertragen werden können.

### Verformungsverhalten

- Bei der Untersuchung des Verformungsverhaltens mittels kleiner Zugproben zeigte sich auf der mikroskopischen Ebene ein ähnliches Fließverhalten wie es aus der Literatur von makroskopischen Proben bekannt ist. Für die Fließspannung ergab sich hierbei folgender Zusammenhang bei Zugbelastung:

$$\sigma_{Y[011]} > \sigma_{Y[111]} > \sigma_{Y[001]}.$$

- Mithilfe der Probenvermessung und Bildkorrelationsverfahren konnte das wahre Spannungs-Dehnungsverhalten ermittelt und mit numerischen Simulationen verglichen werden. Mit der Vermessung der Restbruchfläche konnte zudem die wahre Spannung beim Versagenseintritt bestimmt werden.
- Für die [123]-Orientierung zeigte sich mit angepasstem Materialgesetz eine gute Übereinstimmung mit dem experimentellen Verformungsverhalten. Mit der Einschnürzone und den Gleitaktivitäten konnte in der Simulation zudem ein identisches Verhalten beobachtet werden.
- Für eine Beschreibung des speziellen Verformungsverhaltens von Wolfram wurde das Materialmodell mit dem Nicht-Schmid'schen Verhalten von krcz-Metallen erweitert. Dies brachte in dieser Arbeit jedoch keinen entscheidenden Vorteil, da mit modifizierten Schmidfaktoren die experimentell beobachtete Abhängigkeit der Verformung von der Kristallorientierung nicht abgebildet werden konnte.

### Schlussbemerkungen

Für die Untersuchung des bruchmechanischen Verhaltens wurde in dieser Arbeit ein Rissfortschrittsmodell verwendet, anhand dem sich mit den durchgeführten Studien einige grundlegende Punkte für die numerische und experimentelle Betrachtung festhalten lassen. Aufgrund der von der Norm abweichenden Probengeometrie auf der Mikro-Skala sollten diese Punkte bei der Versuchsauswertung beachtet werden, wobei hier mit dem experimentellen Ansatz ein analoges Vorgehen zu einer entsprechenden Norm vorgeschlagen wurde. Somit ermöglichte die FEM einen besseren Einblick in den bruchmechanischen Prozess und unterstützte die experimentellen Untersuchungen beispielsweise mit der ermittelten Formfunktion oder der Möglichkeit der Rissfortschrittsvorhersage mittels der Compliance-Methode.

Nach dem kristallplastischen Ansatz gelingt es jedoch nicht, das Verformungsverhalten aller Kristallorientierungen von  $\text{krz-Wolfram}$  mit einem Parametersatz konsistent zu beschreiben und über den gesamten Dehnungsbereich bis hin zum Versagen abzubilden. Für einzelne Orientierungen sind aber Modellparameter zu finden, die das Verformungsverhalten sehr gut beschreiben. Dies gilt aber nicht für alle Orientierungen. Beispielsweise ist hierbei das Fließphänomen der  $[110]$ -Orientierung zu erwähnen, das gegenüber anderen Orientierungen nicht abgebildet werden kann. Die Problematik hierbei beläuft sich auf das unterschiedliche Verformungsverhalten von einkristallinem Wolfram in Bezug auf die Kristallorientierung, die folglich mit einem vereinfachten Materialmodell nicht abgebildet werden kann und mit dem kristallplastischen Ansatz abzudecken ist. Somit ist der Anspruch an das kristallplastische Modell, welches die Eigenschaften der einzelnen Orientierungen abdecken sollte, nicht erfüllt. Dennoch ist die kristallplastische Simulationen hilfreich, da die Aussagegenauigkeit von Verformungen und bruchmechanischen Vorgängen mittels diskretisierten Finite Elemente Modelle gesteigert werden und so die experimentellen Arbeiten unterstützt. So kann auch der Einfluss unterschiedlicher Kristallorientierungen in Bezug auf deren mechanische Eigenschaften bei verschiedenen Belastungen besser analysiert werden und ermöglicht zudem die Durchführung detaillierte Studien auf mikroskopischer Ebene in einem virtuellen Werkstofflabor.

Zur Untersuchung des mikroskopischen Verformungsverhaltens und zur Bestimmung der numerischen Materialparameter wurden von Schmitt [105] experimentelle Zugversuche an Wolframeinkristallen mit unterschiedlichen Kristallorientierungen durchgeführt. Hierfür wurde eine Kristallorientierung systematisch untersucht und es wurde gezeigt, dass die Kristallplastizität das Verformungsverhalten generell abbilden kann. Mit dem in dieser Arbeit bestimmten wahren Verformungsverhalten kann diese Untersuchung, ausblickend betrachtet, um weitere Kristallorientierungen erweitert werden.

## Literaturverzeichnis

- [1] ABAQUS: *Standard Documentation, Theory Manual, Version 6.11*.
- [2] ANDERSON, T. L.: *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. CRC Press, Boca Raton, 3 Aufl., 2005.
- [3] ARGON, A. S. und S. R. MALOOF: *Fracture of tungsten single crystals at low temperatures*. *Acta Metallurgica*, 14(11):1463–1468, 1966.
- [4] ARGON, A. S. und S. R. MALOOF: *Plastic deformation of tungsten single crystals at low temperatures*. *Acta Metallurgica*, 14(11):1449–1462, 1966.
- [5] ARMSTRONG, D. E., A. J. WILKINSON und S. G. ROBERTS: *Measuring anisotropy in Young's modulus of copper using microcantilever testing*. *Journal of Materials Research*, 24(11):3268–3276, 2011.
- [6] ASARO, R.: *Micromechanics of Crystals and Polycrystals*. *Advances in applied mechanics*, 23:1–115, 1983.
- [7] ASARO, R. und A. NEEDLEMAN: *Overview no. 42 Texture development and strain hardening in rate dependent polycrystals*. *Acta Metallurgica*, 33(6):923–953, 1985.
- [8] ASARO, R. und J. RICE: *Strain localization in ductile single crystals*. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 25(5):309–338, 1977.
- [9] AST, J., T. PRZYBILLA, V. MAIER, K. DURST und M. GÖKEN: *Microcantilever bending experiments in NiAl – Evaluation, size effects, and crack tip plasticity*. *Journal of Materials Research*, 29(18):2129–2140, 2014.
- [10] ASTM E1304-97: *Standard Test Method for Plane Strain (Chevron Notch) Fracture Toughness of Metallic Materials*. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 97(Reapproved):1–12, 2014.

- 
- [11] ASTM E1820-13: *Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness*. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, S. 1–54, 2013.
- [12] ASTM E399 - 12: *Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness  $K_{Ic}$  of Metallic Materials*. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, S. 1–33, 2012.
- [13] ASTM E561-10: *Standard Test Method for  $K-R$  Curve Determination*. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, S. 1–16, 2013.
- [14] BAER, W., D. BÖSEL, A. EBERLE und D. KLINGBEIL: *Determination of dynamic crack resistance of ductile cast iron using the compliance ratio key curve method*. Engineering Fracture Mechanics, 77(2):374–384, 2010.
- [15] BARENBLATT, G.: *The Mathematical Theory of Equilibrium Cracks in Brittle Fracture*. Advances in Applied Mechanics, 7:55–129, 1962.
- [16] BARKER, L.: *A simplified method for measuring plane strain fracture toughness*. Engineering Fracture Mechanics, 9(2):361–369, 1977.
- [17] BAŽANT, Z. P.: *Concrete fracture models: testing and practice*. Engineering Fracture Mechanics, 69(2):165–205, 2002.
- [18] BEARDMORE, P. und D. HULL: *Deformation and fracture of tungsten single crystals*. Journal of the Less Common Metals, 9(3):168–180, 1965.
- [19] BECHTOLD, J.: *Strain Rate Effects in Tungsten*. AIMEFall Meeting, Philadelphia, 206, 1955.
- [20] BECHTOLD, J. und P. SHEWMON: *The Flow and Fracture Characteristics of Annealed Tungsten*. Transactions of American Society for Metals, 46:397–408, 1954.
- [21] BOZHKO, S., V. GLEBOVSKY, V. SEMENOV und I. SMIRNOVA: *On the growth of tungsten single crystals of high structural quality*. Journal of Crystal Growth, 311(1):1–6, 2008.
- [22] BROCKS, W. und I. SCHEIDER: *Numerical aspects of the path-dependence of the  $j$ -integral in incremental plasticity*. GKSS, 1(October):1–33, 2001.

- 
- [23] BROCKS, W. und I. SCHEIDER: *Reliable J-values: Numerical aspects of the path-dependence of the J-integral in incremental plasticity*. Materialprüfung, 45(6):264–275, 2003.
- [24] BRUNNER, D. und V. GLEBOVSKY: *Analysis of flow-stress measurements of high-purity tungsten single crystals*. Materials Letters, 44(3-4):144–152, 2000.
- [25] BRUNNER, D. und V. GLEBOVSKY: *The plastic properties of high-purity W single crystals*. Materials Letters, 42(5):290–296, 2000.
- [26] CANDRA, H., W. J. WRIGHT und P. ALBRECHT: *Experimentally determined key curves for fracture specimens*. International Journal of Fracture, 117(3):247–267, 2002.
- [27] CHEN, X., P. ALBRECHT, W. WRIGHT und J. A. JOYCE: *Improved load ratio method for predicting crack length*. In: RUSCHAU, J. und J. DONALD (Hrsg.): *ASTM STP 1251*, S. 83–103. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1995.
- [28] CHIEM, C. und W. LEE: *The influence of dynamic shear loading on plastic deformation and microstructure of tungsten single crystals*. Materials Science and Engineering: A, 187(1):43–50, 1994.
- [29] CHRISTIAN, J. W.: *Some surprising features of the plastic deformation of body-centered cubic metals and alloys*. Metallurgical Transactions A, 14(7):1237–1256, 1983.
- [30] CORNEC, A., I. SCHEIDER und K.-H. SCHWALBE: *On the practical application of the cohesive model*. Engineering Fracture Mechanics, 70(14):1963–1987, 2003.
- [31] DUGDALE, D.: *Yielding of steel sheets containing slits*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 8(2):100–104, 1960.
- [32] EBERL, C.: *Digital image correlation and tracking*. <http://www.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/12413-digital-image-correlation-and-tracking>, 05.02.2015, 2010.

- 
- [33] ERNST, H., P. PARIS, M. ROSSOW und J. HUTCHINSON: *Analysis of load-displacement relationship to determine J-R curve and tearing instability material properties*. In: SMITH, C. (Hrsg.): *ASTM STP 677*, S. 581–599. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1979.
- [34] FETT, T.: *Stress intensity factors and weight functions for special crack problems*. Techn. Ber., FZKA, 1998.
- [35] FETT, T.: *Stress intensity factors, T-stresses, weight functions*. KIT Scientific Publishing, Karlsruhe, 6. Aufl., 2009.
- [36] FETT, T. und D. MUNZ: *Stress intensity factors and weight functions for one-dimensional cracks*. Report: KFK, 5290, Karlsruhe, 1994.
- [37] GANDHI, C. und M. ASHBY: *Fracture-mechanism maps for materials which cleave: F.C.C., B.C.C. and H.C.P. metals and ceramics*. *Acta Metallurgica*, 27(10):1565–1602, 1979.
- [38] GIANNATTASIO, A. und S. G. ROBERTS: *Strain-rate dependence of the brittle-to-ductile transition temperature in tungsten*. *Philosophical Magazine*, 87(17):2589–2598, 2007.
- [39] GLUDOVATZ, B., S. WURSTER, A. HOFFMANN und R. PIPPAN: *Fracture toughness of polycrystalline tungsten alloys*. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 28(6):674–678, 2010.
- [40] GOODFELLOW: *www.goodfellow.com*.
- [41] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer, Berlin, Heidelberg, 2007.
- [42] GRIFFITH, A. A.: *The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 221:163–198, 1921.
- [43] GRÖGER, R., V. RACHERLA, J. L. BASSANI und V. VITEK: *Multiscale modeling of plastic deformation of molybdenum and tungsten: II. Yield criterion for single crystals based on atomistic studies of glide of  $1/2\langle 111 \rangle$  screw dislocations*. *Acta Materialia*, 56(19):5412–5425, 2008.



- 
- [44] GRÖGER, R. und V. VITEK: *Analytical Plastic Flow Rules For BCC Metals Involving Non-Schmid Effects*. Los Alamos National Laboratory, S. 2–4, 2008.
- [45] GRÖGER, R. und V. VITEK: *Multiscale modeling of plastic deformation of molybdenum and tungsten. III. Effects of temperature and plastic strain rate*. Acta Materialia, 56(19):5426–5439, 2008.
- [46] GROSS, B. und J. E. SRAWLEY: *Stress intensity factors for a single-edge-notched tension specimen by Boundary Collocation of a stress function*. Techn. Ber., NASA D-2395, 1964.
- [47] GROSS, D. und T. SEELIG: *Bruchmechanik - Mit einer Einführung in die Mikromechanik*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 5. Aufl., 2011.
- [48] GUMBSCH, P.: *Controlling Factors for the Brittle-to-Ductile Transition in Tungsten Single Crystals*. Science, 282(5392):1293–1295, 1998.
- [49] GUMBSCH, P.: *Brittle fracture and the brittle-to-ductile transition of tungsten*. Journal of Nuclear Materials, 323(2-3):304–312, 2003.
- [50] HILL, R. und J. RICE: *Constitutive analysis of elastic-plastic crystals at arbitrary strain*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 20(6):401–413, 1972.
- [51] HILLERBORG, A., M. MODÉER und P.-E. PETERSSON: *Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements*. Cement and Concrete Research, 6(6):773–781, 1976.
- [52] HIRTH, J. P. und J. LOTHE: *Theory of Dislocations*. Krieger, 2 Aufl., 1992.
- [53] HUANG, Y.: *A user-material subroutine incorporating single crystal plasticity in the ABAQUS finite element program*. Mech Report, 1991.
- [54] HULL, D. und D. BACON: *Introduction to dislocations*. Butterworth-Heinemann, 5 Aufl., 2011.

- [55] HULL, D., P. BEARDMORE und A. P. VALINTINE: *Crack propagation in single crystals of tungsten*. Philosophical Magazine, 12(119):1021–1041, 1965.
- [56] HUTCHINSON, J.: *Singular behaviour at the end of a tensile crack in a hardening material*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 16(1):13–31, 1968.
- [57] IQBAL, F., J. AST, M. GÖKEN und K. DURST: *In situ micro-cantilever tests to study fracture properties of NiAl single crystals*. Acta Materialia, 60(3):1193–1200, 2012.
- [58] IRWIN, G. R.: *Analysis of stresses and strains near the end of cracking traversing a plate*. Journal of Applied Mechanics, 24:361–364, 1957.
- [59] JAYA B, N., V. JAYARAM und S. K. BISWAS: *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, 2012.
- [60] KABIR, R., A. CORNEC und W. BROCKS: *Simulation of quasi-brittle fracture of lamellar  $\gamma$ TiAl using the cohesive model and a stochastic approach*. Computational Materials Science, 39(1):75–84, 2007.
- [61] KARIHALOO, B. und Q. XIAO: *Higher order terms of the crack tip asymptotic field for a notched three-point bend beam*. International Journal of Fracture, 112(2):111–128, 2001.
- [62] KENNERKNECHT, T.: *Fatigue of Micro Molded Materials – Aluminum Bronze and Yttria Stabilized Zirconia*. Doktorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2014.
- [63] KIM, Y.-J., J.-S. KIM, S.-M. CHO und Y.-J. KIM: *3-D constraint effects on J testing and crack tip constraint in M(T), SE(B), SE(T) and C(T) specimens: numerical study*. Engineering Fracture Mechanics, 71(9-10):1203–1218, 2004.
- [64] KOESTER, A., A. MA und A. HARTMAIER: *Atomistically informed crystal plasticity model for body-centered cubic iron*. Acta Materialia, 60(9):3894–3901, 2012.

- [65] KUNA, M.: *Numerische Beanspruchungsanalyse von Rissen: Finite Elemente in der Bruchmechanik*. Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2. Aufl., 2010.
- [66] LASSNER, E. und W.-D. SCHUBERT: *Tungsten: Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds*. Kluwe Academic, New York, 1999.
- [67] LEE, E. H.: *Elastic-Plastic Deformation at Finite Strains*. Journal of Applied Mechanics, 36(1):1, 1969.
- [68] LEE, Y. J., G. SUBHASH und G. RAVICHANDRAN: *Constitutive modeling of textured body-centered-cubic (bcc) polycrystals*. International Journal of Plasticity, 15(6):625–645, 1999.
- [69] LIU, Y.-L., H.-B. ZHOU, Y. ZHANG, S. JIN und G.-H. LU: *The ideal tensile strength and deformation behavior of a tungsten single crystal*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 267(18):3282–3285, 2009.
- [70] MAIER, V., C. SCHUNK, M. GÖKEN und K. DURST: *Microstructure-dependent deformation behaviour of bcc-metals – indentation size effect and strain rate sensitivity*. Philosophical Magazine, S. 1–14, 2014.
- [71] MARGEVICIUS, R. W., J. RIEDLE und P. GUMBSCH: *Fracture toughness of polycrystalline tungsten under mode I and mixed mode I/II loading*. Materials Science and Engineering: A, 270(2):197–209, 1999.
- [72] MATTHECK, C.: *Warum alles kaputt geht - Form und Versagen in Natur und Technik*. Karlsruher Institut für Technologie, 2003.
- [73] MITCHELL, T. und W. SPITZIG: *Three-stage hardening in tantalum single crystals*. Acta Metallurgica, 13(11):1169–1179, 1965.
- [74] MROVEC, M., R. GRÖGER, A. BAILEY, D. NGUYEN-MANH, C. ELSÄSSER und V. VITEK: *Bond-order potential for simulations of extended defects in tungsten*. Physical Review B, 75(10):104119, 2007.

- [75] MUELLER, M., V. PEJCHAL, G. ŽAGAR, A. SINGH, M. CANTONI und A. MORTENSEN: *Fracture toughness testing of nanocrystalline alumina and fused quartz using chevron-notched microbeams*. Acta Materialia, 86:385–395, 2015.
- [76] MÜLLER, M.: *Plastische Anisotropie polykristalliner Materialien als Folge der Texturentwicklung*. VDI-Verlag, Düsseldorf, Als Ms. ge Aufl., 1993.
- [77] MUNZ, D., R. T. BUBSEY und J. E. SRAWLEY: *Compliance and stress intensity coefficients for short bar specimens with chevron notches*. International Journal of Fracture, 16(4):359–374, 1980.
- [78] MURAKAMI, Y.: *Stress intensity factors handbook*. Pergamon Press, Oxford, 1986.
- [79] NAKAYAMA, J.: *Chevron-notch specimen for fracture toughness testing of ceramics*. Journal of Applied Physics, 3:422–423, 1964.
- [80] NEEDLEMAN, A.: *A Continuum Model for Void Nucleation by Inclusion Debonding*. Journal of Applied Mechanics, 54(3):525, 1987.
- [81] NEEDLEMAN, A.: *An analysis of decohesion along an imperfect interface*. International Journal of Fracture, 42(1):21–40, 1990.
- [82] NEVALAINEN, M. und R. H. DODDS: *Numerical investigation of 3-D constraint effects on brittle fracture in SE(B) and C(T) specimens*. International Journal of Fracture, 74(2):131–161, 1995.
- [83] NEVALAINEN, M. und K. WALLIN: *The effect of crack depth and absolute thickness on fracture toughness of 3 PB specimens*. ECF 10–Structural Integrity: Experiments-Models- . . . , S. 997–1006, 1994.
- [84] PARKS, D.: *The virtual crack extension method for nonlinear material behavior*. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, 12(3):353–364, 1977.
- [85] PEIRCE, D., R. ASARO und A. NEEDLEMAN: *An analysis of nonuniform and localized deformation in ductile single crystals*. Acta Metallurgica, 30(6):1087–1119, 1982.

- 
- [86] PEIRCE, D., R. ASARO und A. NEEDLEMAN: *Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids*. Acta Metallurgica, 31(12):1951–1976, 1983.
- [87] REISER, J., M. RIETH, A. MÖSLANG, B. DAFFERNER, A. HOFFMANN, X. YI und D. ARMSTRONG: *Tungsten foil laminate for structural divertor applications – Tensile test properties of tungsten foil*. Journal of Nuclear Materials, 434(1-3):357–366, 2013.
- [88] RICE, J. R.: *A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks*. Journal of Applied Mechanics, 35(2):379, 1968.
- [89] RICE, J. R.: *Inelastic constitutive relations for solids: An internal-variable theory and its application to metal plasticity*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 19(6):433–455, 1971.
- [90] RICE, J. R. und G. F. ROSENGREN: *Plane strain deformation near a crack tip in a power-law hardening material*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 16(1):1–12, 1968.
- [91] RIEDLE, J.: *Bruchwiderstand in Wolfram-Einkristallen: Einfluß der kristallographischen Orientierung, der Temperatur und der Lastrate*. Fortschrittberichte VDI, Reihe 18, Nr. 184; VDI-Verlag, Düsseldorf, 1995.
- [92] RIEDLE, J., P. GUMBSCH und H. FISCHMEISTER: *Cleavage Anisotropy in Tungsten Single Crystals*. Physical Review Letters, 76(19):3594–3597, 1996.
- [93] ROOKE, D.: *Compendium of Stress Intensity Factors*. Her Majesty's Stationery Office, London, 1976.
- [94] ROSE, R. M., D. P. FERRISS und J. WULFF: *Yielding and Plastic Flow in Single Crystals of Tungsten*. Trans. Met. Soc. AIME, 224:981–990, 1962.
- [95] RÖSLER, J., H. HARDERS und M. BÄKER: *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2012.
- [96] ROTERS, F., P. EISENLOHR, L. HANTCHERLI, D. TJAHJANTO, T. BIELER und D. RAABE: *Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization*

- and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications.* Acta Materialia, 58(4):1152–1211, 2010.
- [97] RUPP, D. und S. WEYGAND: *Anisotropic fracture behaviour and brittle-to-ductile transition of polycrystalline tungsten.* Philosophical Magazine, 90(30):4055–4069, 2010.
- [98] SACHS, G.: *Zur Ableitung der Fließbedingung.* VDI, 1928.
- [99] SCHADE, P.: *Wire drawing failures and tungsten fracture phenomena.* International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 24(4):332–337, 2006.
- [100] SCHEIDER, I.: *Möglichkeiten der Modellierung von Bruch metallischer Werkstoffe mit Kohäsivelementen in ABAQUS/Standard.* GKSS Forschungszentrum Geesthacht GmbH, S. 1–9, 2004.
- [101] SCHEIDER, I.: *The Cohesive Model Foundations and Implementation.* In: *GKSS Research Centre Geesthacht.* GKSS Research Centre Geesthacht, 2 Aufl., 2006.
- [102] SCHEIDER, I. und W. BROCKS: *Simulation of cup–cone fracture using the cohesive model.* Engineering Fracture Mechanics, 70(14):1943–1961, 2003.
- [103] SCHEIDER, I., N. HUBER und K.-H. SCHWALBE: *Applicability of the cohesive model to engineering problems: On parameter identification for ductile materials.* ECF17, Brno . . . , 2008.
- [104] SCHMID, E.: *Zn-normal stress law.* Proceedings International Congress of Applied Mechanics, Delft, S. 342, 1924.
- [105] SCHMITT, N. J.: *Experimentelle Untersuchung des Verformungs- und Bruchverhaltens von einkristallinem und polykristallinem Wolfram auf der Mikroskala.* Doktorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2015.
- [106] SCHMITT, N. J., C. BOHNERT, C. EBERL, S. M. WEYGAND und O. KRAFT: *Investigation of the fracture behavior of tungsten at the micro scale.* ICF13th International Conf. on Fracture, Beijing, 2013.

- 
- [107] SCHWALBE, K.-H., I. SCHEIDER und A. CORNEC: *Guidelines for applying cohesive models to the damage behaviour of engineering materials and structures*. Springer, Berlin Heidelberg, 2013.
- [108] SEEGER, A. und W. WASSERBÄCH: *Anomalous Slip - A Feature of High-Purity Body-Centred Cubic Metals*. *physica status solidi (a)*, 189(1):27–50, 2002.
- [109] SESTAK, B. und A. SEEGER: *Gleitung und Verfestigung in kubisch-raumzentrierten Metallen und Legierungen (I)*. *Z. Metallkde.*, 69(4):195–202, 1978.
- [110] SESTAK, B. und A. SEEGER: *Gleitung und Verfestigung in kubisch-raumzentrierten Metallen und Legierungen (II)*. *Z. Metallkde.*, 69(6):355–363, 1978.
- [111] SIH, G.: *Handbook of stress intensity factors*. Lehigh University, Bethlehem, PA, 1973.
- [112] SRIVASTAVA, K.: *Atomistically-informed discrete dislocation dynamics modeling of plastic flow in body-centered cubic metals*. Doktorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2014.
- [113] TADA, H., P. C. PARIS und G. R. IRWIN: *The Stress Analysis of Cracks Handbook*. Paris Production Inc., St. Louis, 2. Aufl., 1985.
- [114] TAYLOR, G.: *Plastic Strain In Metals*. *Journal of the Institute of Metals*, 62:307–324, 1938.
- [115] TVERGAARD, V. und J. W. HUTCHINSON: *The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elastic-plastic solids*. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 40(6):1377–1397, 1992.
- [116] UNDERWOOD, J., S. FREIMAN und F. BARATTA (Hrsg.): *Chevron-Notched Specimens: Testing and Stress Analysis*. ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, 1984.
- [117] VITEK, V.: *Core structure of screw dislocations in body-centred cubic metals: relation to symmetry and interatomic bonding*. *Philosophical Magazine*, 84(3-5):415–428, 2004.

- 
- [118] VITEK, V., M. MROVEC, R. GRÖGER, J. L. BASSANI, V. RACHERLA und L. YIN: *Effects of non-glide stresses on the plastic flow of single and polycrystals of molybdenum*. Materials Science and Engineering: A, 387-389:138–142, 2004.
- [119] WEINBERGER, C. R., C. C. BATTAILE, T. E. BUCHHEIT und E. A. HOLM: *Incorporating atomistic data of lattice friction into BCC crystal plasticity models*. International Journal of Plasticity, 37:16–30, 2012.
- [120] WU, T.-Y., J. L. BASSANI und C. LAIRD: *Latent Hardening in Single Crystals I. Theory and Experiments*. Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 435(1893):1–19, 1991.
- [121] WU, X. und A. CARLSSON: *Weight functions and stress intensity factor solutions*. Pergamon Press, Oxford, 1991.
- [122] WURSTER, S., C. MOTZ und R. PIPPAN: *Characterization of the fracture toughness of micro-sized tungsten single crystal notched specimens*. Philosophical Magazine, 92(14):1803–1825, 2012.
- [123] XIAO, Q. Z. und B. L. KARIHALOO: *Direct evaluation of accurate coefficients of the linear elastic crack tip asymptotic field*. Fracture of Engineering Materials and Structures, 26(8):719–729, 2003.
- [124] YAO, W.: *Crystal Plasticity Study of Single Crystal Tungsten by Indentation Tests*. Doktorarbeit, Universität Ulm, 2012.
- [125] ZHU, X.-K. und J. A. JOYCE: *Review of fracture toughness ( $G$ ,  $K$ ,  $J$ ,  $CTOD$ ,  $CTOA$ ) testing and standardization*. Engineering Fracture Mechanics, 85:1–46, 2012.



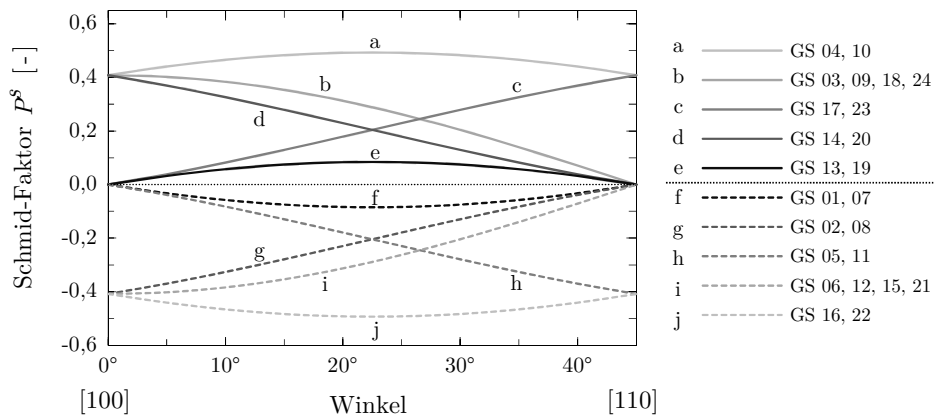
## Anhang A

### Anhang

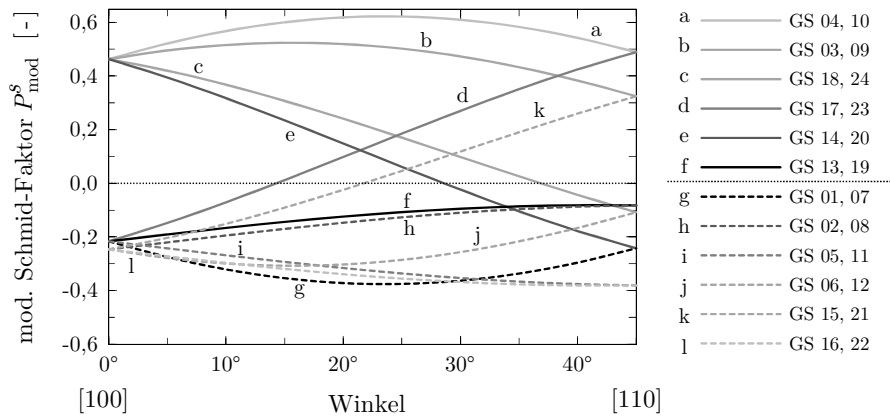
#### A.1 Variation der Schmid-Faktoren für Kristallorientierungen zwischen [100] und [110]

Die nachfolgenden Abbildungen A.1 und A.2 zeigen einen Vergleich der berechneten Schmid-Faktoren für das reine Schmid sowie Nicht-Schmidsche Verhalten. Hierbei ist die Entwicklung der Schmid-Faktoren von einzelnen Gleitsystemen (GS) nach Tab. 4.5 für eine einachsige Belastungen in Kristallorientierungen zwischen [100] und [110] zu sehen. Mit acht und vier benachbarten stereographischen Dreiecken besitzt die [100]-Orientierung 8 (bzw. 16) und die [110]-Orientierung 4 (bzw. 8) Gleitsysteme mit gleich hohem Schmid-Faktor  $P^\alpha$ . Bei dem Nicht-Schmidschen Verhalten zeigen die modifizierten Schmid-Faktoren  $P_{\text{mod}}^\alpha$  dagegen einen unsymmetrischen Verlauf und ermöglichen die Zug-Druckasymmetrie.

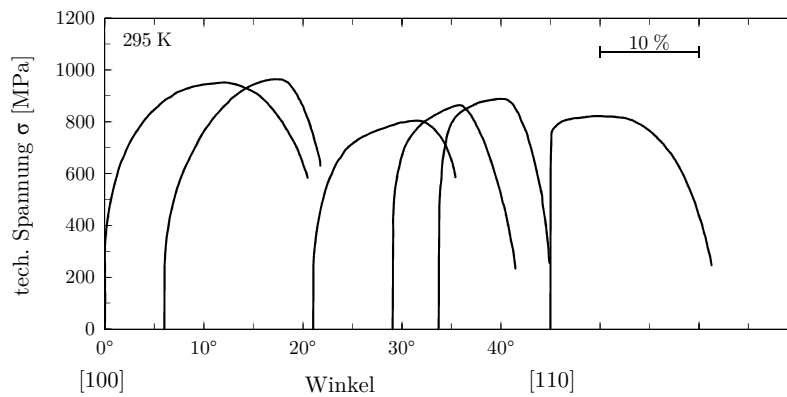
Analog zu den Schmid-Faktoren zeigt die Arbeit von Beardmore et al. [18] die Variation der Spannungs-Dehnungs-Kurven für Kristallorientierungen zwischen [100] und [110] in Abb. A.3. Trotz annähernd gleicher Schmid- bzw. modifizierter Schmid-Faktoren bei den Orientierungen [100] und [110] zeigt der experimentelle Vergleich eine deutliche Steigerung der Fließgrenze bei [110].



**Abbildung A.1:** Variation der Schmid-Faktoren für Kristallorientierungen zwischen [100] und [110] der  $\{110\}$   $\langle 111 \rangle$ -Gleitfamilie.



**Abbildung A.2:** Variation der modifizierten Schmid-Faktoren für Kristallorientierungen zwischen [100] und [110] der  $\{110\}$   $\langle 111 \rangle$ -Gleitfamilie.



**Abbildung A.3:** Variation der Spannungs-Dehnungs-Kurven von Kristallen mit Orientierungen zwischen [100] und [110] nach Beardmore et al. [18].

## A.2 Auflistung der Probengeometrie der untersuchten Flachzugproben

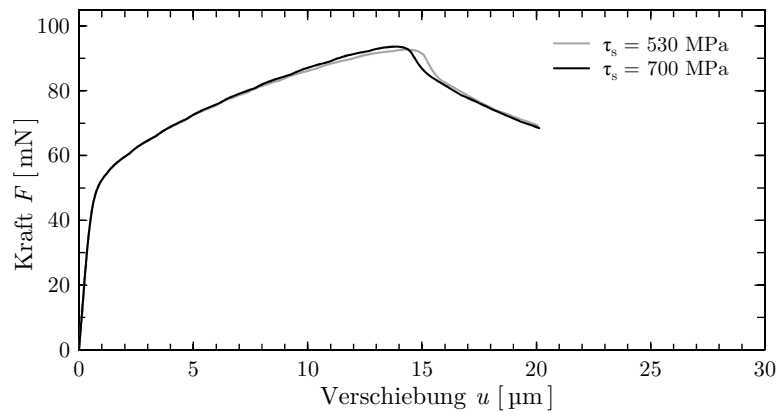
Die Zugversuche wurden an ungekerbten Flachzugproben mit unterschiedlicher Kristallorientierung von Schmitt [105] durchgeführt. Die einzelnen Geometrieabmessungen der untersuchten Proben sind in Tab. A.1 aufgelistet und variieren aufgrund der Probenpräparation.

**Tabelle A.1:** Probengeometrie der Flachzugproben für unterschiedliche Kristallorientierungen (KO).

KO	Probe	Dicke $d_g$ [ $\mu\text{m}$ ]	Breite $b_g$ [ $\mu\text{m}$ ]	Länge $l_g$ [ $\mu\text{m}$ ]
[001]	Z301	141,1	147,8	815,9
	Z302	18,5	145,0	292,8
	Z303	138,2	202,3	945,0
	Z304	126,9	203,1	906,8
	Z305	149,2	192,4	957,1
[011]	Z401	60,9	261,8	713,6
	Z402	119,3	269,3	1012,9
	Z403	101,2	216,9	837,3
	Z404	127,8	223,1	953,9
	Z405	101,7	243,8	889,8
[111]	Z201	119,7	227,3	932,0
	Z202	130,0	231,9	981,1
	Z203	114,5	208,8	873,6
	Z204	114,5	198,8	852,5
	Z205	116,4	203,8	870,2
[123]	Z501	146,0	186,9	933,3
	Z502	113,6	203,6	859,5
	Z503	29,2	214,9	447,6
	Z504	108,7	220,4	874,5
	Z505	91,3	137,4	632,9
	Z506	53,9	196,2	580,8

### A.3 Rissfortschrittsmodell mit unterschiedlicher Sättigungsspannung

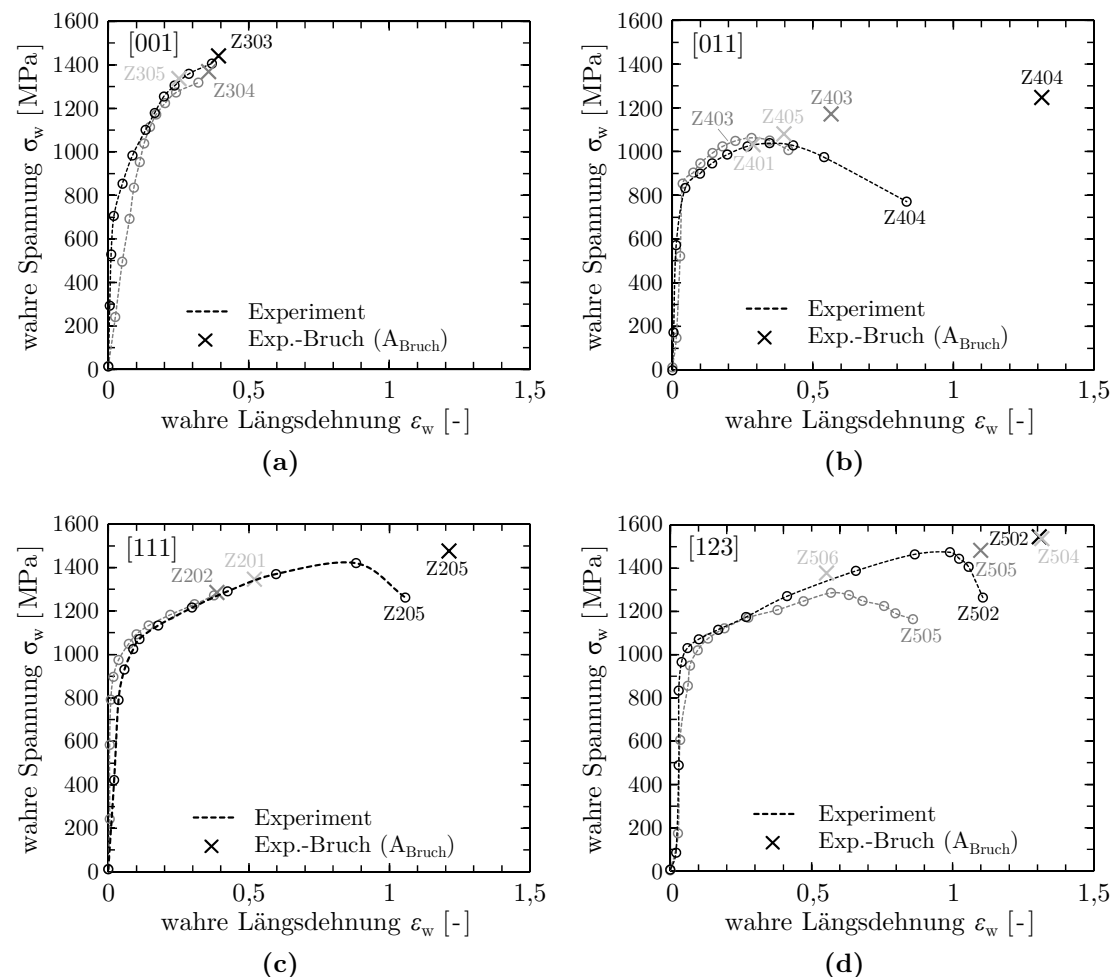
Aufgrund der hohen Kohäsivspannung  $T_0$  von 1500 MPa wurde in Abschnitt 5.4 die Sättigungsspannung  $\tau_s$  gegenüber den Referenzparametern (Tab. 4.4) von 530 MPa auf 700 MPa erhöht, um einen numerisch kritischen Zustand vor der Risspitze zu verhindern. Mit einem kleinem Verfestigungsmodul zeigt der Verlauf der beiden Kraft-Verschiebungskurven in Abb. A.4 zu Beginn keinen Einfluss auf das Verfestigungsverhalten. Mit zunehmender Belastung verfestigt das Rissfortschrittsmodell mit der höheren Sättigungsspannung etwas stärker, wobei die Kurven ein ähnliches Verhalten beschreiben.



**Abbildung A.4:** Vergleich der Kraft-Verschiebungskurven des Mikro-Biegebalkens bei unterschiedlicher Sättigungsspannung.

## A.4 Wahres Verformungsverhalten von einkristallinem Wolfram

Abb. A.5 zeigt mit der Auswertung der Zugversuche die wahren Spannungs-Dehnungs-Kurven von einkristallinem Wolfram mit unterschiedlicher Kristallorientierung. Unter Annahme der Volumenkonstanz ist die Längsdehnung hierbei mit  $\varepsilon_w = \ln(A_0/A)$  definiert und basiert auf der Vermessung der Probenbreite. Die Spannung mit  $\sigma_w = F/A$  basiert ebenfalls auf der Probenbreite, wobei die Analyse der Bruchfläche zusätzlich mit  $\sigma_w = F/A_{\text{Bruch}}$  und  $\varepsilon_w = \ln(A_0/A_{\text{Bruch}})$  in den Abbildungen markiert ( $\times$ ) sind. Die Abweichungen zwischen den Spannungen sind hierbei mit der Rissinitiiierung und der Hohlraumbildung im Probenzentrum erklärbar. Die Zugversuche wurden von Schmitt durchgeführt und sind in [105] beschrieben (s. Abschnitt 3.2).

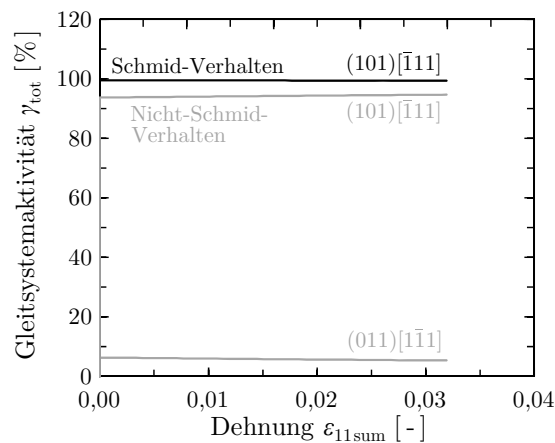


**Abbildung A.5:** Wahre Spannung über die wahre Längsdehnung von Wolfram-Einkristallen mit unterschiedlicher Kristallorientierung; (a) [001], (b) [011], (c) [111] und (d) [123].

## A.5 Gleitsystemaktivitäten im Zugversuch bei [123]-Orientierung

Die Analyse der Gleitsystemaktivitäten basiert bei dem simulierten Zugversuch Z502 (vgl. Abschnitt 5.5) nicht auf dem Maximalwert eines Gleitsystems, das in einem Kontinuumsselement erreicht wird, sondern auf einem gemittelten Wert des gesamten Probenvolumens. Mit der Summe aller Gleitsystemaktivitäten ergibt sich im Messbereich ein Dehnungsanteil, der die Gleitsystemaktivitäten innerhalb der Gleitfamilie charakterisiert. In Bezug auf die berechnete Gesamtdehnung können diese einzelnen Gleitsystemaktivitäten mit ihren Dehnungsanteilen normiert angegeben werden.

Eine solche Auswertung der Gleitsystemaktivitäten ist in Abb. A.6 (a) für das Schmid'sche und Nicht-Schmid'sche Materialverhalten dargestellt. Bei einer Zugachsenrichtung von [123] zeigt sich hierbei mit  $(101)[\bar{1}11]$  ein dominantes Gleitsystem, das bei Schmid'schem Verhalten 99,5 % der Gesamtdehnung ausmacht. Bei Nicht-Schmid'schem Verhalten zeigt sich mit  $(011)[\bar{1}\bar{1}1]$  ein weiteres Gleitsystem, dessen Aktivitäten jedoch mit zunehmender Dehnung geringer werden.



**Abbildung A.6:** Gleitsystemaktivitäten zu Beginn eines Zugversuches mit einer Kristallorientierung von [123] bei Schmid'schem und Nicht-Schmid'schem Materialverhalten.

## Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen des kooperativen Promotionskollegs „Gefügestrukturanalyse und Prozessbewertung“, das vom Land Baden-Württemberg gefördert wurde. Für das damit verbundene Promotionsstipendium bedanke ich mich bei der Landesgraduiertenförderung Baden-Württemberg. An dieser Stelle möchte ich mich bei allen Menschen bedanken, die auf verschiedenste Weise zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Herrn Prof. Dr. O. Kraft danke ich für die Möglichkeit am Institut für Angewandte Materialien – Werkstoff- und Biomechanik (IAM-WBM) zu promovieren, für seine Förderung, sein Vertrauen, die Freiheit bei der Gestaltung dieser Arbeit und seine konstruktive Rückmeldungen.

Frau Prof. Dr. S. M. Weygand gilt mein besonderer Dank für die freundliche Aufnahme an der Hochschule und für die Möglichkeit an einer so interessanten Themenstellung zu arbeiten. Ihre ständige Unterstützung und Hilfsbereitschaft durch wertvolle Anregungen und Diskussionen sowie die intensive wissenschaftliche Betreuung haben maßgeblich zum Gelingen der Arbeit beigetragen.

Frau. Dr. R. Schwaiger danke ich für zahlreiche konstruktive Diskussionen und für ihre Expertise der experimentellen Methodenentwicklung. Ihre Erfahrung mit der Nanoindentierung von Biegebalken gaben dieser Arbeit viele Impulse.

Bei Herrn PD Dr. Aktaa möchte ich mich für sein Interesse an der Arbeit und den konstruktiven Austausch bedanken.

Herrn Dr. J. Reiser und S. Bonk danke ich für die hilfreichen Diskussionen über kubisch-raumzentrierte Metalle.

Besonders danken möchte ich Frau N. J. Schmitt für die erfolgreiche Zusammenarbeit im Promotionskolleg, für die Durchführung der Mikro-Bruchversuche und für die zur Verfügung gestellten experimentellen Daten, die eine wichtige Säule dieser Arbeit darstellen.

Für die Durchführung der experimentellen Zugversuche und für die konstruktiven Diskussionen über deren Auswertung möchte ich mich bei Herr S. Slaby bedanken. Meinen Bürokollegen M. Koffler, T. Maurath und J. Schaaf danke ich für das tolle Arbeitsklima und die nicht immer notwendigerweise fachspezifischen Diskussionen. Meinen Kommilitonen S. Klotz, M. Mahler, J. Mintenbeck und V. Ruff möchte ich für die freundschaftliche Unterstützung während der Zeit in Karlsruhe danken. Mein Dank gilt nicht zuletzt meinen Eltern, meiner Familie und meinen Freunden, die mich auf meinem bisherigen Weg stets unterstützt und ermutigt haben. Mein besonderer Dank gilt hier vor allem meiner Frau Svenja für ihre liebevolle und ermutigende Unterstützung während der gesamten Zeit.