

Experimentelle Untersuchung des Verformungs- und Bruchverhaltens von ein-, bi- und polykristallinem Wolfram auf der Mikroskala

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

genehmigte
Dissertation
von

Dipl.-Ing. Nicola Julia Schmitt
geb. am 09.12.1983
in Mannheim

Tag der mündlichen Prüfung: 07.10.2016
Hauptreferent: Prof. Dr. rer. nat. Oliver Kraft
Korreferent: Prof. Dr. mont. Sabine M. Weygand

Kurzfassung

Mit der Entwicklung der Fusionstechnologie ist Wolfram aufgrund seiner herausragenden Eigenschaften bei sehr hohen Temperaturen in den Fokus aktueller Studien gerückt. Während Wolfram bisher meist nur als Funktionswerkstoff verwendet wurde, soll es nun auch Bedeutung als Strukturwerkstoff erhalten. Limitierende Faktoren sind dabei die niedrige Bruchzähigkeit und der Spröduktile-Übergang, der weit oberhalb der Raumtemperatur stattfindet. Um diese Faktoren gezielt zu beeinflussen, müssen die verantwortlichen Mechanismen bekannt sein. Dazu wurde das Bruchverhalten von Wolfram auf der Makroebene bereits weitestgehend erforscht. Dabei wurde deutlich, dass mikrostrukturelle Faktoren die wesentlichen Einflussfaktoren darstellen. Das Ziel dieser Arbeit ist daher das Bruch- und Verformungsverhalten von Wolfram gezielt auf der Größenskala solcher mikrostruktureller Einflussfaktoren d.h. auf der Mikroskala, zu untersuchen. Das mechanische Verhalten kann sich dabei aufgrund von Größeneffekten deutlich von dem auf der Makroskala unterscheiden. Für die Charakterisierung des Bruchverhaltens wurde eine einseitig eingespannte Mikro-Biegebalkengeometrie entwickelt, die mittels Funkenerosion und fokussiertem Ionenstrahlschneiden gefertigt wurde. Ausgelenkt wurden die Balken durch die Spitze eines Nanoindenters. Das orientierungsabhängige Bruchverhalten wurde an einkristallinen Proben untersucht. Dabei konnten an Mikro-Biegebalken mit Abmessungen von $160 \times 20 \times 40 \mu\text{m}$ (Länge x Breite x Höhe) ähnliche Bruchzähigkeiten wie auf der Makroskala gemessen werden. Bei Abmessungen von $80 \times 15 \times 15 \mu\text{m}$ (Länge x Breite x Höhe) wurden Größeneffekte beobachtet. Allgemein zeigte sich ein orientierungsabhängiges Bruchverhalten. Um gezielt den Einfluss einer Korngrenze auf das Bruchverhalten zu untersuchen, wurden des Weiteren Bruchversuche an bikristallinen Biegebalken durchgeführt. Hier wurde

deutlich, dass die Korngrenze einen erheblichen Schwachpunkt im Material darstellt und das Bruchverhalten stark von ihrer Orientierung zur Rissausbreitungsrichtung abhängt. Das Zusammenspiel von mehreren Körnern und Korngrenzen wurde abschließend durch Versuche an polykristallinen Proben charakterisiert. Außerdem wurde das Verformungsverhalten von Wolfram mittels Mikro-Zugversuchen an einkristallinen Mikro-Flachzugproben untersucht. Bei den gewählten Abmessungen der Messstrecke von $1 \times 0,25 \times 0,12$ mm (Länge x Breite x Höhe) zeigten sich keine Größeneffekte, und dementsprechend wurden sehr ähnliche Ergebnisse wie auf der Makroskala erzielt.

Abstract

Due to its outstanding high-temperature properties, tungsten is a promising candidate for the use in fusion reactors as a structural material. As a functional material, tungsten is well known, however, its brittleness and high brittle-to-ductile-transition temperature far above room temperature limits its use as structural material. Studies at the macro-scale have already shown that microstructural factors have a huge impact on the fracture properties of tungsten. Thus, the aim of this study is to investigate the fracture behavior at the very scale of the microstructural features, i.e. the micro-scale. Due to size effects the mechanical behavior at the micro-scale may differ compared to the macro-scale. For characterization of the fracture behavior of tungsten at the micro-scale, free-standing micro-cantilever geometries were developed and produced by a combined manufacturing method of micro electrical discharge machining and focused ion beam milling. The cantilevers were deflected using a nanoindenter. Single-crystalline tungsten was tested to investigate the influence of different orientations. Fracture toughness values similar to the macroscale values were found for cantilevers with dimensions of $160 \times 20 \times 40 \mu\text{m}$ (Length x Width x Height). For cantilevers with the dimensions of $80 \times 15 \times 15 \mu\text{m}$ (Length x Width x Height), size effects occurred. In general, an influence of the orientation of the cantilever on the fracture behavior was observed. Bicrystals were tested to examine the influence of a single grain boundary. The grain boundary very clearly represents a major flaw, but also its orientation relative to the crack propagation direction has a great impact. To investigate the interplay of several grains and grain boundaries polycrystalline cantilevers were tested. Finally, the orientation-dependence of the deformation behavior of tungsten was studied by micro-tensile tests of single crystals having differ-

ent orientations. For the specimen size of 1 x 0.25 x 0.12 mm (Length x Width x Height), however, no mechanical size effect was observed.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen und Literaturübersicht	3
2.1	Verformungsverhalten	
	kubisch-raumzentrierter Metalle	3
2.1.1	Verformungsmechanismen.....	3
2.1.2	Experimentelle Untersuchungen des Verformungsverhaltens von Wolfram	5
2.2	Bruchmechanik	8
2.2.1	Grundlagen.....	8
2.2.2	Untersuchungen des Bruchverhaltens von Wolfram	18
2.3	Materialverhalten auf kleinen Skalen	30
2.3.1	Grundlagen.....	30
2.3.2	Untersuchungen des mechanischen Verhaltens von Wolfram auf der Mikroskala.....	33
2.4	Mikroskalige Testmethoden.....	42
2.4.1	Mikro-Zugversuche	42
2.4.2	Mikro-Balkenbiegung.....	43
3	Zielsetzung dieser Arbeit	47
4	Versuchsbeschreibung	49
4.1	Ausgangsmaterial.....	49
4.2	Probengeometrien.....	50
4.2.1	Mikro-Zugproben	50
4.2.2	Mikro-Biegebalken für <i>ex situ</i> Versuche	51
4.2.3	Mikro-Biegebalken für <i>in situ</i> Versuche.....	53

4.3	Probenherstellung	53
4.3.1	Orientierungsbestimmung	54
4.3.2	Zuschneiden der Probengeometrien	56
4.3.3	Oberflächenverbesserung.....	57
4.3.4	Kerben	58
4.4	Versuchseinrichtungen.....	61
4.4.1	Mikro-Zugversuche.....	61
4.4.2	Mikro-Biegeversuche.....	62
4.5	Versuchsdurchführung	66
4.5.1	Probenvermessung.....	66
4.5.2	Mikro-Zugversuche.....	66
4.5.3	Mikro-Biegeversuche.....	66
4.6	Versuchsauswertung	68
4.6.1	Mikro-Zugversuche.....	68
4.6.2	Mikro-Biegeversuche.....	68
5	Ergebnisse der Mikro-Zugversuche	73
6	Ergebnisse der Mikro-Biegeversuche	83
6.1	Einkristalline Balken.....	83
6.1.1	Mikro-Biegeversuche am {110}{1 $\bar{1}$ 0}-Bruchsystem.....	84
6.1.2	Mikro-Biegeversuche am {110}{001}-Bruchsystem.....	93
6.1.3	Mikro-Biegeversuche am {100}{011}-Bruchsystem.....	106
6.2	Bikristalline Balken	116
6.2.1	Balken mit Korngrenze normal zur Balkenlängsachse	117
6.2.2	Balken mit Korngrenze parallel zur Balkenlängsachse	129
6.3	Polykristalline Balken	132

7 Diskussion	136
7.1 Einfluss der Kristallorientierung auf die Zugeigenschaften von Wolfram.....	136
7.2 Einfluss der Kristallorientierung auf die Bruchzähigkeit von Wolfram.....	138
7.3 Einfluss einer Korngrenze auf die Bruchzähigkeit von Wolfram	149
7.4 Einfluss eines polykristallinen Gefüges auf die Bruchzähigkeit von Wolfram.....	154
7.5 Einfluss der Probengröße auf das mechanische Verhalten von Wolfram	158
7.6 Einfluss der Probenherstellung auf die ermittelten Kennwerte.....	165
7.7 Einfluss der Testmethoden auf die Rissausbreitung.....	171
7.8 Schlussfolgerung und Ausblick	174
8 Zusammenfassung	181
9 Literaturverzeichnis	184
Anhang	199
A. Charakterisierung des Probenmaterials.....	199
B. Probengeometrie.....	200
C. Versuchsmatrix Biegeversuche.....	205

Abkürzungen und Symbole

Abkürzungen

μ -EDM	Mikro-Funkenerosion (Micro-Electrical-Discharge-Machining)
BDT	Spröd-duktil-Übergang (Brittle-to-Ductile Transition)
BDTT	Spröd-duktil-Übergangstemperatur (Brittle-to-Ductile Transition Temperature)
CK	Chevron-Kerbe
CTOD	Rissöffnungsverschiebung (Crack Tip Opening Displacement)
EBSD	Elektronenrückstreubeugung (Electron Backscatter Diffraction)
EDZ	ebener Dehnungszustand
EPBM	elastisch-plastische Bruchmechanik
ESZ	ebener Spannungszustand
EXP	Experiment
FEM	Finite Elemente Methode
FIB	fokussierter Ionenstrahl (Focused Ion Beam)
GK	gerade Kerbe
GND	geometrisch notwendige Versetzungen (geometrically necessary dislocations)
krz	kubisch-raumzentriert
KO	Kristallorientierung
LEBM	linear-elastische Bruchmechanik
LIGA	Lithographie, Galvanik, Abformung
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
SIM	Simulation

Bezeichnung für Gleitsysteme

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

Lateinische Symbole

a	Risslänge
a_1	Risslänge bis Kerbgrund
A_b	bestrahlte Fläche
A_D	Dreiecksfläche
A_{ges}	Gesamtfläche
A_{pl}	plastischer Anteil der verrichteten Arbeit
A_R	Rechtecksfläche
a_0	Anfangsrisslänge
b	Betrag des Burgers-Vektors
B	Breite
B'	Breite der Chevron-Kerbe bei der aktuellen Risslänge
B_0	Breite des Balkens an der Einspannung
C	Nachgiebigkeit
$C_0 \dots C_4$	spezifische Geometrieparameter von Bohnert [1]
d	Abstand der Kerbe bzw. Korngrenze zur Balkenschulter
D	Ionendosis
$d//$	pro Flächeneinheit frei werdende Energie
e	Elementarladung
e_l	Randfaserabstand
E	E-Modul
E'	$E' = E$ (ESZ); $E' = E/(1-\nu^2)$ (EDZ)
f	Auslenkung
F	angreifende Kraft
$f_{ij}^m(\theta)$	Winkelabhängigkeit des Spannungsfeldes
F_Q	kritische Last

F_y	Last bei einsetzender plastischer Verformung
F_5	Kraft am Schnittpunkt mit der 95 %-Sekante
$f\left(\frac{a}{W}\right)$	geometrieabhängige Formfunktion
G	Energiefreisetzungsrate
G_c	kritische Energiefreisetzungsrate
G_{ci}	kritische Energiefreisetzungsrate bei der Rissinitiierung
G_{schub}	Schubmodul
I	Strahlstrom
I_D	Flächenträgheitsmoment Dreieck
I_{ges}	Flächenträgheitsmoment Gesamtfläche
I_R	Flächenträgheitsmoment Rechteck
J	J-Integral
J_c	kritischer Wert des J-Integrals
J_R	Risswiderstand
J_{IQ}	vorläufiger J_c -Wert
k	Boltzmann-Konstante
K	Spannungsintensitätsfaktor
K_{CK}	Spannungsintensitäten der Chevron-Kerbe
K_{GK}	Spannungsintensitäten der gerade Kerbe
K_Q	vorläufige Bruchzähigkeit
$K_{Q,end}$	vorläufige Bruchzähigkeit unter Verwendung der LEBM, unter Verwendung der gemessenen Risslänge am Ende des Versuchs
$K_{Q,EPBM}$	vorläufige Bruchzähigkeit unter Verwendung der EPBM
$K_{Q,EPBM,CTOD}$	vorläufige Bruchzähigkeit unter Verwendung der EPBM und der Rissverschiebungsöffnungsmethode
$K_{Q,LEBM}$	vorläufige Bruchzähigkeit nach der LEBM berechnet
$K_{Q,LEBM,15\%}$	vorläufige Bruchzähigkeit nach der LEBM unter Verwendung des 15% Kriterium nach Bohnert [1]
$K_{Q,LEBM,6\%}$	vorläufige Bruchzähigkeit nach der LEBM unter Verwendung des 6% Kriterium nach Bohnert [1]

$K_{Q,LEBM,PL}$	vorläufige Bruchzähigkeit nach der LEBM berechnet unter Verwendung des Wertes für das Kraftplateau
K^{RT}	Bruchzähigkeit bei Raumtemperatur
$K^{-196,15^{\circ}C}$	Bruchzähigkeit bei $-196,15^{\circ}C$
K_I	Spannungsintensitätsfaktor bei Modus I Belastung
K_{IC}	Bruchzähigkeit bei Modus I Belastung
$k_{\%}$	prozentuale Steifigkeit
l	Hebelarm
l_{eff}	effektiver Hebelarm
l_{in}	interne Längenskala
m	Belastungsmodus
M	Moment
m_{ϵ}	Dehnratenexponent
N	empirische materialabhängige Konstante
n_j	Einheitsvektor senkrecht auf I'
r	Radius
R_j	äußerer Radius des J-dominierten Feldes
r_N	innerer Radius des J-dominierten Feldes
R_p	Streckgrenze
$R_{p0,2}$	Ersatzdehngrenze
S	Auflagerabstand
S_D	Schwerpunkt Dreiecksfläche
S_{ges}	Schwerpunkt Gesamtfläche
S_R	Schwerpunkt Rechteckfläche
T_{BDT}	Spröd-duktil-Übergangstemperatur
t_i	Verschiebungskomponente entlang der Kontur des J-Integrals
T_k	Knietemperatur
T_m	Schmelztemperatur
t_S	Strahlzeit
U	Formänderungsdichte
u_i	Verschiebungskomponente entlang der Kontur des J-Integrals
\bar{V}	Versetzungsgeschwindigkeit

W	Dicke bzw. Höhe
W_y	Widerstandsmoment
$W-a$	Restligament
w	Durchbiegung
x	deformierte Region
y	dimensionale Größe
Y	Geometriefaktor

Griechische Symbole

α	Materialkonstante
α_T	Verfestigungskonstante nach Taylor
Γ	Kontur des J-Integrals
Δ	aktuelle Risslänge
ΔH_{BDT}	Aktivierungsenergie
δ_t	Risspitzenöffnung
Δa	Rissfortschritt
$\Delta\tau_{GND}$	Zunahme der Festigkeit aufgrund von GNDs
$\dot{\epsilon}_p$	plastische Dehnrate
η	Geometriefaktor
η_{pl}	Dehnungsgradient
θ	Winkel im Polarkoordinatensystem
ν	Poisson-Zahl
ρ_g	Anzahl der GNDs
ρ_t	Gesamtdichte von Versetzungen
σ	Spannung
σ_b	Biegespannung
$\sigma_{ij}(\theta, r)$	Spannungen vor der Risspitze
σ_y	Fließspannung
τ	Schubspannung
τ_0	extrapolierte Spannung bei einer Versetzungsdichte von Null
ω	Biegewinkel

1 Einleitung

Der weltweite Energieverbrauch steigt jährlich kontinuierlich an. Gründe dafür sind unter anderem die steigende Weltbevölkerung sowie der ansteigende Lebensstandard in aufstrebenden Entwicklungs- und Schwellenländern [2], [3]. Zur Sicherung des Energiebedarfs wird als Alternative zu fossilen Energieträgern vor allem an regenerativen Energiekonzepten geforscht. Jedoch kann auch die Kernenergie weiterhin eine Rolle spielen. Dabei soll in Zukunft nicht nur durch Kernspaltung sondern auch durch Kernfusion Energie gewonnen werden [3]. Für die Verwirklichung solcher Zukunftstechnologien werden große Herausforderungen an die Materialwissenschaft gestellt. So müssen die verwendeten Werkstoffe in solchen Fusionsreaktoren teilweise extreme Bedingungen aushalten. Ein Beispiel ist der Divertor, welcher ein besonders hochbelastetes Bauteil innerhalb eines solchen Fusionsreaktors ist [4]. Über ihn werden Reaktionsprodukte abgeführt, wodurch das Material hochgradig thermisch belastet wird. Wolfram ist aufgrund seiner hohen Hitzebeständigkeit und seines hohen Schmelzpunktes ein vielversprechendes Material für diese Anwendung. Der Einsatz von polykristallinem Wolfram ist jedoch wegen seiner hohen Sprödigkeit bei Raumtemperatur und seiner hohen Spröd-duktil-Übergangstemperatur weit oberhalb der Raumtemperatur stark begrenzt. Daher ist ein aktuelles Thema der Materialforschung das Bruchverhalten von Wolfram zu analysieren und zu optimieren. Studien auf der Makroskala [5]–[9] haben gezeigt, dass die Mikrostruktur der maßgebliche Einflussfaktor ist. Besondere Bedeutung kommt dabei der Kristallorientierung, den Korngrenzen und der Form und Größe der Körner zu. Das genaue Zusammenspiel dieser Faktoren ist aber noch nicht vollständig verstanden. In der vorliegenden Arbeit sollen daher die Einflüsse der Kristallorientierung und der Korngrenzen an ein-

und bikristallinen Proben, sowie das Zusammenspiel aller Einflussfaktoren an polykristallinen Proben analysiert werden. Da die Größe einzelner Körner und Korngrenzen typischerweise in der Mikroskala liegen, werden in dieser Studie mikromechanische Testverfahren eingesetzt.

In Kapitel 2 wird zunächst auf die wichtigsten Grundlagen zum Verformungsverhalten kubisch raumzentrierter Metalle, sowie auf die Bruchmechanik eingegangen. Zudem werden in Frage kommende Größeneffekte erläutert. Des Weiteren wird der Stand der Forschung zu dem mechanischen Verhalten von Wolfram anhand der wichtigsten Studien auf Makro- und Mikroskala vorgestellt.

Die Zielsetzung dieser Arbeit folgt in Kapitel 3. In Kapitel 4 wird das verwendete Probenmaterial, die angewandten Präparationsverfahren und die Testmethoden dokumentiert. Anschließend folgen in Kapitel 5 und 6 die Ergebnisse, welche in Kapitel 7 diskutiert werden. Zuletzt folgt in Kapitel 8 eine Zusammenfassung der gesamten Arbeit.

2 Grundlagen und Literaturübersicht

2.1 Verformungsverhalten kubisch-raumzentrierter Metalle

Im Folgenden wird ein kurzer Überblick über das Verformungsverhalten von kubisch-raumzentrierten Metallen gegeben. Dabei wird zunächst auf die Grundlagen eingegangen, anschließend werden die wichtigsten experimentellen Arbeiten an Wolfram vorgestellt, die sich vor allem mit dem unterschiedlichen Verformungsverhalten verschiedener kristallographischer Richtungen beschäftigen. Für eine ausführlichere Beschreibungen des Verformungsverhaltens von kubisch-raumzentrierten Metallen und insbesondere von Wolfram sei auf die Arbeiten [10]–[17] verwiesen.

2.1.1 Verformungsmechanismen

In Metallen wird die plastische Verformung durch die Bewegung von Stufen- und Schraubenversetzungen (Gleitung) sowie durch Zwillingsbildung getragen. Gleitung tritt normalerweise auf den dichtest gepackten Ebenen, in Richtung des geringsten Atomabstandes auf. Im kubisch-raumzentrierten (krz) Gitter sind dies die $\{110\}$ -Ebenen und die $\langle 111 \rangle$ -Richtungen. Daneben kommen auch Ebenen vom Typ $\{112\}$ und $\{123\}$ in Frage, da sie nur geringfügig schwerer zu aktivieren sind [18]. Bei erhöhten Temperaturen bilden sich zumeist wellige Gleitspuren aus, die nicht exakt einer kristallographischen Ebene zugewiesen werden können [14], [15]. Dies lässt sich darauf zurückführen, dass sich in jeder der dichtest

gepackten $\langle 111 \rangle$ -Richtungen jeweils drei der $\{110\}$ -, drei der $\{112\}$ - und sechs der $\{123\}$ -Ebenen schneiden. Dadurch ergibt sich eine Vielzahl von Möglichkeiten für das Quergleiten von Schraubenversetzungen. Je nach aufgebrachter Spannung bewegen sich die Versetzungen dementsprechend auf verschiedenen $\{110\}$ -Ebenen oder Kombinationen aus $\{110\}$ - und $\{112\}$ -Ebenen [14]. Bei tiefen Temperaturen findet die Versetzungsbewegung dagegen ausschließlich auf der $\{110\}$ -Ebene statt. Die Zwillingbildung kommt erst bei sehr tiefen Temperaturen oder hohen Verformungsgeschwindigkeiten zum Tragen. Die Zwillingsebenen sind dabei vom Typ $\{112\}$, die Richtungen vom Typ $\langle 111 \rangle$.

Das Verformungsverhalten von krz-Metallen weist einige Besonderheiten, die sogenannten Nicht-Schmid Effekte auf. Darunter werden drei Phänomene zusammengefasst. Zum Ersten ist die kritische Schubspannung im $\langle 111 \rangle$ - $\{112\}$ -Gleitsystem von der Belastungsrichtung abhängig. Entsprechende Untersuchungen zeigten eine niedrigere benötigte äußere Spannung für Gleitung in Zwillingrichtungen als entgegengesetzt [10], [15], [19] wodurch es zu der sogenannten Zug-Druck-Asymmetrie kommt. Zum Zweiten haben andere Spannungskomponenten, sowohl Schub- als auch Normalspannungen, neben der Schmid-Spannung Einfluss auf das Gleitverhalten. Zum Beispiel wird das Quergleiten von Schraubenversetzungen von den Nicht-Schmid-Schubspannungen begünstigt [15], [20], [21]. Als letztes kann das Verformungsverhalten nicht durch das Schmid'sche Schubspannungsgesetz beschreiben werden, da Gleitungen auf Ebenen mit geringem Schmidfaktor [13], [17] auftreten. Ein Grund dafür ist die starke Abhängigkeit der kritischen Schubspannung von der Kristallorientierung. Des Weiteren existiert bei krz-Metallen eine Temperaturgrenze, die den Übergang vom temperaturabhängigen zum athermalen Verhalten der kritischen Schubspannung beschreibt. Diese sogenannte Krietemperatur T_k kann nach:

$$T_K \approx 0,2 T_m \quad (2.1)$$

mit Hilfe des Schmelzpunktes T_m abgeschätzt werden [22]. Unterhalb von T_K nimmt die kritische Schubspannung mit abnehmender Temperatur zu. Die Schmelztemperatur für Wolfram liegt bei 3422 °C [23]; die Krietemperatur wurde in der Arbeit von Gröger und Vitek [24] mit 486,85 °C und von Brunner und Glebovsky [25] mit 501,85 °C berechnet.

Bei tiefen Temperaturen wird die Verformung von thermisch aktivierten Schraubenversetzungen des Typs $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ kontrolliert. Diese spalten sich in Form von Partialversetzungen auf drei nichtparallelen Ebenen der $\langle 111 \rangle$ Zone auf [16], [19]. Dadurch entsteht eine räumliche Struktur, die zu einer Versetzungsimmobilität und einer Erhöhung der Gitterreibspannung führt. Aus energetischen Gründen erfolgt ihre Bewegung nicht durch die Bewegung der gesamten Versetzungslinie, sondern durch thermisch aktivierte, laterale Sprünge, den sogenannten Kinken. Die Bildung und Wanderung dieser Kinken bestimmen daher die Geschwindigkeit der Versetzungsbewegung [19].

2.1.2 Experimentelle Untersuchungen des Verformungsverhaltens von Wolfram

Erste Untersuchungen von Gougher [26] zum Verformungsverhalten von Wolfram wurden mittels Zugversuche an grobkörnigen Wolframdrähten, deren Körner teilweise den kompletten Drahtquerschnitt einnahmen, durchgeführt. Die Ergebnisse wiesen darauf hin, dass die Gleitebenen vom Typ $\{11\bar{n}\}$ sind und die Bruchebenen vom Typ $\{100\}$. Weitere Versuche an einkristallinen Wolframproben zeigten eine starke Abhängigkeit des Verformungsverhaltens von der kristallographischen Richtung. Abbildung 2.1 zeigt die Ergebnisse von Zugversuchen, mehrerer wissenschaftlicher Gruppen [27]–[30], an einkristallinen Proben,

getrennt nach Orientierung. Die Zugkurven der [001]-, [111]- und [112]-Richtungen zeigen eine allmählich einsetzende Plastifizierung mit starker Kaltverfestigung, wohingegen die Kurven der [011]-Richtung eine ausgeprägte Streckgrenze mit anschließend sehr geringer Verfestigung zeigen. Die Streckgrenze der [110]-Kristallrichtung war dabei ungefähr dreimal so hoch wie die der [100]-Richtung und circa doppelt so hoch wie die der [111]-Richtung. Die höchste Zugfestigkeit zeigte die [111]-Richtung.

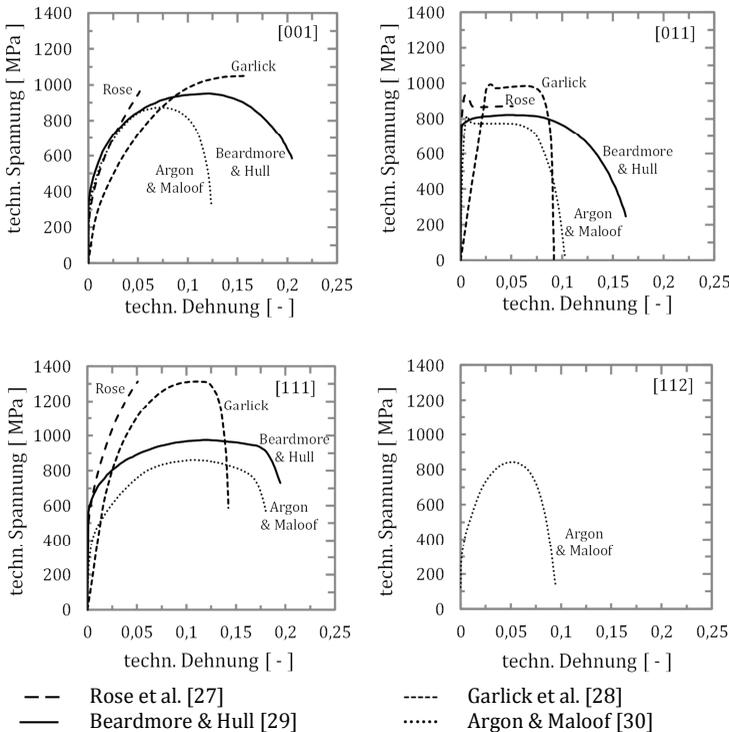


Abbildung 2.1
Technische Spannungs-Dehnungskurven von Wolfram-Einkristallen mit [001]-, [011]-, [111]- und [112]-Orientierung in Zugrichtung.

Der Bruch erfolgte für alle Richtungen spröde, dabei war die Bruchebene vom Typ {110}. Lediglich bei den Untersuchungen

von Rose et al. [27] trat in [110]-Richtung ein duktilerer „Chisel-Bruch“, der sich parallel zur $\langle 110 \rangle$ Richtung und senkrecht zur Zugachse ausbildete, auf. Bei den Versuchen konnten Gleitlinien des Typs $\{112\}\langle 111 \rangle$ und $\{110\}\langle 111 \rangle$ identifiziert werden. Diese traten jedoch erst ab 10% plastischer Verformung auf [28], [31], [32].

Weitere Untersuchungen von Rose et al. [27] befassten sich mit der Abhängigkeit des Verformungsverhaltens von der Belastungsgeschwindigkeit und der Temperatur. Dabei konnten in Versuchen mit Dehnraten und Temperaturen von $0,00025 \text{ min}^{-1}$ bis $2,5 \text{ min}^{-1}$, bzw. -195 °C bis Raumtemperatur eine deutliche Abhängigkeit der Streckgrenze von beiden Größen beobachtet werden. Bei Untersuchungen von Wolff [33] bei tiefen Temperaturen trat Zwillingsbildung auf. An nicht koplanaren Zwillingen führte dies zu Rissbildung. Bei Biege- und Zugversuchen bei Raumtemperatur konnten Zwillinge dagegen nur nach hohen Vorverformungen beobachtet werden. Die Zwillingsebenen war dabei immer vom $\{112\}$ -Typ. Fand eine Zwillingsbildung statt, versagten die Proben durch einen Spaltbruch, wohingegen Proben ohne Zwillinge abscheren. Folglich stellen Zwillingsgrenzen einen bevorzugten Ort für Rissbildung in Wolfram dar [33]. Weiterhin wurde die Abhängigkeit des Verformungsverhaltens von der Belastungsart mit Zug-Druck-Wechselversuchen untersucht [33]. Dabei zeigte sich bei der [110]-Orientierung eine niedrigere Fließspannung unter Druck-, als unter Zugbelastung. Die [001]-Orientierung zeigte ein genau umgekehrtes Verhalten.

Schadler [34] untersuchte dagegen die Bewegung von Stufenversetzungen in Wolfram. Dabei zeigte sich, dass sich bei Temperaturen von $-196,15 \text{ °C}$ bis 25 °C Stufenversetzungen auf der $\{110\}$ -Ebene mit Geschwindigkeiten von $5 \cdot 10^{-6} \text{ cm/s}$ bis hin zu 1 cm/s bewegen können. Die durchschnittliche Geschwindigkeit ist dabei abhängig von der angelegten Schubspannung τ und kann nach dem folgenden Zusammenhang berechnet werden:

$$\bar{v} = \left(\frac{\tau}{\tau_0} \right)^{m_\epsilon} \quad (2.2)$$

m_ϵ nimmt dabei mit sinkender Temperatur zu, für den Dehnratenexponent wurde ein Wert von 10,5 bei $-196,15^\circ\text{C}$ und 4,8 bei Raumtemperatur gemessen. Dieser Zusammenhang gilt allerdings nur bei geringen Dehnungen.

2.2 Bruchmechanik

Reale Bauteile sind in der Regel immer defektbehaftet. Dabei spielen Risse eine entscheidende Rolle, da sie zu starken Spannungskonzentrationen im Material führen und somit ein unkontrolliertes Versagen des Bauteils hervorrufen können. Die Bruchmechanik befasst sich mit dem Bruchverhalten von rissbehafteten Bauteilen. Die kritischste Belastungsart ist dabei die sogenannte Mode I Belastung, bei welcher ein Riss senkrecht zur Rissebene belastet wird [35], [36]. In dieser Arbeit wird ausschließlich auf diesen Belastungsfall eingegangen. Im folgenden Abschnitt werden die dafür benötigten Grundlagen der Bruchmechanik zusammengefasst und die wichtigsten experimentellen Studien zum Bruchverhalten von Wolfram vorgestellt.

2.2.1 Grundlagen

Der Grundlagenteil gliedert sich in die linear-elastische Bruchmechanik, die das Bruchverhalten von spröden Materialien beschreibt und die elastisch-plastische Bruchmechanik die bei duktilen Materialien angewendet wird. Anschließend wird der Spröd-duktil-Übergang behandelt.

2.2.1.1 Linear-elastische Bruchmechanik

Die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) geht von einem rein linear-elastischem Verformungsverhalten und einem ideal scharfen Riss aus. Unter diesen Bedingungen würde sich vor der Risspitze eine unendlich hohe Spannung ausbilden. In einem realen Bauteil werden diese jedoch durch plastische Verformungen abgebaut. Es entsteht eine plastische Zone vor der Risspitze, die folglich nicht mehr von der LEBM beschrieben werden kann. Ist diese Zone jedoch deutlich kleiner als die Bauteilabmessungen, kann ihr Einfluss vernachlässigt werden [35]–[37]. Daher kommt die LEBM besonders häufig bei Materialien mit einem geringen Plastifizierungsvermögen zur Anwendung [35]–[37]. Das Rissspannungsfeld kann dabei nach Westergaard [38] und Irwin [39] mit:

$$\sigma_{ij}(\theta, r) = \frac{K_m}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^m(\theta) + \text{Terme höherer Ordnung} \quad (2.3)$$

beschrieben werden. Bezogen auf ein Polarkoordinatensystem mit dem Winkel θ und dem Radius r , dessen Ursprung in der Risspitze liegt, lässt sich die Spannung $\sigma_{ij}(\theta, r)$ in Abhängigkeit vom Spannungsintensitätsfaktor K für den Belastungsmodus m bestimmen, wobei die Winkelabhängigkeit des Spannungsfeldes durch $f_{ij}^m(\theta)$ beschrieben wird. Im Nahfeld des Risses geht r gegen Null. Aufgrund der $\frac{1}{\sqrt{r}}$ Singularität wird folglich das Rissspitzenfeld eindeutig durch den Spannungsintensitätsfaktor K charakterisiert. Dieser hängt gemäß:

$$K = \sigma\sqrt{\pi a} Y \quad (2.4)$$

von der äußeren Spannung σ , der Risslänge a und dem Geometriefaktor Y ab. Es kommt zum unkontrollierten Rissfortschritt bzw. Bruch, wenn K den Werkstoffwiderstand gegen instabile Rissausbreitung übersteigt [39]. Dieser wird als Bruch- bzw.

Risszähigkeit K_C bezeichnet. Um die Bruchzähigkeit K_C eines Werkstoffs zu bestimmen, gibt es eine Reihe von genormten Testmethoden. Dabei kommen z.B. Dreipunkt-Biegeproben oder Kompakt-Zugproben nach ASTM Norm E399 [40] und E1820 [41] zum Einsatz. Die Proben werden mit einer konstanten Lastrate bis zum Bruch belastet, die entsprechende Kraft-Verschiebungskurve aufgenommen und die kritische Last F_Q bestimmt.

Abbildung 2.2 zeigt schematisch das Vorgehen für die drei möglichen Typen von Kraft-Verschiebungskurven. F_5 bezeichnet dabei die Kraft, die am Schnittpunkt mit einer Sekante, die eine um 5% verminderte Steigung verglichen mit der Kraft-Verschiebungskurve aufweist, herrscht. Für eine Dreipunkt-Biegeprobe kann damit gemäß:

$$K_Q = \frac{F_Q S}{B \sqrt{W}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (2.5)$$

eine vorläufige Bruchzähigkeit K_Q in Abhängigkeit vom Auflagerabstand S , der Probenbreite B , der Dicke W und der geometrieabhängigen Formfunktion $f\left(\frac{a}{W}\right)$ berechnet werden. Für die Berechnung der Formfunktion $f\left(\frac{a}{W}\right)$ nach:

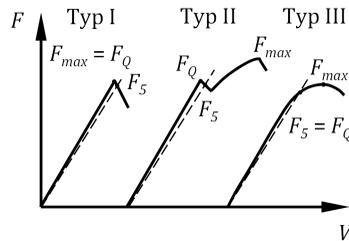


Abbildung 2.2

Bestimmung des Kraftwertes F_Q für verschiedenen Typen der Kraft-Verschiebungskurven:

- Typ I: Spröde
 $F_Q = F_{max}$
- Typ II: Ausgeprägte Streckgrenze
 $F_Q = F_{Re}$
- Typ III: Duktil
 $F_Q = F_5$
(Schnittpunkt mit 5%-Sekante)

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{3\left(\frac{a}{W}\right)^{\frac{1}{2}}}{2\left(1 + 2\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{\frac{3}{2}}} * \left[1,99 - \left(\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)\left\{2,15 - 3,93\frac{a}{W} + 2,7\left(\frac{a}{W}\right)^2\right\}\right] \quad (2.6)$$

wird zusätzlich die Anfangsrislänge a benötigt. Dieser Ansatz ist nur gültig, wenn die plastische Zone hinreichend klein ist, was durch die Bedingungen:

$$B, a, W - a \geq 2,5 \left(\frac{K_Q}{\sigma_y}\right)^2 \quad (2.7)$$

definiert wird, dabei bezeichnet σ_y die Fließspannung des Materials. Sind alle Bedingungen erfüllt, kann der ermittelte K_Q -Wert als Bruchzähigkeit angegeben werden. Da im Falle des Biegeversuchs eine Mode I Belastung vorliegt, wird diese Bruchzähigkeit mit K_{IC} bezeichnet.

Diese Betrachtung bezog sich alleinig auf die Spannungen an der Risspitze. Ein weiterer Ansatz für spröde Materialien ist das Griffith-Kriterium, welches sich auf die Energieumsetzung bei der Rissverlängerung bezieht [42]. Ist die frei werdende potenzielle Energie größer oder gleich der zur Schaffung einer neuen Oberfläche benötigten Energie, kommt es zur Rissausbreitung. Dieser Zusammenhang ist durch:

$$G = -\frac{d\Pi}{da} \quad (2.8)$$

verdeutlicht. Dabei gibt die Energiefreisetzungsrate G an, wieviel Energie frei wird, wenn sich der Riss um eine Flächeneinheit vergrößert und $d\Pi$ steht für die frei werdende Energie.

Die kritische Energiefreisetzungsrate G_c wird als Risswiderstand bezeichnet. In vielen Materialien steigt dieser Risswiderstand vom Initiierungswert G_{ci} und der Ausgangsrislänge a_0 mit fortschreitendem Riss an. Dieses Verhalten wird als sogenanntes R-Kurven Verhalten bezeichnet. Ist dabei der Anstieg des Risswiderstands größer als der der Energiefreisetzungsrate, kommt es zu einer stabilen Rissausbreitung, wie für den Fall σ_2 in Abbildung 2.3 dargestellt.

Steigt dagegen die Energiefreisetzungsrate stärker als der Risswiderstand, tritt instabiles Risswachstum ein, was der Fall σ_3 verdeutlicht. Im Falle von σ_1 kommt es zu keinem Risswachstum da der Initiierungswert G_{ci} nicht überschritten wird. Da gemäß Gleichung (2.11) in der LEBM eine Äquivalenz zwischen den Bruchkennwerten K , G und J besteht, kann das R-Kurven Verhalten mit allen auf diesen

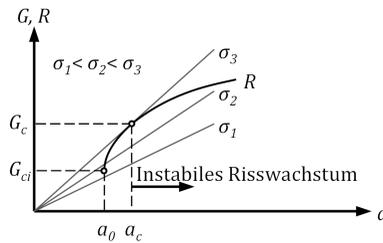


Abbildung 2.3:

Schematische Darstellung einer mit fortschreitendem Risswachstum ansteigenden Risswiderstandskurve. Obwohl die Belastung σ_2 den G_{ci} -Wert übersteigt, kommt es zu keiner instabilen Rissausbreitung, da der Risswiderstand stärker als die Energiefreisetzungsrate G steigt. Erst die Belastung σ_3 führt zu instabilem Risswachstum, da ab der kritischen Rislänge a_c die kritische Energiefreisetzungsrate G_c erreicht ist.

Größen basierenden Experimenten untersucht werden [36].

Zwischen der kritischen Energiefreisetzungsrate G_{IC} und dem kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{IC} besteht der folgende Zusammenhang:

$$G_{IC} = \frac{K_{IC}^2}{E'} \quad (2.9)$$

Dabei gilt für den ebenen Spannungszustand $E' = E$ und für den ebenen Dehnungszustand $E' = \frac{E}{1-\nu^2}$, wobei E jeweils den E-Modul des Werkstoffs bezeichnet und ν die Querkontraktion.

2.2.1.2 Elastisch-plastische Bruchmechanik

Bei duktilen Materialien kann in Folge der Plastifizierung die Risspitze mit zunehmender Belastung mehr und mehr abstumpfen. Dementsprechend werden an den Lastangriffspunkten größere Verschiebungen gemessen, der Riss öffnet sich. Jedoch wächst gleichzeitig der plastische Bereich an. Je nach Bauteilgeometrie und Material kann es sogar zu einer vollständigen Plastifizierung kommen [35]–[37]. Unter diesen Umständen verliert die LEBM ihre Gültigkeit und die elastisch-plastische Bruchmechanik (EPBM) wird angewandt. Ein Konzept das bei ausgeprägt plastischem Materialverhalten angewendet werden kann, ist das von Rice [43] vorgeschlagene J -Integral. Dabei handelt es sich um ein wegunabhängiges Integral um die Risspitze welches durch:

$$J = \oint_{\Gamma} \left[U \, dy - t_i \frac{\partial u_i}{\partial x} \, ds \right] \quad (2.10)$$

beschrieben wird. Wie in Abbildung 2.4 a schematisch dargestellt, umschließt die Kontur Γ , des Integrals die Risspitze. Dabei entspricht U der Formänderungsdichte, und u_i und t_i den jeweiligen Verschiebungskomponenten entlang der Kontur. t_i beschreibt den am Linienelement angreifenden Spannungsvektor, n_j den Einheitsvektor senkrecht auf Γ .

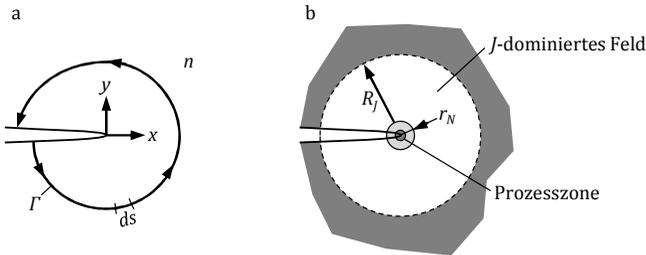


Abbildung 2.4

- a) Schematische Darstellung des J -Integrals als Linienintegral mit geschlossenem Integrationsweg um die Rissspitze.
- b) Schematische Darstellung von J als Bruchkriterium. Ist der von J -dominierte Bereich groß im Vergleich zu dem vom Radius r_N begrenzte Bereich, welcher nicht durch die Deformationstheorie beschrieben werden kann, ist der Zustand an der Rissspitze durch J definiert. Damit kann ein kritischer Wert J_c als Bruchkriterium herangezogen werden.

In einem elastischen Körper ist J gleich der Energiefreisetzungsrate und kann bei linear-elastischem Materialverhalten, gemäß:

$$J = G = \frac{K_I^2}{E'} \quad (2.11)$$

in G bzw. K umgerechnet werden. Innerhalb des sogenannten HRR-Feld, welches auf **H**utchinson [44], **R**ice und **R**osengren [45] zurück geht, charakterisiert J die Intensität des Rissspitzenfeldes in einem verfestigendem Material. Damit kann ein kritischer J_c -Wert bestimmt und als Bruchkriterium herangezogen werden. In Abbildung 2.4 b ist J als Bruchkriterium veranschaulicht; das von J dominierte Feld ist nach außen durch den Radius R_J und nach innen über den Radius r_N begrenzt. Der Bereich innerhalb von r_N kann nicht durch J beschrieben werden, da in ihm große Verzerrungen auftreten. Zusätzlich befindet sich in diesem Bereich die Prozesszone, in welcher der eigentliche Bruchvorgang abläuft. Ist dieser Bereich klein gegenüber dem vom J dominierten Bereich, wird der Spannungszustand in der Prozesszone vollständig durch J beschrieben [36]. Für die Anwendbarkeit des J -Integrals als Bruchkriterium gibt es eine große Einschränkung. Da es auf der

plastischen Deformationstheorie begründet ist, können Entlastungsvorgänge, wie sie beispielsweise bei starker Rissverlängerung in der plastischen Zone auftreten, nicht modelliert werden [36]. Folglich ist das J -Integral in diesem Fall nicht gültig. Für geringes Risswachstum kann J jedoch eingesetzt werden. Dabei gilt während der Rissausbreitung die Bruchbedingung:

$$J = J_R(\Delta a) \quad (2.12)$$

wobei J_R den Risswiderstand und Δa die Rissverlängerung bezeichnet.

Abbildung 2.5 zeigt schematisch die J -Widerstandskurve im Zusammenhang mit der Rissabstumpfung. Wie ersichtlich steigt J bis zum Erreichen von J_c stark an. Dieser Bereich wird Blunting-Line genannt, da dieses Verhalten rein auf die Abstumpfung (engl.: blunting) der Risspitze zurückzuführen ist. In der Regel wird davon ausgegangen, dass die durch Rissabstumpfung entstandene Rissverlängerung Δa etwa der halben Rissspitzenöffnung δ_t entspricht. Für eine grobe Abschätzung der Blunting-Line gilt:

$$J \approx 2\sigma_y \Delta a \quad (2.13)$$

mit σ_y als Fließspannung.

Oberhalb von J_c setzt die J_R -Kurve an, ab welcher der Rissfortschritt durch Materialtrennung erfolgt. Nach der Norm ASTM E1820 [41] wird die Blunting-Line parallel zu einer Rissverlängerung von 0,2 mm

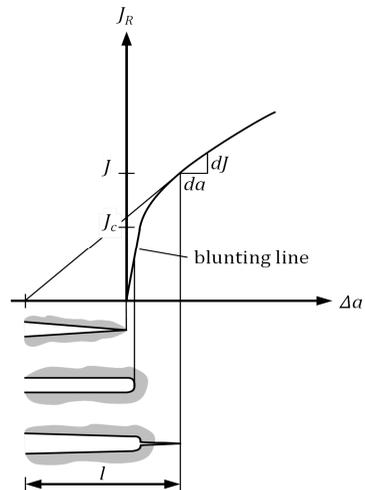


Abbildung 2.5:

Schematische Darstellung der J -Widerstandskurve mit Rissabstumpfung und Risswachstum. Der anfängliche starke Anstieg von J basiert lediglich auf Rissabstumpfung und wird als Blunting-Line bezeichnet.

verschoben. Der Schnittpunkt mit der J_R Kurve bildet den vorläufigen technischen J_{IQ} Wert. Um J_c aus experimentellen Daten zu bestimmen, kann nach ASTM E1820 [41] die Gleichung:

$$J_Q = J_{el} + J_{pl} = \frac{K^2(1 - \nu^2)}{E} + \frac{\eta A_{pl}}{B(W - a)} \quad (2.14)$$

verwendet werden um ein vorläufiges J_Q zu bestimmen. Dabei ist A_{pl} der plastische Anteil der verrichteten Arbeit unter der Kraft-Verschiebungskurve, $W-a$ das Restligament zwischen der Probenhöhe und der Anfangsrisstiefe und B die Breite der Probe. η bezeichnet den dimensionslosen Geometriefaktor, der im Bereich von $0,45 < a/W < 0,55$ $\eta = 1,9$ beträgt. Außerhalb dieses Bereiches kann η nach [46] gemäß:

$$\begin{aligned} \eta &= 13,818 \frac{a}{W} - 25,154 \left(\frac{a}{W}\right)^2 && \text{für } 0 < \frac{a}{W} \leq 0,274 \\ \eta &= 1,859 + \frac{0,03}{1 - \frac{a}{W}} && \text{für } 0,274 < \frac{a}{W} \leq 0,9 \end{aligned} \quad (2.15)$$

berechnet werden. Der so berechnete J_Q Wert darf nur dann als J_c Wert bezeichnet werden, wenn die Kriterien:

$$B, W - a > 10 \frac{J_Q}{\sigma_y} \quad (2.16)$$

erfüllt sind. Um für die Risswiderstandskurve die zugehörige Risslänge bestimmen zu können, müssen Mehr- oder Einprobenversuche durchgeführt werden. Bei Mehrprobenversuchen werden in den einzelnen Proben unterschiedliche Rissverlängerungen erzeugt und ausgemessen. Bei Einprobenversuchen erfolgt die Bestimmung der Rissverlängerung indirekt. Dabei wird die Probe während eines Versuches mehrfach entlastet. Aus den Entlastungssegmenten kann die Steifigkeit bzw. Nachgiebigkeit C bestimmt werden, welche proportional zu:

$$C \sim \frac{\Delta}{F} \quad (2.17)$$

ist, wobei Δ für die aktuelle Risslänge steht.

2.2.1.3 Spröd-duktil-Übergang

Eine Besonderheit beim Bruchverhalten von krz-Metallen ist der Spröd-duktil-Übergang (engl.: brittle-to-ductile transition, BDT). Bei tiefen Temperaturen versagen krz-Werkstoffe normalerweise durch einen Spaltbruch und weisen ein absolut sprödes Verhalten auf. Bei hohen Temperaturen kann dagegen duktileres Verhalten mit einem großen Anteil von Plastizität beobachtet werden. Die Temperatur, ab der sich das Verhalten von spröde zu duktil ändert, heißt Spröd-duktil-Übergangstemperatur (engl.: brittle-to-ductile transition temperature, BDTT) und spielt eine wichtige Rolle für die Verwendung von Wolfram als Strukturmaterial. Experimentelle Versuche zeigten eine Dehnratenabhängigkeit des Spröd-duktil-Übergangs. Dementsprechend kann über die folgende Arrhenius-Beziehung:

$$\dot{\varepsilon}_p = N \exp\left(-\frac{\Delta H_{BDT}}{kT_{BDT}}\right) \quad (2.18)$$

eine charakteristische Aktivierungsenergie ΔH_{BDT} für den Spröd-duktil-Übergang bestimmt werden. Dabei bezeichnet k die Boltzmann-Konstante, N eine empirische materialabhängige Konstante, T_{BDT} die Spröd-duktil-Übergangstemperatur und $\dot{\varepsilon}_p$ die plastische Dehnrates.

Studien an einphasigen Werkstoffen, wie zum Beispiel Silizium [47]–[49] oder Germanium [50] zeigten, dass diese Aktivierungsenergie gleich groß wie die für das Versetzungsgleiten ist [51]. Folglich ist der kontrollierende Faktor des Spröd-duktil-Übergangs das Gleiten von Versetzungen an oder in der Nähe der Risspitze. Dies bestätigten auch Versetzungsätzungen und Rönt-

gentopographieanalysen von Siliziumproben, welche zeigten, dass der Spröd-duktil-Übergang mit der Emission von Versetzungen an der Risspitze einhergeht [49].

2.2.2 Untersuchungen des Bruchverhaltens von Wolfram

2.2.2.1 Wolfram Einkristalle

Bei mehreren Arbeiten zum Bruchverhalten von einkristallinem Wolfram wurde eine vorrangige Rissbildung auf Ebenen vom Typ $\{100\}$ in Wolfram beobachtet [5], [6], [52]–[58]. Die Bruchzähigkeit und der Spröd-duktil-Übergang zeigten eine starke Orientierungs- [5], [6], [28], [57], [58], Temperatur- [52], [53] sowie Lastratenabhängigkeit [57]. Im Folgenden werden die wichtigsten Arbeiten vorgestellt, die sich mit diesen Zusammenhängen befassen.

Schon in den 60ziger Jahren untersuchte Hull et al. [52] den Temperatureinfluss auf das Bruchverhalten von einkristallinem Wolfram. An funkenerosiv scharf gekerbte Zugproben, welche in $\langle 010 \rangle$ -Richtung ausgerichtet waren, zeigte sich im untersuchten Temperaturbereich von -196 °C bis 205 °C ein Anstieg der Bruchspannung mit steigender Temperatur. Oberhalb von ca. 22 °C trat unterkritisches Risswachstum auf, was zum katastrophalen Versagen der Probe führte. Die dabei entstandenen Bruchflächen zeigten je nach Temperatur unterschiedliche Strukturen. Zwischen 22 °C und 57 °C entstanden typische Spaltfacetten, die mit River-Lines durchzogen waren. Oberhalb von 97 °C wurden feine Streifen, parallel zur $\langle 110 \rangle$ -Richtung, beobachtet. In allen Fällen breitete sich der Riss dabei auf der (010) -Ebene entlang der $\langle 100 \rangle$ -Richtung aus. Bei den höheren Temperaturen konnte zudem Rissabstumpfung beobachtet werden. Versuche von Liu und Bilello [53] zur $\langle 110 \rangle$ -Richtung zeigten eine deutlich geringere Bruchzähigkeit. Weiter Untersuchungen von Cordwell und Hull

[54]–[56] zur $\langle 110 \rangle$ -Richtung mit Fokus auf dem Einfluss der Anriss- und Prüftemperatur auf die Bruchspannung zeigten eine höhere induzierte Versetzungsdichte um die Risspitze bei einem bei Raumtemperatur erzeugter Anriss, als bei einem Niedertemperatur-Anriss. Dementsprechend zeigten diese Proben auch bei niedrigen Prüftemperaturen höhere Bruchspannungen. Beim Variieren der Probendicke von 2 mm auf 0,1 mm zeigte sich eine mit abnehmender Probendicke zunehmende Bruchenergie. Auch bei dieser Orientierung fand die Rissausbreitung bei allen Versuchen fast ausschließlich auf der (010)-Ebene statt, obwohl diese geneigt zur Zugachse liegt. Nur einige kleine Bereiche zeigten $\{110\}$ -Facetten.

Gezielte Untersuchungen zum Spröd-duktil-Übergang an ungekerbten einkristallinen Zugproben von Garlick [28] mit $\langle 100 \rangle$ -, $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Zugrichtungen zeigten eine starke Orientierungsabhängigkeit des Spröd-duktil-Übergangs. Bezogen auf eine 50%ige Querschnittsabnahme, wurde für die $\langle 110 \rangle$ -Orientierung eine BDTT von ca. -68 °C und für die $\langle 100 \rangle$ -Orientierung eine BDTT von ca. 107 °C gemessen. Der Spröd-duktil-Übergang der $\langle 111 \rangle$ -Orientierung lag zwischen den beiden Werten. Auch in der Ausprägung des Übergangs zeigten sich orientierungsabhängige Unterschiede. Gab es einen scharfen Übergang bei der $\langle 110 \rangle$ -Orientierung, war der Übergang bei der $\langle 100 \rangle$ -Orientierung fließend [28].

Durch Drei-Punkt-Biegeversuche von Riedle et al. [5], [6] und Gumbsch et al. [55], [56] an hochreinen einkristallinen Wolfram-balken ($3 \times 6 \times 30\text{ mm}^3$) wurde für mehrere Bruchsysteme die Orientierungsabhängigkeit des Bruchverhaltens untersucht. Zusätzlich wurde der Spröd-duktil-Übergang bestimmt. Ein Anriss wurde bei $-196,15\text{ °C}$ durch eine Verbundbiegetechnik [59] erzeugt. Die Versuchstemperaturen lagen zwischen -196 °C und 377 °C . Getestet wurden nur die niedrig indizierten Rissysteme $\{100\}\langle 010 \rangle$, $\{100\}\langle 011 \rangle$, $\{110\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ und $\{110\}\langle 001 \rangle$. Bei höher

indizierten Ebenen, wie beispielsweise der $\{111\}$ - und $\{211\}$ -Ebene wich der Riss in andere Spaltebenen aus, damit konnten die Bruchzähigkeitswerte nicht auf die ursprüngliche Spaltebene zurückgeführt werden. Der Übergang vom spröden zum duktilen Verhalten korreliert mit dem maximalen Risswiderstandswert. Dieser wurde verwendet um den Spröd-duktil-Übergang festzulegen. Die Ergebnisse aus [6] sind in Tabelle 2.1 zusammengefasst.

Tabelle 2.1

Spröd-duktil-Übergangstemperaturen T_{BDT} und Bruchzähigkeiten K bei Raumtemperatur (RT) und $-196,15\text{ °C}$, für verschiedene Rissysteme von Riedle et al. [6].

Rissystem {Rissebene}<Rissfront>	T_{BDT} [°C]	K^{RT} [MPa√m]	$K^{-196,15^{\circ}C}$ [MPa√m]
$\{100\}\langle 010\rangle$	196,85	$8,7 \pm 2,5$	$3,4 \pm 0,6$
$\{100\}\langle 011\rangle$	96,85	$6,2 \pm 1,7$	$2,4 \pm 0,4$
$\{110\}\langle 001\rangle$	156,85	$20,2 \pm 5,5$	$3,8 \pm 0,4$
$\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$	96,85	$12,9 \pm 2,1$	$2,8 \pm 0,2$

Aus dem Vergleich der Werte geht hervor, dass der Risswiderstand auf der $\{100\}$ -Ebene am geringsten und eine Ausbreitung des Risses in die $\langle 011\rangle$ -Richtung bevorzugt ist. Dies steht jedoch im Widerspruch zu dem im Abschnitt 2.2.1.1 vorgestellten Griffith Kriterium, wonach nur Ebenen mit minimaler Oberflächenenergie Spaltebenen sein können. Bei Wolfram wäre dies die $\{110\}$ -Ebene. Um diese Diskrepanz zu erklären wurden atomistische Simulationen von Ayres und Stein [60] durchgeführt, welche dieses Phänomen mit der orientierungsabhängigen Ausprägung der plastischen Relaxationen im Bereich der Risspitze erklärten. Eine weiterer Erklärungsansatz von Kohlhoff et al. [61] geht davon aus, dass dieses Phänomen an der Orientierung der „einfachen“ $\langle 110\rangle$ - zu den „schweren“ $\langle 100\rangle$ -Spaltrichtungen liegt. Bei den $\{100\}$ -Ebenen stehen die „einfachen“ und „schweren“-Spaltrichtungen unter 45° zueinander. Eine beliebige Rissfront auf dieser Ebene

kann daher in Facetten aufspalten, die der der „einfacheren“ Spaltrichtung entsprechen. Im Falle der $\{110\}$ -Ebene stehen die „einfache“ und „schwere“ Richtung orthogonal aufeinander, in Richtung der „einfachen“ Spaltrichtung würde daher keine treibende Kraft wirken. Der Riss müsste sich folglich in Richtung der „schweren“ Orientierung ausbreiten. Dementsprechend würde die $\{110\}$ -Ebene für die meisten Belastungsfälle bevorzugt werden.

Weiterhin wurde durch Versuche von Gumbsch et al. [57] mit unterschiedlichen Lastraten eine bedingte Lastratenabhängigkeit der Bruchzähigkeit festgestellt. So stieg der Spröd-duktil-Übergang bei hohen Temperaturen mit steigender Lastrate an, während er sich bei tiefen Temperaturen lastratenunabhängig verhielt. Welche Mechanismen den Spröd-duktil-Übergang kontrollieren, konnten die Studien nicht aufzeigen. Daher wurden Versuche an unter Druck vorverformten Einkristallen mit dem $\{110\}$ -Rissystem durchgeführt [57]. Durch die Vorverformung wurde die Versetzungsdichte erhöht und zusätzliche Versetzungsquellen eingebracht. Bei tiefen Temperaturen war die Bruchzähigkeit dieser Proben höher, blieb jedoch bis zu einer Temperatur von 370 °C konstant, anschließend kam es zu einer drastischen Zunahme. Dabei lag die BDTT 100 °C oberhalb der nicht-vorverformten Proben. Die Erhöhung der Bruchzähigkeit bei tiefen Temperaturen wurde auf die erhöhte Versetzungsdichte zurückgeführt. Im Rückschluss bedeutet dies, dass bei tiefen Temperaturen die Nukleation von Versetzungen der entscheidende Faktor ist. Mit zunehmenden Temperaturen verschwindet dieser Effekt und die Bruchzähigkeiten der nicht-vorverformten Proben sind höher. Dies wurde auf die erhöhte Streckgrenze und die geringere Versetzungsmobilität, verursacht durch die verfestigende Wirkung der zuvor eingebrachten Versetzungen, zurückgeführt. Zusätzlich verschiebt die verminderte Versetzungsmobilität die BDTT zu höheren Temperaturen. Damit ist die Versetzungsbewegung bei Temperaturen, die hoch genug sind um größere Anzahlen von Quellen zu aktivieren, der vorherrschende Mecha-

nismus. Folglich muss der eigentliche Spröd-duktil-Übergang von der Versetzungsbewegung und nicht von der Nukleation von Versetzungen kontrolliert sein. Für die Aktivierungsenergie ΔH_{BDT} des Spröd-duktil-Übergangs wurde ein Wert von 0,2 eV bestimmt [57]. Dieser liegt in der Größenordnung der Aktivierungsenergie von Stufenversetzungen. In krz-Metallen wird die Verformung in der Regel von Schraubenversetzungen getragen, deren Aktivierungsenergie bei ca. 2 eV liegt. Schlussfolgernd können in der plastischen Zone um die Risspitze nicht dieselben Mechanismen wie im Vollmaterial gelten [57].

Arbeiten von Giannattasio et al. [62]–[64] zum Spröd-duktil-Übergang an Vierpunkt-Biegeproben aus Wolframbalken ($1 \times 1 \times 11 \text{ mm}^3$) bestimmten für das $\{100\}\langle 001 \rangle$ -Rissystem eine Aktivierungsenergie für den Spröd-duktil-Übergang von $\Delta H_{BDT} = 1,05 \pm 0,05 \text{ eV}$. Diese liegt im Bereich der Aktivierungsenergie eines Kinkenpaars (1,11 eV) und deutlich über der von Stufenversetzungen (0,3 eV). Schlussfolgernd wird der Spröd-duktil-Übergang von der Bewegung der Schraubenversetzungen kontrolliert. Die Diskrepanz zu den vorherigen Ergebnissen von Gumbsch et al. [57] wurde auf das in dieser Studie untersuchte $\{110\}\langle 010 \rangle$ -Rissystem zurückgeführt, da in diesem speziellen Rissystem die Verformung auch von Stufenversetzungen getragen werden kann.

2.2.2.2 Wolfram-Polykristalle

Untersuchungen zum Bruchverhalten vom polykristallinen Wolfram an makroskopisch großen Proben zeigten über mehrere Studien hinweg bevorzugte Rissausbreitung entlang von Korngrenzen [7], [8], [65]–[69]. Daraus lässt sich auf einen geringeren Bruchwiderstand der Korngrenzen im Vergleich zum Korninneren schließen. Die Rissausbreitung ist jedoch stark durch die Mikrostruktur wie z.B. Walzstrukturen beeinflussbar. Interkristalline Rissausbreitung wird bevorzugt, solange genügend Korngrenzen

vorhanden sind, damit die Rissausbreitung ohne große Abweichungen senkrecht zur Belastungsrichtung stattfinden kann. Würde es zu größeren Abweichungen im Rissverlauf kommen, erfolgt die Rissausbreitung eher transkristallin [7], [8], [67]–[69]. Bei Untersuchungen zum Einfluss von Verunreinigungen, vor allem im Bereich der Korngrenze, kam es zu unterschiedlichen Ergebnissen. Ältere Studien [70] zeigten einen großen Einfluss auf das Bruchverhalten, während bei neueren Studien [7], [71] kein Einfluss ersichtlich war. Versuche an ultra-feinkörnigen Wolframproben zeigten ein dehnratenunempfindlicheres Verhalten als bei grobkörnigerem Wolfram [72]. Im Folgenden werden die wichtigsten Studien zum Bruchverhalten von polykristallinem Wolfram vorgestellt.

Kerbschlagexperimente von Stokes und Li [73] an gesinterten und geschmiedeten Wolfram-Stäben, mit in Längsrichtung gestreckten Körnern im Ausgangs-, erholten und rekristallisierten Zustand zeigten eine mit längerer Glühzeit und höherer Temperatur ansteigende BDTT. Die Proben wurden dabei senkrecht zur Textur gekerbt. Im Ausgangsstadium lag die BDTT zwischen 435 °C und 450 °C. Im erholten Zustand stieg sie auf 480 °C bis 500 °C, im rekristallisierten Zustand auf 690 °C bis 710 °C. Die Proben im Ausgangs- und erholten Zustand brachen bei tiefen Temperaturen vorwiegend transkristallin, es konnten aber auch interkristalline Bruchanteile beobachtet werden. Mit steigender Temperatur nahm der interkristalline Anteil zu. Oberhalb der Übergangstemperatur zeigten sich zudem Delaminationen entlang der Korngrenzen. Dies wurde auf den dreiachsigen Spannungszustand im Bereich der Risspitze zurückgeführt. Die rekristallisierten Proben zeigten dagegen bei allen Temperaturen einen vorwiegend transkristallinen Bruch, was auf das äquiaxiale Gefüge zurückgeführt wurde [73]. Ähnliche Versuche von Rieth et al. [65], [74] an reinem Wolfram und verschiedenen Wolframlegierungen ergaben eine Übergangstemperatur von ca. 600 °C für alle Materialien.

Bei Untersuchungen von Riedle [5] zeigten Proben aus längstexturierten Wolframstäben in gesintertem und geschmiedetem Ausführung bei -196 °C höhere Zähigkeiten im Vergleich zu einkristallinem Material; bei Raumtemperatur lagen die Zähigkeiten dagegen nur noch im unteren bis mittleren Bereich der einkristallinen Werte. Zum einen erfolgte die Rissausbreitung parallel zur Stabachse/Texturierung (Querproben), zum anderen senkrecht dazu (Längsproben). Die Bruchzähigkeiten der Längsproben lagen bei beiden Temperaturen über denen der Querproben. Die weniger bruchzähen Querproben zeigten interkristallines Versagen entlang der Textur, während die Längsproben hingegen transkristallin versagten. Bei erhöhten Temperaturen zeigten jedoch auch die Längsproben interkristalline Bruchanteile.

Zusätzlich wurden von Margevicius et al. [66] mit demselben Probenmaterial Vierpunkt- und asymmetrische Vierpunkt-Biegeversuche durchgeführt. Dadurch sollte das Materialverhalten unter Mode I und gemischter Mode I/Mode II Belastung getestet werden. War der Rissfortschritt bei reiner Mode I Belastung fast nur transkristallin, kam es bei zunehmender Mode II Belastung zur interkristallinen Rissausbreitung, entlang der langgestreckten Körner.

Vierpunkt-Biegeversuche von Giannattasio [64] an hochreinem und kommerziell gesinterten Wolfram in einem Temperaturbereich von -196 °C bis zu 337 °C mit fünf verschiedenen Lastraten von $4 \times 10^{-5}\text{ s}^{-1}$ bis $5 \times 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ ergaben eine Aktivierungsenergie von $1,05\text{ eV}$ für das hochreine und $1,45\text{ eV}$ für das gesinterte Material. Die Aktivierungsenergie für das hochreine Material war damit unverändert zur Aktivierungsenergie für Einkristalle und wurde als Materialkennwert angenommen. Das gesinterte Material verhielt sich noch bei sehr hohen Temperaturen spröde was Korngrenzsegregationen und Verunreinigungen zugeschrieben wurde. Daher konnte die BDTT in diesem Material nicht bestimmt werden. Allerdings konnten sowohl im gesinterten, als auch im vorverformten Material, in welchen die Verunreinigungen homo-

genisiert wurden, eine höhere BDTT als bei dem hochreinem und einkristallinem Material gemessen werden. Auch die Aktivierungsenergie war höher als bei reinem Material [64].

Ein starker Einfluss der Walzstruktur auf die Rissausbreitung zeigte sich bei Drei-Punkt-Biegeversuchen an polykristallinen, gesinterten und gewalzten Wolframstangen von Rupp et al. [7], [8], [67]–[69]. In Abbildung 2.6 a sind die verschiedenen Proben-typen und ihre Orientierung in Bezug auf die Rissausbreitung dargestellt. Die Versuche wurden in einem Temperaturbereich von -150 °C bis 950 °C durchgeführt. Ist die Rissfront entlang von Korngrenzen orientiert erfolgt der Bruch bei tiefen als auch bei hohen Temperaturen interkristallin. Senkrecht zur Walzrichtung erfolgte der Bruch bei tiefen Temperaturen dagegen transkristallin, was auf die Gestaltanisotropie zurückzuführen ist, da eine Rissausbreitung entlang der Korngrenzen geometrisch behindert wird. Bei höheren Temperaturen tritt aber auch hier vermehrt interkristalliner Bruch auf. Der Bruchwiderstand bei tiefen Temperaturen ist bei einem Rissfortschritt senkrecht zur Walzrichtung höher als bei einem Rissfortschritt entlang der Korngrenzen. Somit ist der Risswiderstand gegen transkristallinen Bruch höher als gegen interkristallinen. Zusätzlich erfolgt der Spröd-duktil-Übergang bei wesentlich niedrigeren Temperaturen. Außerdem konnte bei allen Proben ein Anstieg der Bruchzähigkeit und der Duktilität mit zunehmender Temperatur beobachtet werden. In Abbildung 2.6 sind die Ergebnisse zusammengefasst. Zusätzlich wurde der Einfluss von Verunreinigungen untersucht, jedoch konnte kein Zusammenhang zwischen Segregationen an den Korngrenzen und deren Sprödigkeit nachgewiesen werden.

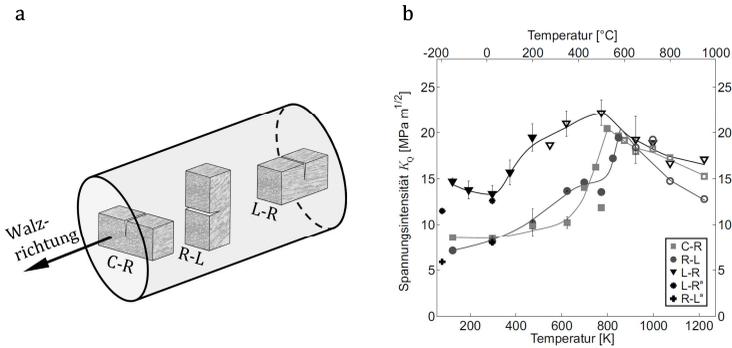


Abbildung 2.6

- Schematische Darstellung, der in Bezug auf die Walzrichtung, unterschiedlich orientierten Proben nach Rupp et al. [8].
- Einfluss der zur Rissausbreitung unterschiedlich orientierte Mikrostruktur auf die Risszähigkeit und den Spröd-duktil-Übergang aus Rupp et al. [8]. Ist die Rissausbreitungsrichtung senkrecht zur Walzrichtung und somit auch senkrecht zu den Korngrenzen ausgerichtet (L-R), steigt die Bruchzähigkeit. Gleichzeitig sinkt der Spröd-duktil-Übergang im Vergleich zu einer zur Walzrichtung parallel ausgerichteten Rissausbreitung (C-R, R-L).

Des Weiteren wurde die Lastratenabhängigkeit des Spröd-duktil-Übergangs nachgewiesen. Bei höheren Lastraten verschiebt sich die BDTT zu höheren Temperaturen, gleichzeitig verläuft der Anstieg des Risswiderstands bei tiefen Temperaturen flacher. Für die Rissausbreitung entlang der Korngrenzen konnten eine Aktivierungsenergie von 1,32 eV bis 1,44 eV berechnet werden [7]. Diese Werte liegen in dem Bereich für die Aktivierungsenergie von Schraubenversetzungen. Schlussfolgernd wird der Spröd-duktil-Übergang auch in polykristallinem Wolfram von der Beweglichkeit der Schraubenversetzungen kontrolliert.

An CT Proben aus technisch reinem, polykristallinem Wolfram wurden Bruchversuche bei Raumtemperatur im rekristallisierten und vorverformten Zustand von Gludovatz et al. [9], [75], [76] durchgeführt. Die Mikrostruktur des rekristallisierten Materials bestand aus langgestreckten Körnern. Im vorverformten Material zeigten sich dagegen flache, langgezogenen und plättchenhafte

Körner, mit einer Substruktur von Versetzungsnetzen. Bei fast allen Proben trat ein R-Kurven Verhalten auf. Die Rissinitiierung erfolgte meist bei einem relativ niedrigen K_{IC} -Wert, welcher mit zunehmendem Risswachstum anstieg. Die rekristallisierten Proben brachen vorwiegend interkristallin, die vorverformten Proben dagegen transkristallin. Bei interkristallinem Rissverlauf stieg der Risswiderstand stetig bis zu großen Rissverlängerungen an. Bei transkristallinem Verlauf konnte ein steiler Anstieg des Widerstandes über eine kurze Rissverlängerung und anschließend katastrophales Versagen beobachtet werden. Der anfängliche Teil der R-Kurve wird durch die Verbindung von mehreren unterschiedlichen Spaltebenen nahe der Riss Spitze dominiert. Im anschließenden Bereich führen Rissbrücken zu weiteren Erhöhung des Risswiderstandes. Rekristallisierung nach der Rissinitiierung führte meist zu interkristallinen Rissverlauf mit anfänglich geringerem Risswiderstand.

Weiterhin wurde der Einfluss von Fremdatomen auf das Bruchverhalten von polykristallinen Wolfram analysiert [71]. Dabei wurde Wolfram mit zehn verschiedenen Verunreinigungsgraden und Mikrostrukturen untersucht. Ein besonderes Augenmerk lag dabei auf Phosphor und Sauerstoff und ihrer Wirkung auf das interkristalline Bruchverhalten. Jedoch konnte kein signifikanter Einfluss von Verunreinigungen auf das Bruchverhalten festgestellt werden. Viel eher spielten Faktoren wie Größe und Form der Körner eine Rolle, sowie die Verformung und damit die Versetzungsdichte innerhalb der Proben.

Anders fiel die Wirkung von Verunreinigungen auf das Bruchverhalten von gesintertem Wolfram bei Kerbschlagbiegeversuchen von Trann-Huu-Loi et al. [70] aus. Diese zeigten eine Zunahme des interkristallinen Bruchteils mit steigendem Verunreinigungsgehalt und sinkender Temperatur. Durch Elektronenmikroskopie und Auger-Spektroskopie konnten Phosphorsegregationen auf den Korngrenzen der verunreinigten Proben nachgewiesen werden. Daraus wurde eine versprödende Wirkung der Phos-

phorsegregationen auf die Korngrenzen geschlussfolgert [70]. Dies steht jedoch im Widerspruch zu den zuvor vorgestellten Studien von Rupp [7] und Gludovatz et al. [69] bei welchen kein Einfluss beobachtet wurde.

Das Zulegieren von Rhenium steigert nach Untersuchungen von Mutoh et al. [77] die Duktilität von Wolfram bei hohen Temperaturen deutlich. So senkte ein Rheniumgehalt von 5% bis 10% die die BDTT bereits um 300 °C ab. Bei tiefen Temperaturen hat der Rheniumgehalt keinen Einfluss auf die Bruchzähigkeit. Bei hohen Temperaturen stieg die Bruchzähigkeit jedoch mit dem Rheniumgehalt an. Rhenium unterdrückt die normalerweise bei ca. 1200 °C einsetzende Rekristallisierung und somit die versprödende Wirkung einer Grobkornbildung. Auch Untersuchungen von Faleschini [78] an drei kommerziell gesinterten Wolframlegierungen (reines Wolfram, Lanthanoxid-dispersionsverstärkte Wolframlegierung und mit Kalium dotiertes Wolfram) bei unterschiedlichen Herstellungskonditionen und Temperaturen von -196 bis 800 °C sowie Untersuchungen an hochverformten Proben mit ultrafeiner Mikrostruktur zeigten eine mit steigender Temperatur und sinkender Korngröße ansteigende Bruchzähigkeit aller Probentypen. Eine weitere Wirkung von ultrafeinkörnigen Wolfram ist die geringere Dehnratenempfindlichkeit im Vergleich zu grobkörnigen Material, was anhand von quasi-statischen und dynamischen einachsigen Druckversuchen von Wei et al. [72] beobachtet wurde. Neben der niedrigeren Dehnratenempfindlichkeit zeigte das ultrafeinkörnige Wolfram eine höhere Fließspannung und eine höhere Duktilität als grobkörniges Vergleichsmaterial. Allerdings war das Verfestigungsvermögen der Mikrostruktur geringer [72].

2.2.2.3 Allgemein gültige Trends

Aus den zwei vorherigen Abschnitten 2.2.2.1 und 2.2.2.2 können folgende Trends für das Bruchverhalten von einkristallinem und polykristallinem Wolfram abgeleitet werden. Allgemein zeigte

sich, dass das Bruchverhalten sowie der Spröd-duktil-Übergang orientierungs-, temperatur- und lastratenabhängig sind. Dabei steigt die Bruchzähigkeit bis zum Erreichen des Spröd-duktil-Übergangs mit steigender Temperatur sowie sinkender Lastrate an [5], [7]. Das Bruchverhalten ist jeweils orientierungsabhängig. Beim einkristallinen Material spielt die Kristallorientierung eine große Rolle. Dabei wurde beobachtet, dass die $\{100\}$ Ebenen die bevorzugte Spaltebenen und die $\langle 011 \rangle$ -Richtungen die bevorzugten Spaltrichtungen darstellen [6]. Für polykristallines Material hat sich gezeigt, dass interkristalline Rissausbreitung gegenüber transkristalliner bevorzugt wird. Daher entsteht bei texturierten bzw. strukturierten Materialien ein orientierungsabhängiges Bruchverhalten. Ist die Rissausbreitungsrichtung parallel zur Texturierung (entlang von Korngrenzen ausgerichtet) verläuft der Riss interkristallin, was zu vergleichsweise geringen Bruchspannungen führt. Verläuft sie senkrecht zur Struktur wächst der Riss vorrangig transkristallin, was zu höheren Bruchspannungen führt [7], [9]. Dabei gilt, je feinkörniger das Gefüge, desto höher fallen Duktilität und Bruchzähigkeit aus [72]. Bei Rissausbreitungsversuchen zeigt sich zumeist ein R-Kurven Verhalten [9].

Der Spröd-duktil-Übergang steigt sowohl beim einkristallinen, als auch beim polykristallinen Wolfram mit steigender Lastrate an [7], [57]. Dabei wird er in beiden Fällen von der Bewegung der Schraubenversetzungen kontrolliert. Darüber hinaus ist er orientierungsabhängig. Im Falle des einkristallinen Materials spielt dabei die Kristallorientierung eine Rolle [28]. Bei polykristallinem Material sinkt die BDTT bei einer Rissausbreitung senkrechten zur Texturierung [7].

2.3 Materialverhalten auf kleinen Skalen

2.3.1 Grundlagen

„Smaller is stronger“ ist seit der Zeit der Miniaturisierung von Bauteilen und den damit verbundenen Versuchen an immer kleiner werdenden Strukturen eine geflügelte Phrase. Dabei wird deutlich, dass sich das Materialverhalten auf der Makroskala nicht vollständig auf kleine Skalen übertragen lässt. Es kommt zu sogenannten Größeneffekten. Diese Größeneffekte können nach Kraft et al. [77] je nach Bauteil/Mikrostrukturgröße in drei Bereiche unterteilt werden. Erstens in den Nanometerbereich ($< 100 \text{ nm}$), zweitens in den Bereich zwischen 100 nm und $1 \mu\text{m}$ und drittens in den „bulk-like“ Bereich ($> 1 \mu\text{m}$). Kommt es in den ersten beiden Bereichen vor allem zu Größeneffekten aufgrund von eingeschränkter Versetzungsbildung und -bewegung, sind im dritten Bereich Versetzungsinteraktionen sowie Versetzungsnetzwerke wie im Vollmaterial beobachtbar. Jedoch können auch in diesem Regime Größeneffekte auftreten.

Ein Ansatz, solche Effekte zu erklären, ist die sogenannte Dehnungsgradienten Theorie von Fleck und Hutchinson [80], die häufig für Versuche mit mehrachsigen Spannungszuständen, wie Torsions- oder Biegeversuchen verwendet wird. Es wird dabei ausgegangen, dass geometrisch notwendigen Versetzungen (engl.: geometrical necessary dislocations, GNDs) gebildet werden müssen, um inhomogene Verformungen innerhalb eines Kristallgitters kompatibel zu machen. Je größer der Dehnungsgradient, desto größer ist die inhomogene Verformung und somit die benötigte Menge an GNDs. Das heißt die Anzahl der GNDs ρ_g korreliert direkt mit dem Dehnungsgradienten η_{pl} nach:

$$\rho_g = \frac{\eta_{pl}}{b} \quad (2.19)$$

wobei der Dehnungsgradient mit:

$$\eta_{pl} = \frac{\varepsilon_{pl}}{y} \quad (2.20)$$

ausgedrückt werden kann. Dabei steht b für den Betrag des Burgers-Vektors und y für die dimensionale Größe. Nach der Verformungsverfestigungs-Theorie von Taylor [81] nimmt die Fließspannung mit zunehmender Versetzungsdichte nach:

$$\tau = \tau_0 + \alpha G_{schub} b \sqrt{\rho_t} \quad (2.21)$$

zu; mit τ_0 als extrapolierte Spannung bei einer Versetzungsdichte von Null, α als Materialkonstante, G_{schub} als Schubmodul, b als Betrag des Burgers-Vektors und ρ_t als Gesamtdichte der Versetzungen. Die Zunahme der Festigkeit aufgrund der GNDs lässt sich damit durch:

$$\Delta\tau_{GND} = \alpha G_{schub} b \sqrt{\rho_g} \quad (2.22)$$

berechnen. Somit kommt es bei kleineren Strukturen, welche einen größeren Dehnungsgradienten aufweisen, zu erhöhten Fließspannungen. In Torsionsversuchen an dünnen Kupferdrähten mit Durchmessern von 170 μm bis 12 μm wurde z.B. eine zunehmende Festigkeit mit abnehmenden Drahtdurchmesser von Fleck et al. [82] beobachtet.

Auch bei Biegeversuche an einkristallinen Kupferbalken im Mikrometerregime konnte ein festigkeitssteigernder Effekt mit abnehmender Balkendicke von Motz et al. [83] beobachtet werden. In Abbildung 2.7 sind die Abhängigkeiten der Fließspannung von der Balkendicke W aufgetragen. Dabei zeigt der Fit der Daten eine W^{-1} Abhängigkeit. Die Zunahme der GNDs wurde aus dem Biegewinkel ω und der deformierten Region x nach:

$$\rho_g = \frac{\omega}{xb} \quad (2.23)$$

bestimmt.

Damit ist die Zunahme der GNDs proportional zur Biegung bzw. zum Dehnungsgradienten $\frac{\omega}{x}$.

Die Zunahme der Fließspannung ist jedoch nicht alleine durch die Dehnungsgradienten Theorie erklärbar [83], da der Effekt dafür zu groß ist. Daher wurde zusätzlich eine Theorie, basierend auf Versetzungsaufstau in

Kombination mit limitierten Versetzungsquellen, aufgestellt. In der neutralen Achse eines Biegebalkens treffen zwei entgegengesetzte Spannungskomponenten aufeinander, die Versetzung trifft dort auf eine gegengesetzte Spannung und kann folglich die spannungsfreie Achse nicht überwinden. Es kommt zu einem Versetzungsaufstau und damit zu einer Versetzungsimmobilität. Da sich in einem kleinen Probenvolumen nur eine limitierte Anzahl von Versetzungsquellen, auf wenigen Gleitsystemen, befindet, kann nur eine geringe Anzahl von Versetzungen nachgebildet werden. Folglich kommt es zu einer Verfestigung. Allerdings zeigen auch Versuche mit einachsigem Spannungszustand und ohne Dehnungsgradient, z.B. Mikro-Druckproben aus Ni [84], Au [85], [86] und Cu [87], einen starken Größeneffekt. Es gibt mehrere Ansätze um diese Phänomene zu erklären. Die zwei vielversprechendsten gehen dabei zum einen von Versetzungsmangel aufgrund von Versetzungsannihilation an der Oberfläche und zum anderen von einem Versetzungsaufstau (z.B. an Oxidationsschichten) aufgrund limitierter Gleitsysteme in kleinen Proben aus. Für ausführlichere Erläuterungen wird auf die Quellen [79], [80], [88]–[92] verwiesen.

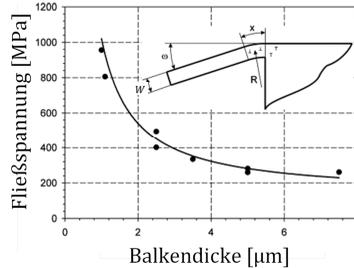


Abbildung 2.7

Einfluss der Balkendicke auf die Fließspannung nach Motz et al. [83]. Mit abnehmender Balkendicke nimmt die Fließspannung zu.

Für den Fortgang dieser Arbeit ist hauptsächlich der Einfluss der Probengröße auf die Bruchzähigkeit von Bedeutung. Dabei ist schon bei relativ großen Probengrößen mit Größeneffekten zu rechnen [93]. So zeigen beispielsweise spröde Materialien einen deutlichen Anstieg der Bruchzähigkeit mit sinkender Probengröße. Dies wird auf einen Skalierungseffekt zurückgeführt [94], da mit sinkender Bauteilgröße auch die maximal mögliche Defektgröße abnimmt. Aber auch bei duktilen Materialien steigt die Bruchzähigkeit invers zur Probengröße. Dies liegt beispielsweise daran, dass Spannungsspitzen aufgrund des erleichterten Materialflusses in kleinen Volumina leichter abgebaut werden können. Des Weiteren wird dadurch ein versprödet wirkender, mehrachsiger Spannungszustand verhindert [95]. Es handelt sich dabei jedoch nicht mehr um einen gültigen K_{IC} -Werte im Sinne der ASTM E399 [40], da diese einen ebenen Dehnungszustand und eine plastische Zone, die klein im Verhältnis zur Probengröße ist, voraussetzt.

2.3.2 Untersuchungen des mechanischen Verhaltens von Wolfram auf der Mikroskala

Das mechanische Verhalten von Wolfram auf der Makroskala ist bereits sehr ausführlich erforscht. Untersuchungen auf der Mikroskala erhielten dagegen erst mit der Fusionstechnologie, und dem damit verbundenen Interesse an Wolfram als Strukturmaterial, in größerem Maße Einzug. Dabei zeigte sich, dass eine feinkörnige Mikrostruktur zu einem duktileren Materialverhalten führt und auch die Übergangstemperatur im Vergleich zu einer grobkörnigeren Mikrostruktur niedriger ist [96]–[98]. Daneben konnten auch in mehreren Studien Größeneffekte beobachtet werden [99], [100]. So hatten kleinere Probengrößen meist eine erhöhte Fließspannung zur Folge. Versuche an bestrahlten Mikro-Biegebalken [101] zeigten eine negative Wirkung der Bestrahlung auf die

Bruchzähigkeit. Im Folgenden werden die zugrunde liegenden Arbeiten genauer vorgestellt.

2.3.2.1 Experimentelle Untersuchungen an einkristallinem Wolfram

Einachsige Druckversuche, der Gruppe von Greer [99], [100], an einkristallinen Wolfram-Nanosäulen mit der $\langle 001 \rangle$ -Richtung in axialer Richtung bei Raumtemperatur und bei -108 °C zeigten für beide Temperaturen einen Größeneffekt in der Streckgrenze und der Fließspannung bei 8% Dehnung. Die getesteten Nanosäulen hatten einen Durchmesser von 200 nm bis 900 nm für die Versuche bei Raumtemperatur und 400 nm bis 1300 nm für die Versuche bei -108 °C . Der Größeneffekt war bei Raumtemperatur wesentlich stärker ausgeprägt. Bei tiefen Temperaturen nimmt der größenunabhängige intrinsische Gitterwiderstand zu und die Größeneffekte sind nicht mehr so stark ausgeprägt [100]. Bei beiden Temperaturen konnten in der Spannungs-Dehnungskurve Dehnungssprünge beobachtet werden. Dies sind Segmente in welchen die Verformung plötzlich zunimmt, die Spannung jedoch absinkt. Die Dehnungssprünge waren in den kleineren Nanosäulen bei tieferen Temperaturen ausgeprägter als bei Raumtemperatur. Da die Verformung während dieser Sprünge nahezu ideal plastisch ist, kommt es dabei zu keiner Versetzungsverfestigung. Zugversuche an demselben Material zeigten eine wesentlich höhere Streckgrenze und Zugfestigkeit für kleinere Proben [99]. Die Zugproben hatten einen effektiven Durchmesser von 250 nm bis 1000 nm und waren in $\langle 001 \rangle$ -Richtung orientiert. Die Proben zeigten auch hier wieder Dehnungssprünge, jedoch waren sie weniger stark ausgeprägt als in den Druckversuchen. Der Trend, dass mit abnehmendem Durchmesser die Dehnungssprünge ausgeprägter waren, blieb erhalten. Die Proben schnürten bei allen Versuchen deutlich ein, was auf plastische Verformung hinweist.

Qualitative wie auch quantitative Untersuchungen von Cimalla et al. [102] mit mechanische Resonanz- und Biegeversuche an einkristallinen Wolfram-Nanodrähten mit Durchmessern von 100 nm bis 300 nm zeigten eine hohe Flexibilität der Drähte und einen E-Modul in der Größenordnung des Vollmaterials. Zur Messung des E-Moduls wurden einseitig eingespannten Drähten lateral von einem Rasterkraftmikroskop ausgelenkt.

Das Bruchverhalten von einkristallinem Wolfram wurde mit Hilfe eines Nanoindenters an freistehenden, gekerbten Mikro-Balken von Wurster et al. [103] untersucht. Das größte Balkenmaß war kleiner als 10 μm , das Segment $W-a$ (Balkendicke –Kerbtiefe) hatte eine Größe von ca. 2 μm bis 3 μm . Getestet wurde das $\{100\}\langle 011\rangle$ -Bruchsystem. Zunächst wurde die Kerbe exakt parallel zur $\{100\}$ -Ebene eingebracht, anschließend wurden die Kerben stufenweise bis zu einem Winkel von 25° verdreht eingebracht. Je höher die Verdrehung, desto höher war die gemessene Bruchzähigkeit. Bei keinem der Versuche kam es zu katastrophalen Versagen durch instabiles Risswachstum. Vielmehr konnte das Risswachstum in zwei Phasen unterteilt werden. Zunächst konnte Rissabstumpfung mit geringem Risswachstum beobachtet werden, wobei allerdings die Rissöffnungsverschiebung erheblich zunahm. Anschließend stellte sich ein stabiles Risswachstum ein, währenddessen war die Rissöffnungsverschiebung wesentlich geringer. Die Bruchzähigkeit wurde durch drei verschiedene Verfahren evaluiert. Zunächst wurde sie mit der klassischen LEBM berechnet. Diese berücksichtigt jedoch weder Risswachstum noch größere plastische Verformungen. Aufgrund dessen kann dieser Wert nur als unterer Grenzwert der Bruchzähigkeit angesehen werden. Dementsprechend lag er deutlich unterhalb der Werte von makroskopisch großen Proben [6]. Des Weiteren wurden Bruchzähigkeiten über das J -Integral und die Rissöffnungsverschiebung berechnet. Dabei lagen die Werte des J -Integrals aufgrund der Plastizität oberhalb und die der Rissöffnungsverschiebung unterhalb der jeweiligen Werte von makroskopisch großen

Proben. Zusätzlich wurde untersucht, ob die Einbringung der Kerbe mit dem fokussierten Ionenstrahl einen Einfluss auf die Bruchexperimente hat. Dazu wurden mechanisch gekerbte Proben getestet. Zwischen den beiden Probentypen konnte aber kein Unterschied festgestellt werden.

2.3.2.2 Experimentelle Untersuchungen an polykristalline Wolfram

Drei-Punkt-Biegeversuchen und Zugversuchen von Reiser et al. [98], [104], [105] an 100 μm dicken gewalzten Folien bei Raumtemperatur zeigten ein stark mikrostrukturabhängiges mechanisches Verhalten. Im Anlieferungszustand wiesen die gewalzten Folien eine sehr feine Mikrostruktur auf und zeigten im Biegeversuch ein sehr duktileres Verhalten. Wurden sie für 1 h bei 1000 °C geglüht, brachen die Folien unter der Biegebelastung dagegen spröde. Dabei verlagerte sich das Bruchverhalten mit zunehmender Glühtemperatur von einem transkristallinen hin zu einem interkristallinen Bruch. Die hohe Duktilität der Wolframfolien wurde mit einer hohen Anzahl mobiler Stufenversetzungen, der feinen Körnung und dem Folieneffekt begründet. Auch Wolframlamine aus übereinandergeschichteten Folien zeigten eine deutlich höhere Duktilität als vergleichbares Wolfram-Vollmaterial [98], [106]–[108]. Die Zugversuche zeigten eine starke Abhängigkeit des plastischen Verhaltens von der Walzrichtung. Dabei liegt nach dem Walzen eine Folientextur mit $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Orientierung vor. Betrug die plastische Dehnung bei Zugversuchen unter 45° zur Walzrichtung mehr als 4%, konnte senkrecht zur Walzrichtung fast keine plastische Verformung beobachtet werden. Auch die Festigkeitswerte zeigten eine hohe Anisotropie, mit der höchsten Festigkeit in Walzrichtung.

Eine dehnratenunempfindliche, sehr tiefe Übergangstemperatur von -196 °C wurde an ultrafeinkörnigen Wolframfolien von Németh et al. [96] beobachtet. Im Gegensatz dazu zeigte das

grobkörnige Vergleichsmaterial ein dehnratenempfindliches Verhalten und eine Übergangstemperatur zwischen 73,85 °C und 176,85 °C. Die Folien wurden mittels Vierpunkt-Biegeversuch getestet. Da Schraubenversetzungen bei dieser Temperatur keine Rolle spielen und Zwillingsbildung in Wolfram im Allgemeinen nicht in großem Maße zum Tragen kommt, wurde auf einen stufenversetzungskontrollierten Mechanismus geschlossen [96].

Zhang et al. [97] beobachtete, dass es zur keine signifikanten Rissbildung bei Mikro-Indentierungen an kommerziell reinem Wolfram mit ultrafeinkörnigem Gefüge ab 350 °C kam. Daher muss die BDTT für das ultrafeinkörnige Material unterhalb von 350 °C liegen. Bei grobkörnigem Material konnte hingegen bis 483 °C Rissbildung beobachtet werden. Dies wurde anhand der erhöhten Korngrenzenfläche, des ultrafeinkörnigen Material, und der damit verbundenen Abnahme der mittleren Konzentration von Verunreinigungen an den Korngrenzen erklärt. Das grob- und ultrafeinkörnige Gefüge hatte eine mittlere Korngröße von 10 µm bzw. 0,9 µm. Die Mikro-Indentierungen wurden in einem Temperaturbereich von 250 °C bis 550 °C durchgeführt [97].

Weitere Mikro-Biegeversuche wurden an freistehenden, gekerbten, pentagonalen Wolframbalken von Armstrong et al. [101] durchgeführt. In das Ausgangsmaterial wurden dabei zum einen Wolfram W^{12+} Ionen und zum anderen Wolfram W^{12+} und Helium H^+ Ionen implantiert. Dadurch sollten Veränderungen des mechanischen Verhaltens in Folge von Bestrahlung, wie sie in einem Fusionsreaktor vorkommen könnten, untersucht werden. Zu Vergleichszwecken wurde unbestrahltes Material getestet. Die mittlere Bruchzähigkeit nahm ausgehend von $> 10,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ für das unbestrahlte Material auf $> 6,0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ für das mit Wolframionen implantierte Material und $4,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ für das mit Wolfram- und Helium-Ionen implantierte Material ab. Zum Bruch der Mikro-Balken kam es jedoch nur bei dem mit Wolfram- und Helium-Ionen implantierten Material, wobei auch hier nur zwei der vier-

zehn getesteten Balken brachen. Alle anderen Balken konnten im Rahmen der Experimente nicht gebrochen werden.

2.3.2.3 Simulationen zum Bruchverhalten von einkristallinen Wolfram auf der Mikroskala

In engem Bezug zur vorliegenden Arbeit wurden Simulationen von Bohnert [1] durchgeführt. Dabei wurde das Bruchverhalten von einkristallinem Wolfram auf der Mikroskala auf Basis der in dieser Arbeit verwendeten Probengeometrie analysiert und mit den experimentellen Daten verglichen. Für simulative Rissfortschrittsuntersuchung verwendete Bohnert ein Kohäsivzonenmodell in Kombination mit Kristallplastizität. Die Kohäsivspannung wurde dabei numerisch, anhand der experimentellen Zugkurven der [123]-Orientierung aus Kapitel 5 dieser Arbeit bestimmt. Die genaue Umsetzung des Kohäsivzonenmodells und der Kristallplastizität sind in [1] ausführlich dokumentiert. Zwei Bruchsysteme wurden untersucht, zum einen das $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissystem, zum anderen das $\{100\}\langle 011\rangle$ -Rissystem. Dabei wurden jeweils die in den Experimenten dieser Arbeit verwendeten Balkengeometrien mit den beiden eingesetzten Kerbtypen gerade und Chevron simuliert. In Abbildung 2.8 a sind die jeweiligen Kraft-Verschiebungskurven aufgetragen. Zusätzlich ist in Abbildung 2.8 b der Rissfortschritt in Korrelation zu den Kraft-Verschiebungskurven dargestellt. Bei $4\ \mu\text{m}$ Risswachstum ist der Riss vollständig durch die Chevron-Kerben gelaufen und es hat sich eine gerade Rissfront ausgebildet.

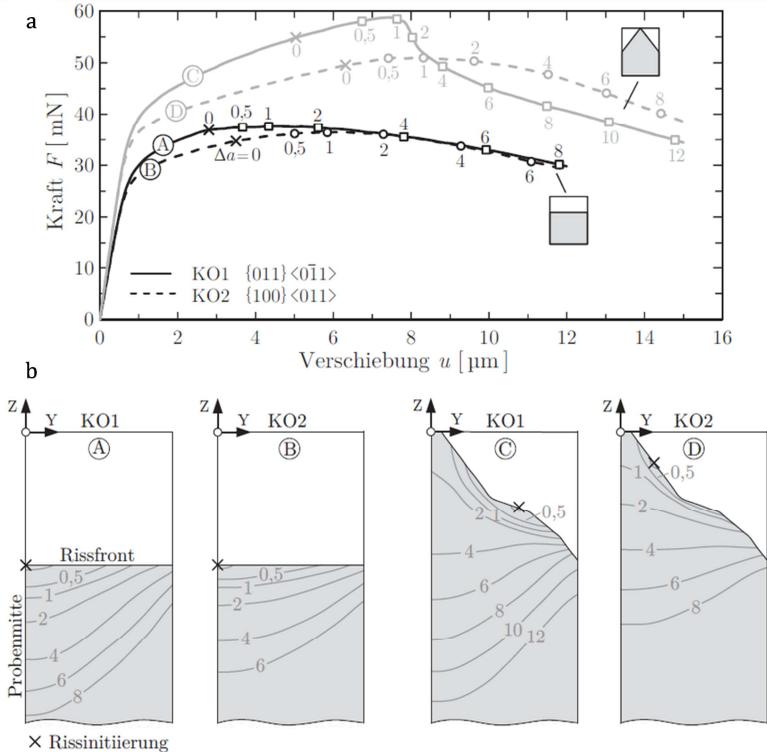


Abbildung 2.8

- a) Simulativ bestimmten Kraft-Verschiebungskurven für die Rissysteme $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ und $\{100\}\langle 011\rangle$ mit jeweils einer geraden und einer Chevron-Kerbe aus Bohnert [1]. Die Rissinitiierung ist mit x gekennzeichnet.
- b) Darstellung des Rissfortschrittes in Bezug auf die Kraft-Verschiebungskurven aus a) aus Bohnert [1].

Der in Abbildung 2.9 a dargestellte Vergleich der Simulation des $\{011\}\langle 0\bar{1}1\rangle$ -Rissssystem mit der experimentell ermittelten Kraft-Verschiebungskurve des einkristallinen Balkens Einkr. B6 aus dieser Arbeit zeigt gute Übereinstimmungen. Die kleineren Abweichungen im elastischen Bereich schreibt Bohnert [1] Mikrorissen und Poren zu, welche in den Simulationen nicht berücksichtigt wurden. Abbildung 2.10 b zeigt zusätzlich eine sehr gute Übereinstimmung des Rissfortschrittes von Simulation und Experiment

aus dieser Arbeit bei gleichem prozentualen Steifigkeitsabfall. Für dieses betrachtete Rissystem ergab sich unter Zuhilfenahme des Kohäsivzonenmodells, welches Plastizität und Bruchvorgang voneinander trennt, eine Bruchzähigkeit K_{QKZM} von $13,3 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$, welche gut mit dem Wert von makroskopisch großen Proben [6] übereinstimmt.

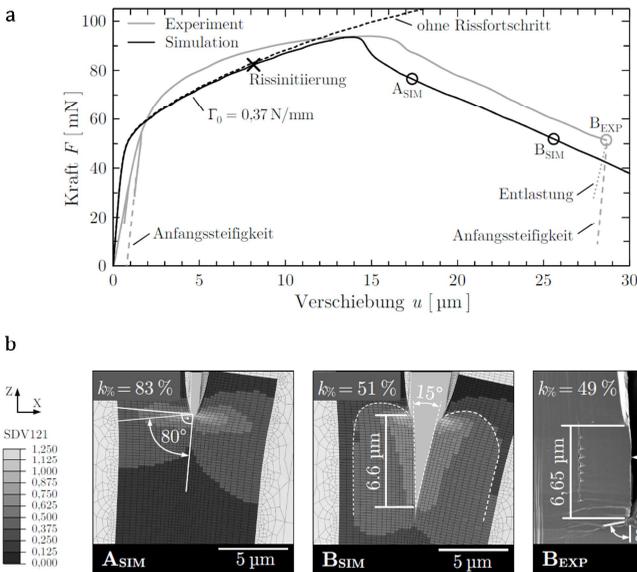


Abbildung 2.9

- Vergleich der simulierten und der experimentellen Kraft-Verschiebungskurve des Balkens Einkr. B6 aus Bohnert [1].
- Vergleich des simulierten und des experimentellen Rissfortschrittes in Bezug auf die prozentuale Reststeifigkeit aus Bohnert [1].

Zusätzlich entwickelte Bohnert [1] eine Methode um experimentell die Bruchzähigkeit zu bestimmen. Diese ist in Abbildung 2.10 dargestellt. Zunächst wird mit Hilfe der ermittelten Risslängen eine J-R-Kurve erstellt. Anschließend wird wie in Abbildung 2.10 b gezeigt die Rissabstumpfung δ_t aus Aufnahmen des unbelasteten und belasteten Balkens bestimmt. Wie in Abschnitt 2.2.1.2 beschrieben, wird nun die von der Fließspannung abhängige

Blunting-Line bzw. Konstruktionslinie, um die Hälfte der Rissabstumpfung parallel verschoben. Der Schnittpunkt der verschobenen Konstruktionslinie mit der R-Kurve gibt den kritischen Wert J_c wieder. Diese Methode ist in Abbildung 2.10 a abgebildet. Damit konnte ein Bruchzähigkeitswert $K_{QJ EXP}$ von $13,3 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ bestimmt werden. Für eine genauere Erläuterung dieser Methode wird auf [1] verwiesen.

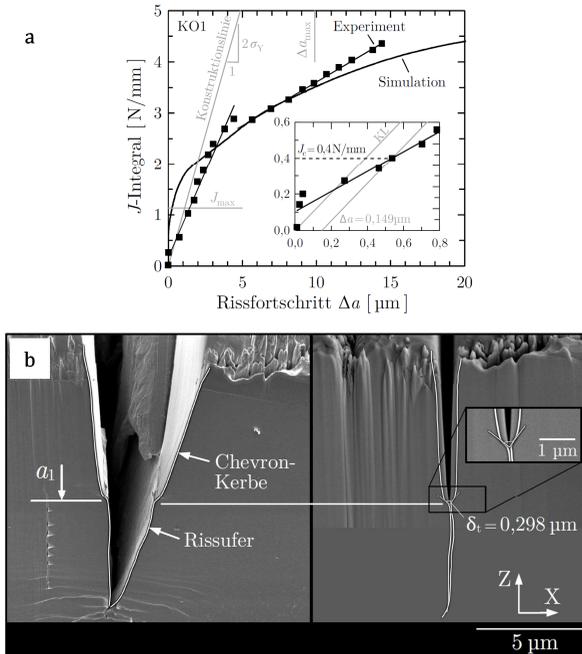


Abbildung 2.10

- R-Kurve zur Bestimmung des kritischen Bruchwertes J_c aus Bohnert [1].
- Bestimmung der Rissabstumpfung anhand Aufnahmen des unbelasteten und belasteten Balkens Einkr. B6 aus Bohnert [1].

2.4 Mikroskalige Testmethoden

Bis heute ist das mechanische Testen auf kleinen Skalen eine große Herausforderung. Ein Grund dafür liegt in dem Mangel an kommerziell erhältlichen Testsystemen, da mit Ausnahme des Nanoindenters so gut wie keine Gerätschaften auf dieser Größenskala zur Verfügung stehen. Auch Normungen oder standardisierte Testverfahren sind auf dieser Größenskala nicht vorhanden. Des Weiteren sind die Probenherstellung, die Handhabung und das genaue Vermessen sowie die Aufbringung und Messung von Lasten und Dehnungen auf der Mikroskala weitaus schwieriger. Häufig wird daher auf den Nanoindenter als Testsystem zurückgegriffen, da er es ermöglicht, kontrollierte Verschiebungen bzw. Eindringtiefen im Bereich weniger Nanometer aufzubringen und die dabei entstehenden Kräfte mit Auflösungen im Mikro-Newton Bereich zu messen. Dies ermöglicht eine Vielzahl unterschiedlichster Testmethoden. Neben der konventionellen Anwendung zur Bestimmung des E-Moduls und der Härte, als Funktion der Eindringtiefe, erlaubt der Nanoindenter auch Untersuchungen von dünnen Schichten, sowie Biegeversuche an Mikro-Balken und Druckversuche an Mikro-Säulen. Für ausführlichere Zusammenfassungen der verschiedenen Testmethoden auf der Nano- und Mikroskala wird auf die Quellen [109]–[111] verwiesen.

2.4.1 Mikro-Zugversuche

Gegenüber anderen mikroskaligen Testverfahren bieten Mikro-Zugversuche den Vorteil eines sehr einfach zu interpretierenden Spannungszustandes. Dafür ist die Umsetzung solcher Versuche vergleichsweise schwierig und stellt hohe Anforderungen an den Testaufbau. In der Literatur beschäftigen sich hauptsächlich die Arbeitsgruppen von Hemker [112], Sharpe [113] und Eberl [114]

mit diesem Thema. Die jeweils entwickelten Versuchsaufbauten und Probengeometrien sind sich sehr ähnlich. Dabei werden zumeist freistehende Proben verwendet, die über keilförmige Spannungsbereiche verfügen und somit ein Selbstzentrieren der Proben beim Spannen ermöglichen. Die Verschiebungsmessung erfolgt in allen Fällen über ein optisches Verfahren, wobei die Dehnungen in einem Postprozess berechnet werden. Die Kraftaufbringung erfolgt in der Regel über kommerziell erhältliche Piezoaktuatoren oder Mikro-Motoren, die Messung über entsprechende Mikro-Kraftmesszellen. Generell lassen sich diese Verfahren auf ein großes Spektrum von Materialien anwenden. So finden sich in der Literatur beispielsweise Versuche an nanoporösen Gold [115], [116], mikro-spritzgegossene Metallen und Keramiken [117], [114] sowie verschiedenen LIGA-Materialien [112].

2.4.2 Mikro-Balkenbiegung

Das Biegen von Mikro-Balken mittels Nanoindenter stellt eine Möglichkeit dar, das elastische und plastische Verhalten von Werkstoffen auf der Mikroskala zu erforschen. Zudem ist es möglich einen definierten Dehnungsgradienten (siehe Abschnitt 2.3) über die Biegung einzustellen.

Zur Untersuchung des E-Moduls und der Fließgrenze von dünnen Schichten aus Gold und Siliziumoxid wurde eine einfache Balkenbiegungstheorie verwendet [118]. Die elastische Durchbiegung für rechteckige, dünne Balken wurde durch die Gleichung:

$$w = \frac{4Fl_{eff}^3(1 - \nu^2)}{BW^3E} \quad (2.24)$$

bestimmt. Dabei steht F für die aufgebrachte Last, l_{eff} für den effektiven Hebelarm und ν für die Poisson-Zahl. B gibt die Breite und W die Dicke des Balkens wieder. Aus der Gleichung geht

hervor, dass die Auslenkung des Balkens linear mit der Kraft ansteigt und der E-Modul aus der Steigung des linearen Bereiches der Kraft-Verschiebungskurve bestimmt werden kann. Zusätzlich wurde durch:

$$\sigma_y = \frac{6l_{eff}F_y}{bt^2} \quad (2.25)$$

die Streckgrenze bestimmt, wobei F_y der Last beim Einsetzen der plastischen Verformung entspricht.

Untersuchungen zu dem Fließ- und Verfestigungsverhalten von dünnen Kupferschichten auf Siliziumsubstrat wurden an gleichschenkligen, dreieckigen, dünnen Balken durchgeführt [119]. Der Vorteil dieser Methode liegt in dem konstanten Biegemoment über der Länge des Balkens, nach:

$$M = \frac{F(l_{eff})}{B} = \frac{F(l_{eff})}{B_0 \left(\frac{l_{eff}}{l}\right)} = \frac{Fl}{B_0} = \textit{konstant} \quad (2.26)$$

dabei ist F die angreifende Kraft, l der Hebelarm, l_{eff} der effektive Hebelarm und B die Breite, bzw. B_0 die Breite an der Einspannung der Balken. Durch das konstante Moment ist die gesamte Oberfläche des Balkens einer gleichförmigen, planaren Dehnung ausgesetzt wodurch ein simultanes Fließen erreicht wird.

Neben den reinen Biegeversuchen wurden auch Methoden zur Untersuchung des Bruchverhaltens entwickelt. Diese Verfahren sind jedoch in der Regel auf spröde Materialien beschränkt, da sich bei duktilen Materialien dieser Größenordnung die plastische Zone mit hoher Wahrscheinlichkeit über die gesamte Probe erstrecken würde, was ein Brechen der Balken deutlich erschwert.

Häufig wurden Bruchversuche an Mikro-Biegebalken aus Silizium durchgeführt, da Silizium einer der am meisten verwendeten

Werkstoffe für Mikrosysteme ist. Ein Beispiel dafür ist die Arbeit von Wilson et al. [120]. Dabei wurden mittels Lithographie Balken in Siliziumwafern freigestellt. Zum Testen der Balken wurde ein Pin verwendet. In die Balken wurden kleine Löcher eingebracht, um den Pin in Position zu halten und so ein Abrutschen zu verhindern. Die Spannungen und Dehnungen wurden mittels FEM berechnet. Die gemittelten Bruchfestigkeiten ergaben für die Oberseite des Balkens einen Wert von 3,3 GPa und für die Unterseite 1,1 GPa. Den Unterschied schrieben die Autoren der unterschiedlichen Oberflächengüte von Ober- und Unterseite zu und machten so darauf aufmerksam, dass der Oberflächengüte eine wichtige Rolle zukommt. Es gibt viele Studien zum Bruchverhalten von Mikro-Balken an nicht-metallischen spröden Materialien. Mikro-Bruchversuche an Metallen sind dagegen seltener zu finden.

Eine Studien zu metallischen Werkstoffen befasst sich mit dem Bruchverhalten von einkristallinem Nickel-Aluminium [121], [122]. Dabei wurde die so genannte harte und weiche Orientierung getestet. Die gemessenen Bruchzähigkeitswerte waren dabei vergleichbar mit denen auf der Makroskala. Durch Variation der Balkendimensionen konnte gezeigt werden, dass keine Größeneffekte zum Tragen kamen. Die Auswertung dieser Versuche erfolgte nach der LEBM, der CTOD Methode und dem J-Integral. Zur Berechnung des Rissfortschrittes wurde aus den Entlastungssegmenten die Nachgiebigkeit des Balkens bestimmt und daraus eine Risslänge abgeleitet.

Weitere Untersuchungen von der Gruppe von Lilleodden [123], [124] beschäftigten sich mit die Bruchfestigkeit einzelner Korngrenzen in einem gewalzten Blech aus der Lithium enthaltenden Aluminium-Legierung AA2198. Dafür wurde mit Hilfe des FIBs Mikro-Biegebalken, die eine Korngrenze in der Nähe Balkenspannung beinhalteten, präpariert. Zusätzlich wurde eine U-förmige Kerbe an der Korngrenze eingebracht, welche die Rissini-

tiierung entlang der Korngrenze auslösen sollte. Die Balken wurden über einen Nanoindenter ausgelenkt. Dabei wurden sowohl Entlastungssegmente aufgebracht, als auch die kontinuierliche Steifigkeitsmessung [125] verwendet. Über die so ermittelten Steifigkeiten konnte die Initiierung und der Fortschritt des Risses charakterisiert werden.

3 Zielsetzung dieser Arbeit

Die vorgestellten Studien über das mechanische Verhalten von Wolfram auf der Makro- (Abschnitt 2.2.2) und Mikroskala (Abschnitt 2.3.2) zeigen, dass dieses von mehreren Faktoren abhängt. Ein wichtiger Faktor ist die Kristallorientierung, die sowohl das Verformungsverhalten [27]–[30], als auch das Bruchverhalten [5], [6] beeinflusst. Ein weiterer Faktor sind Korngrenzen, die in den meisten Studien an makroskopischen Proben als Schwachstelle im Material angesehen werden [7], [76]. Bei Studien an dünnen ultrafeinkörnigen Folien [96], [98], sowie Indentationsversuchen [97] an ultrafeinkristallinem Wolfram zeigte sich dagegen, dass ein feinkörnigeres Gefüge die Duktilität von Wolfram steigern kann. Demnach ist der Einfluss von Korngrenzen auf das Materialverhalten nicht eindeutig geklärt.

Insgesamt ist das Bruchverhalten eines Materials immer ein Zusammenspiel aus dem mechanischen Verhalten der Körner und der Korngrenzen. In der vorliegenden Arbeit sollen daher zunächst der Einfluss der Kristallorientierung und der Korngrenzen getrennt und anschließend im Zusammenspiel untersucht werden. Da die Größe der einzelnen Körner und Korngrenzen typischerweise im Bereich der Mikroskala liegt, kann deren Einfluss mittels makroskopischer Proben nur schwer untersucht werden. Daher werden in dieser Arbeit mikromechanischen Verfahren zur Untersuchung des Bruch- und Verformungsverhaltens eingesetzt. Der Einfluss der Kristallorientierung auf das Verformungsverhalten wurde mit Mikro-Zugversuchen an einkristallinen Proben unterschiedlicher Orientierung untersucht. Der Einfluss auf das Bruchverhalten wurde mit Mikro-Biegeversuchen an gekerbten, einkristallinen Mikro-Biegebalken mit unterschiedlichen Bruchsystemen studiert. Um den Einfluss von Korngrenzen zu charakterisieren, wurden weitere Mikro-Biegeversuche an bikristallinen

Balken mit unterschiedlich orientierten Korngrenzen durchgeführt. Im letzten Schritt wird das Verhalten polykristalliner Mikro-Biegebalken beschrieben, um das Zusammenspiel unterschiedlich orientierter Körner und Korngrenzen zu analysieren. Da für ein- und polykristallines Wolfram zudem auf der Makroskala zahlreiche Vergleichswerte für die mechanischen Eigenschaften zur Verfügung stehen, wurde anhand der Ergebnisse auch der Einfluss der Strukturgröße auf die mechanischen Eigenschaften überprüft.

4 Versuchsbeschreibung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Mikro-Zugversuche an einkristallinen- und Mikro-Biegeversuche an ein-, bi- und polykristallinen Wolframproben durchgeführt. In diesem Kapitel werden die Probenherstellung sowie die verwendeten Versuchseinrichtungen beschrieben.

4.1 Ausgangsmaterial

Als Ausgangsmaterial für die Probenherstellung wurde Wolfram in den folgenden Varianten verwendet:

- Einkristallin mit unterschiedlichen Orientierungen
- Bikristallin
- Polykristallin mit starker Walztextur

Das einkristalline Ausgangsmaterial stammt von zwei verschiedenen Quellen. Zum einen wurden drei unterschiedlich orientierte Einkristalle der Firma Goodfellow bezogen, deren Reinheit laut Hersteller 99,999% beträgt. Die axiale Orientierung dieser zylindrischen Proben entsprach der (100)-, (111)- und (110)-Richtung. Die Orientierungstoleranz wurde vom Hersteller mit $\pm 3^\circ$ angegeben. Zum anderen wurden Einkristalle vom Institute of Solid State Physics (RAS, 142432 Chernogolovka Moscow District) Russia bezogen. Dieses Material wurde mittels Elektronenstrahlschmelzen hergestellt [126], [127]. Die chemische Analyse und die Charakterisierung wurde von Glebovsky et. al. in [128], [129] dokumentiert. Die Ergebnisse dieser Analyse sind in Anhang A zusammengefasst. Der Gesamtverunreinigungsgehalt wurde mit ca. 2 ppm, die Versetzungsdichte mit 5×10^5 $1/\text{cm}^2$ angegeben. Die Bikristalle stammen ebenfalls vom Institute of Solid State

Physics (RAS, 142432 Chernogolovka Moscow District, Russia). Die Herstellung erfolgte durch Heißwalzen von Einkristallen unter Vakuum und anschließender Rekristallisation [130].

Die untersuchten polykristallinen Proben wurden von Rupp [7] untersucht und charakterisiert. Dabei handelt es sich um gesinter- te und gewalzte Wolframstäbe der Plansee Metall GmbH mit einer garantierten Reinheit von 99,97%. Die Walztextur wurde in [7] charakterisiert. Im Anhang A sind die Herstellerangaben zu den enthaltenen nicht-metallischen Verunreinigungen zusammenge- fasst.

4.2 Probengeometrien

Bedingt durch die unterschiedlichen Versuchsarten und Testbe- dingungen, kamen verschiedene Probengeometrien zum Einsatz, die in den folgenden Abschnitten vorgestellt werden.

4.2.1 Mikro-Zugproben

Für die Mikro-Zugversuche wurde die in Abbildung 4.1 dargestell- te Probengeometrie von Slaby [117] übernommen. Die Längen- Querschnitts-Proportionalität dieser Probe entspricht dabei einer flachen Makro-Zugprobe der Form E nach DIN 50125 [131]. Für die Messlänge l_0 wurde 1 mm gewählt; der Querschnitt ergibt sich dementsprechend zu $0,03 \text{ mm}^2$. Zum Klemmen der Proben wur- den beidseitig schwalbenschwanzförmige Klemmbacken ange- bracht. Der Übergangsbereich von Probe zu Klemmbacken wurde nach der Zugdreiecksmethode von Mattheck [132] optimiert.

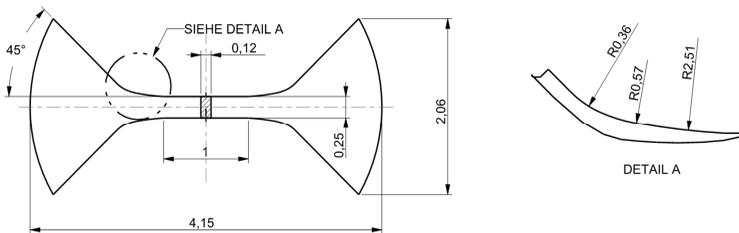


Abbildung 4.1

Probengeometrie der Mikro-Zugproben nach Slaby [117]. Der Übergangsbereich in Detail A wurde nach der Zugdreiecksmethode von Mattheck [132] optimiert.

4.2.2 Mikro-Biegebalken für *ex situ* Versuche

Für die *ex situ* Biegeversuche kamen zum einen eine selbst entwickelte, zum anderen eine aus der Literatur bekannte Probengeometrie zum Einsatz. Abbildung 4.2 zeigt die selbst entwickelte Probengeometrie. Dabei handelt es sich um einen einseitig eingespannten, gekerbten Biegebalken mit rechteckigem Querschnitt. Bei der Dimensionierung des Balkens wurden die Proportionalitäten weitestgehend an eine Dreipunkt-Biegeproben nach ASTM E 399-90 [40] angepasst. Dies führte zu einem Querschnitt von $400 \mu\text{m}^2$ im Testbereich. Wie aus Abbildung 4.2 b und c ersichtlich, kamen zwei verschiedene Kerbformen zum Einsatz. Zum einen eine gerade Kerbform, zum anderen eine spitz zulaufende Chevron-Kerbe. Abbildung 4.3 a zeigt die aus der Literatur übernommene Probengeometrie [133]. Dabei handelt es sich um einen Balken mit dreieckigem Probenquerschnitt. Mit den gewählten Abmessungen beträgt der Probenquerschnitt $113 \mu\text{m}^2$. Die Balken wurden wie in Abbildung 4.3 b gezeigt ungekerbt sowie mit einer geraden Kerbe im Bereich der Korngrenze getestet.

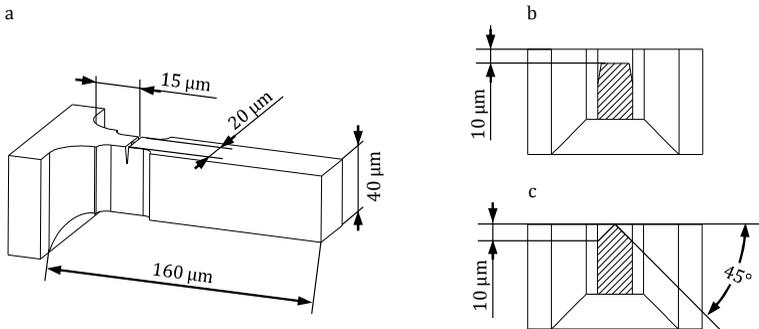


Abbildung 4.2

Probengeometrie der ein- und polykristallinen Biegebalken für die *ex situ* Untersuchungen. Die Proben wurden mittels μ -EDM und FIB hergestellt. Es wurden zwei verschiedene Kerbformen mittels FIB eingebracht.

- Schrägsicht des Balkens. Die Kerbe wurde nicht direkt an die Balkenschulter gelegt, da der Radius unterhalb des Balkens an der Balkenschulter den Spannungszustand beeinflusst.
- Schnittansicht durch die gerade Kerbgeometrie. Die schraffierte Fläche stellt das geschnittene Ligament dar. Die Kerbe hatte eine Tiefe von 10 μm .
- Schnittansicht durch die Chevron-Kerbe. Die schraffierte Fläche stellt das geschnittene Ligament dar. Die Kerbe wurde unter 45° eingebracht und hatte eine Tiefe von 10 μm an den Seitenflächen.



Abbildung 4.3

Probengeometrie der bikristallinen Biegebalken für die *ex situ* Untersuchungen. Die Balken wurden gemäß [128] mit dem FIB gefertigt mit der Korngrenze in definiertem Abstand zum festen Ende des Balkens.

- Schrägsicht des Balkens. Die graue Linie gibt die Lage der Korngrenze wider.
- Schnittansicht durch die gerade Kerbgeometrie. Die schraffierte Fläche stellt das geschnittene Ligament dar. Es wurde eine Kerbe von ca. 1 μm Tiefe im Bereich der Korngrenze eingebracht.

4.2.3 Mikro-Biegebalken für *in situ* Versuche

Für die *in situ* Versuche wurde die in Abbildung 4.4 gezeigte Geometrie verwendet. Diese beruht auf der zuvor vorgestellten, selbst entwickelten Balkengeometrie, ist aber in ihren Dimensionen an die *in situ* Testbedingungen angepasst. Dadurch ergibt sich ein Querschnitt von $225 \mu\text{m}^2$. Wie aus Abbildung 4.4 b ersichtlich wurde als Kerbgeometrie die spitz zulaufende Chevron-Kerbe gewählt.

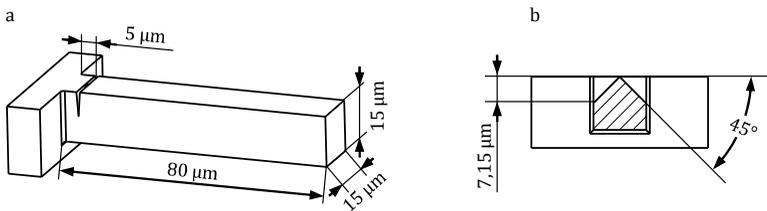


Abbildung 4.4

Probengeometrie der einkristallinen Biegebalken für die *in situ* Untersuchungen. Die Balken wurden mittels FIB hergestellt.

- Schrägansicht des Balkens. Die Kerbe wurde nahe an die Balkenschulter gelegt, um Verformungen an der Balkenschulter zu minimieren.
- Schnittansicht durch die Chevron-Kerbe. Die Chevron-Kerbe wurde unter 45° eingebracht und hatte an den Seitenfläche eine Tiefe von $7,15 \mu\text{m}$.

4.3 Probenherstellung

Die Herstellung der verschiedenen Probentypen erforderte viele unterschiedliche Präparations-, Mess- und Schneidetechniken. Das grundlegende Schema war jedoch bei allen Probentypen gleich und besteht aus:

- Orientierungsbestimmung
- Zuschneiden der Probengeometrie
- Verbesserung der Oberflächenqualität
- Kerben

In Abbildung 4.5 sind für die verschiedenen Probenotypen schematisch die Herstellungsabläufe dargestellt. In den folgenden Abschnitten werden für jeden Schritt die verwendeten Techniken näher erläutert.

4.3.1 Orientierungsbestimmung

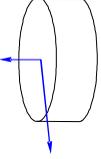
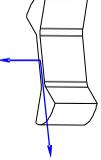
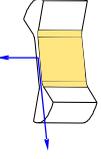
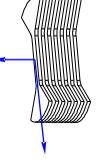
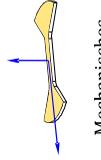
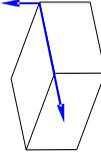
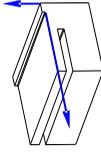
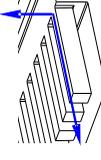
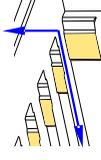
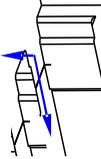
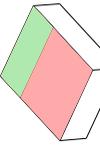
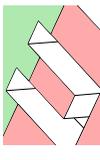
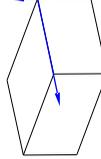
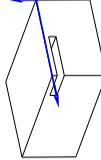
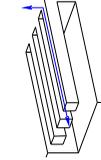
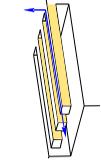
Bei allen Probenotypen war anfangs eine Bestimmung der Kristallorientierung notwendig. Die Orientierungsmessungen erfolgten mittels Elektronenrückstreubeugung (engl.: electron backscatter diffraction, EBSD) im REM. Die dafür erforderliche Präparation des Probenmaterials erfolgte nach dem in Tabelle 4.1 dokumentierten Ablaufschema.

Bei den Einkristallen wurden dabei die Richtungen, welche das gewünschte Bruchsystem aufspannen bzw. die gewünschte Zugrichtung, bestimmt und auf der Probe markiert wie in Abbildung 4.5 durch die blauen Pfeile verdeutlicht. Wie in Abbildung 4.6 exemplarisch gezeigt, wiesen alle Kristalle eine Verkippung entlang der z-Achse von 1° bis 3° auf. Bei den Polykristallen wurde anhand der Kornorientierungen die Vorzugsrichtung der Walztextur, Abbildung 4.7, bestimmt und markiert. Im Falle der bikristallinen Proben wurde die Position der Korngrenze bestimmt und markiert. Wie aus Abbildung 4.8 ersichtlich, sind die Richtungen senkrecht zur Probenoberfläche die $\langle 001 \rangle$ und $\langle 112 \rangle$ Richtung.

Tabelle 4.1

Abfolge der Schleif- und Polierschritte für die Präparation der mittels EBSD untersuchten Proben.

Präparationsschritt		Körnung/ Partikelgröße	Dauer [min]
Schleifen	SiC-Papier Wasser	600, 800, 1200, 2500	je 5-10
Polieren	Diamant- suspension	$9\mu\text{m}$, $6\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$	je 15- 20
	OPS	$0,25\mu\text{m}$	25-30

	Orientierungs- messung	Zuschnitt I	Oberflächen Verbesserung I	Zuschnitt II	Oberflächen Verbesserung II	Kerben
Mikro- Zugprobe	 EBSD	 Drahterodieren	 Elektropolieren	 Diamantdraht	 Mechanisches Polieren	-
Ex situ Mikro- Biegebalken	 EBSD	 Mikro-Erodieren	-	 Mikro-Erodieren	 FIB	 FIB
In situ Mikro- Biegebalken	 EBSD	 FIB	-	 FIB	 FIB	 FIB
	 EBSD	 FIB	-	 FIB	 FIB	 FIB

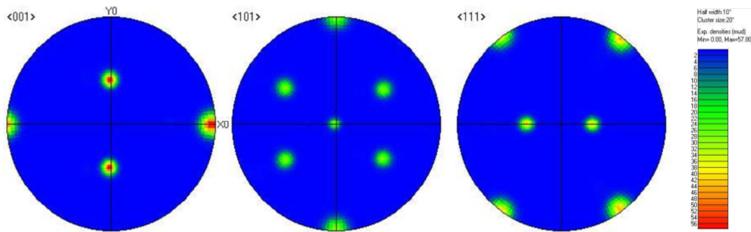


Abbildung 4.6

Aus den Messpunkten einer EBSD-Orientierungsmessung erstellte $\langle 001 \rangle$ -, $\langle 101 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Polfiguren einer einkristallinen Probe. Aus diesem Einkristall wurden die Zugproben mit der $\langle 001 \rangle$ -Richtung in Zugachse hergestellt. Die Farbskala gibt die Häufigkeit der gemessenen Orientierungen im gesamten Rasterbereich wieder. Anhand der Lage der Häufigkeitsverteilung in der $\langle 001 \rangle$ -Polfigur ist ersichtlich, dass die Probe in x-Richtung in die $\langle 001 \rangle$ -Richtung ausgerichtet ist. Die Normale zur Probenoberfläche ist in die $\langle 101 \rangle$ -Richtung ausgerichtet, dabei ist jedoch eine leichte Verkipfung der Probe entlang der Probennormalen zur $\langle 101 \rangle$ -Richtung ersichtlich.

Abbildung 4.7

Mittels EBSD gemessene Orientierungskarte für eine polykristalline Probe. Die kristallographische Orientierung ist in Richtung der Normalen der Probenoberfläche durch das farbkodierte Standarddreieck angegeben. Es sind langgestreckte Körner in Richtung der Walzrichtung entstanden.

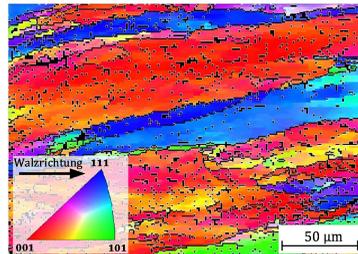
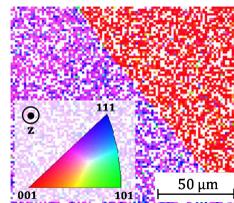


Abbildung 4.8

Mittels EBSD gemessene Orientierungskarte für die bikristalline Probe. Die Farbkodierung gibt dabei die Richtung der Normalen der Probenoberfläche an. Wie ersichtlich sind dies die $\langle 001 \rangle$ bzw. $\langle 112 \rangle$ Richtung für die beiden betrachteten Körner. Des Weiteren ist die Lage der Korngrenze deutlich zu erkennen.



4.3.2 Zuschneiden der Probengeometrien

Das Zuschneiden der verschiedenen Probengeometrien erfolgte mittels Drahterodieren, Diamantdrahtsägen, Mikro-Erodieren und FIB. Das Drahterodieren zur Herstellung der Mikro-Zugproben erfolgte in der Dienstleistungseinheit Technik-Haus (TEC) des KIT. Dabei wurden dicke Rohlinge, in der Form der Zugproben, aus dem Vollmaterial herausgeschnitten. Nach der Bearbeitung der Seitenflächen wurde der Rohling mehrfach mittels einer Diamantdrahtsäge vom Typ Well 3242 mit einem 80 μm dicken Draht mit einer Diamantkörnung von 10 μm durchtrennt, um mehrere Zugproben zu erhalten. Das Mikro-Erodieren zur Herstellung der *ex situ* Mikro-Biegebalken erfolgte am Institut für Angewandte Materialien (IAM-WK-WBK) des KIT. Zunächst wurde ein horizontaler Schnitt parallel zur Oberfläche eingebracht, um eine auskragende Platte zu erzeugen. Durch mehrere senkrechte Schnitte wurde eine Reihe von freistehenden Balken aus der Platte freigestellt. Unterschneidungen der Balken konnten durch dieses Verfahren verhindert und die Radien am Übergang zum Vollmaterial klein gehalten werden. Der FIB-Zuschnitt der *in situ* Mikro-Balken, sowie der Balken mit dreieckigem Querschnitt erfolgte bei einem Strahlstrom von 7 nA bis 65 nA und einer Beschleunigungsspannung von 30 kV. Im Falle der *in situ* Balken wurde, analog zum Mikro-Erodiervorgang, zunächst eine auskragende, dünne Platte freigeschnitten. Durch weitere senkrechte Schnitte wurden die Mikro-Balken freigestellt. Die Herstellung der Balken mit dreieckigem Querschnitt erfolgte gemäß dem in [133] beschriebenen Verfahren.

4.3.3 Oberflächenverbesserung

Das Elektropolieren der Seitenflächen der Mikro-Zugproben erfolgte bei 6 V Gleichspannung in 10%-iger Natriumlauge in einem LECTROPOL 5 der Firma Struers. Alle 30 Sekunden wurde der

Prozess unterbrochen und mikroskopisch nachgeprüft, ob die komplette Bearbeitungsschicht entfernt wurde. Die gesamte Bearbeitungszeit lag pro Seite zwischen 1,5 und 2 Minuten. Mechanisches Polieren wurde zur Verbesserung der Ober- und Unterseite angewandt. Dies erfolgte unter Zuhilfenahme eines Tri Pod polishing fixture der Firma Struers, der eine planparallele Bearbeitung von sehr kleinen Probengrößen ermöglicht. Das Polieren erfolgte auf Diamantschleiffolien der Firma Allied mit Diamantkörnungen von 15 μm , 9 μm , 6 μm , 3 μm , 1 μm und 0,5 μm . An allen Arten von *ex situ* Mikro-Balken erfolgte die Oberflächenverbesserung der Seitenflächen im FIB mittels mehrerer Schnitte, bei einem sukzessiv von 5 nA auf 0,5 nA verringertem Strahlstrom. Bei den *in situ* Mikro-Balken wurde lediglich ein letzter Schnitt mit 1 nA an den Seitenflächen durchgeführt. Die Beschleunigungsspannung betrug immer 30 kV.

4.3.4 Kerben

Die Einbringung der Kerben erfolgte mit dem FIB. Zur Herstellung der geraden Kerbe wurde ein Rechteck mit einem Strahlstrom von 0,3 nA in die Oberfläche geschnitten. Da bei der FIB-Bearbeitung der Abtrag an freien Kanten jedoch deutlich größer als im Vollmaterial ausfällt, ergab sich der in Abbildung 4.2 b dargestellte trapezförmige Querschnitt. Zur Herstellung der in Abbildung 4.2 c gezeigten Chevron-Kerben, wurden die Balken entlang ihrer Längsachse um 45° zum Ionenstrahl verkippt. Mit einem Strahlstrom von 0,3 nA wurde von der Kante des Balkens aus die erste Kerbhälfte eingeschnitten. Danach wurde die Probe um 180° rotiert und analog von der anderen Seite vorgegangen, um die zweite Kerbhälfte zu erzeugen. Ein großer Vorteil dieser Kerbform ist die reduzierte Galliumkontamination im Bereich der Kerbe aufgrund des größeren Einfallwinkels.

In Abbildung 4.9 ist von jeder Probengeometrie ein fertig präparierter Balken gezeigt.

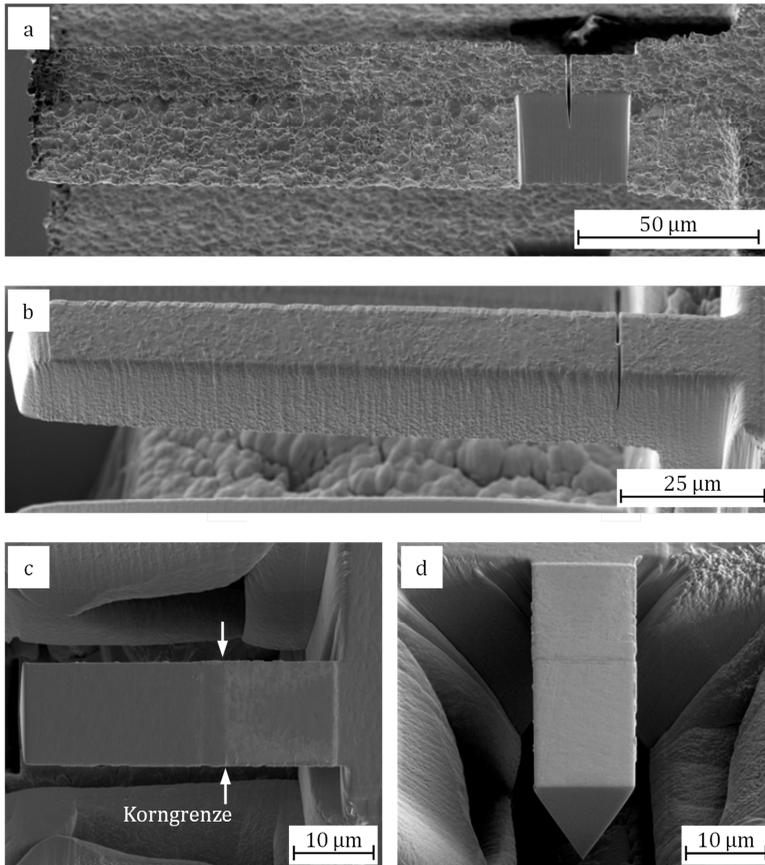


Abbildung 4.9

REM-Aufnahmen der präparierten Mikro-Biegebalken jeder Probengeometrie.

- a) Balken für *ex situ* Versuche. Die durch das Mikro-Erodieren entstandene Oberflächenrauheit wurde mittels FIB im Bereich der Kerbe verbessert. Die Kerbe wurde mit dem FIB eingebracht.
- b) Balken für *in situ* Versuche. Die Balken wurden mit dem FIB aus dem Vollmaterial geschnitten. Die Verbesserung der Oberflächenqualität der Seitenflächen erfolgte mit einem Schnitt mit 1 nA. Die Chevron-Kerbe wurde mit dem FIB eingebracht.
- c),d) Bikristalliner Balken, mittels FIB gemäß [128] hergestellt. Die Korngrenze ist anhand des Kontrastunterschiedes deutlich zu erkennen (c). Die Balken haben einen dreieckigen Querschnitt (d). Die Oberflächenqualität der Seitenflächen wurde mittels einem Schnitt mit 1 nA verbessert.

4.4 Versuchseinrichtungen

Für die Durchführung der verschiedenen Versuchsarten kamen mehrere Versuchseinrichtungen zum Einsatz, die im Folgenden vorgestellt werden.

4.4.1 Mikro-Zugversuche

Die Mikro-Zugversuche wurden mittels eines von Slaby [117] aufgebauten und dokumentierten Mikro-Prüfstandes durchgeführt. Im Folgenden wird die grundlegende Funktionsweise kurz erläutert. Eine detaillierte Beschreibung ist in [117] zu finden.

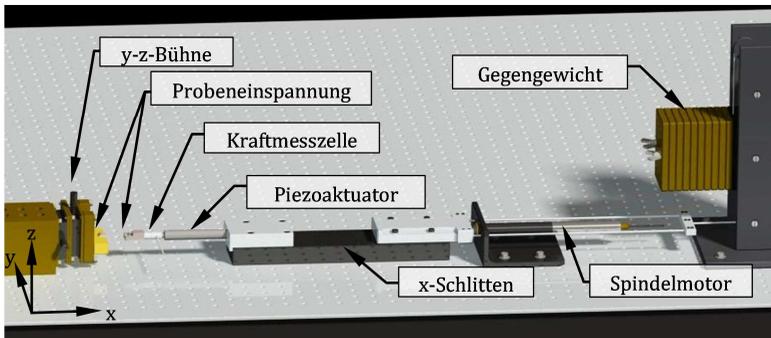


Abbildung 4.10

Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus für die Mikro-Zugversuche nach Slaby [117].

Abbildung 4.10 zeigt eine schematische Darstellung des Versuchsaufbaus. Die Probe wird, wie in Abbildung 4.11 dargestellt, von zwei schwalbenschwanzförmigen Einspannungen aufgenommen. Eine der Spannbacken dient dabei als Fixpunkt, während die andere mit dem Antriebsstrang des Versuchsaufbaus verbunden ist.

Die Ausrichtung der beiden Spannbacken gegeneinander erfolgt über die y- und z-Bühnen. Der Antriebsstrang besteht aus einer Kraftmesszelle, einem Piezoaktuator und einem Spindelmotor. Bei den durchgeführten Versuchen wurde der Piezoaktuator jedoch nicht verwendet. Die Ansteuerung des Versuchstandes und die Aufzeichnungen der Kraftmesswerte erfolgte über das Programm LabView, der Code dafür wurde von Kennerknecht [114] entwickelt. Die Dehnungsmessung erfolgt über ein optisches Verfahren. Hierfür wurde ein Lichtmikroskop verwendet, welches über der Messstrecke der Probe angebracht wurde. Eine am Tubus des Mikroskops angebrachte Kamera erlaubt eine digitale Aufnahme der Mikroskop Bilder. Die Ansteuerung erfolgt über die Software Capture OEM von Pixelink. Die Dehnungswerte wurden, wie in Abschnitt 4.6 erläutert, nach dem Versuch aus dem Bildmaterial berechnet.



Abbildung 4.11
Gespannte Mikro-Zugprobe zu Versuchsbeginn. Durch die Form der Spannbacken zentriert sich die Zugprobe während der Aufbringung der Vorlast von selbst.

4.4.2 Mikro-Biegeversuche

Die Mikro-Biegeversuche wurden sowohl *in situ* im Elektronenmikroskop als auch *ex situ* über einen Nanoindenter durchgeführt.

4.4.2.1 *Ex situ* Biegeversuche

Alle *ex situ* Versuche wurden in einem kommerziell erhältlichen Nanoindenter durchgeführt. Dabei wurden die einkristallinen Biegebalken mit geradem Kerb im Nanoindenter XP der Firma MTS/Agilent Inc. getestet. Alle weiteren *ex situ* Versuche wurden im Nanoindenter G200 XP der Firma Agilent/Keysight Inc. durch-

geführt. Für die Kraftübertragung wurden zwei verschiedenen Indenterspitzen der Firma Synton-MDP AG eingesetzt: Eine Standard Berkovich-Spitze und eine Keilspitze mit einem Winkel von 90° und einer Länge von $20\ \mu\text{m}$. Durch die Keilspitze wird eine relativ hohe linienförmige Auflagefläche erreicht und somit ein Eindringen in das Material verhindert. Ein Eindringen würde die eigentlich Durchbiegung, welche durch den Verfahrensweg des Indenters bestimmt wird, verfälschen. Zusätzlich führt das Eindringen zu einer verstärkten Mixed-Mode-Belastung, da Zugkräfte in den Balken eigeleitet werden würden. Die große Kontaktfläche des Keils wirkt außerdem einem ungewollten Abrutschen der Indenterspitze entgegen. Gut platziert belastet die Keilspitze die komplette Balkenbreite, wodurch eine unerwünschte Torsionsbelastung verhindert wird. Aufgrund der vielen Vorteile der keilförmigen Indenterspitze wurde sie für alle *ex situ* Versuch, mit Ausnahme der einkristallinen Biegebalken mit geradem Kerb, verwendet.

Für die Befestigung der Proben auf dem Probenhaltern wurde Crystal Bond verwendet, um die Nachgiebigkeit des Aufbaus so gering wie möglich zu halten.

4.4.2.2 *In situ* Biegeversuche

Die *in situ* Biegeversuche erfolgten mit dem in Abbildung 4.12 dargestellten *in situ* Versuchsaufbau. Für die Versuche wurde die Versuchseinheit, wie in Abbildung 4.13 dargestellt, auf der Bühne des REMs Nova 200 NanoLab der Firma FEI Company installiert. Dadurch wurde eine *in situ* Beobachtung der Verformung ermöglicht.

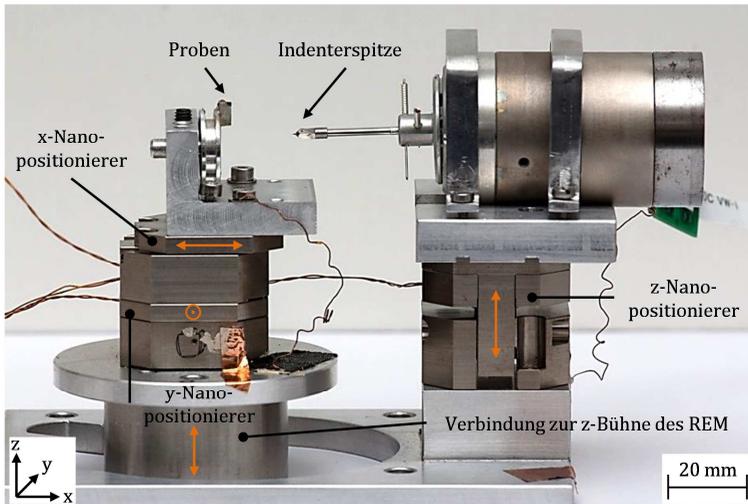


Abbildung 4.12

In situ Versuchsaufbau für den Einbau ins Rasterelektronenmikroskop. Die Piezo-Nanopositionierer sowie die z-Bühne des REM ermöglichen eine exakte Ausrichtung der Probe zur Indenterspitze.

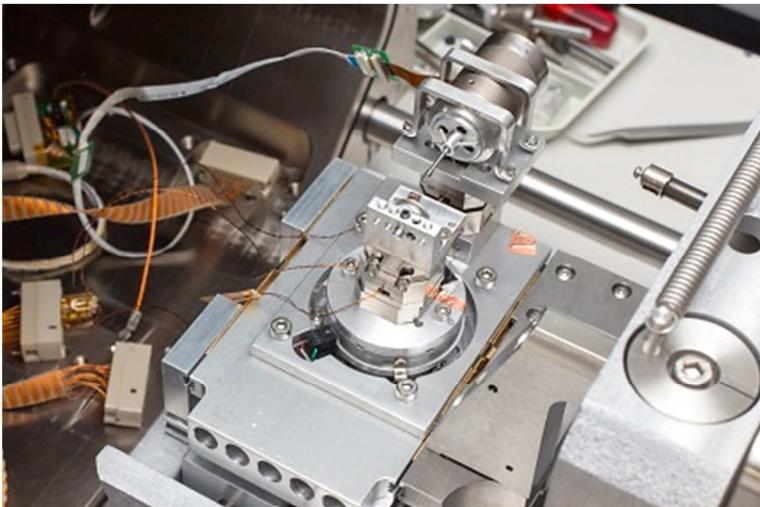


Abbildung 4.13 *In situ* Versuchsaufbau im Rasterelektronenmikroskop.

Der Versuchsaufbau besteht im Wesentlichen aus einem Probenhalter, einem Nanoindenter der Firma Nanomechanics Inc. sowie Nanopositionierern der Firma Attocube. Über Piezo-Nanopositionierer lässt sich der Probenhalter in x- und y-, der Nanoindenter in z-Richtung verschieben. Durch Anbringung des Probenhalters auf der Probenbühne des REMs kann die Probe in z-Achse bewegt und somit in den Fokus des Elektronenstrahls gebracht werden.

Zur Kraftaufbringung wurden flache Diamantstempel der Firma Synton mit einem Durchmesser von 100 μm und 2 μm verwendet. Da der Stempel mit 100 μm Durchmesser die gesamte Breite des Balkens bedeckt wird eine Torsionsbelastung vermieden. Zudem vermindert die große Kontaktfläche das Eindringen und Abrutschen der Indenterspitze von der Balkenoberfläche. Der Stempel mit 2 μm Durchmesser wurde verwendet, wenn sehr große Balkenauslenkungen erforderlich waren. Dabei wurde am Kraftangriffspunkt ein Sackloch mit 5 μm Durchmesser und einer Tiefe von ca. 3 μm mittels FIB in den Balken geschnitten. Der Stempel wurde am Grund des Sacklochs positioniert und somit von der Vertiefung in Position gehalten.

4.5 Versuchsdurchführung

4.5.1 Probenvermessung

Um die genauen Abmessungen der Proben zu bestimmen, wurde jede Probe vor Versuchsbeginn vermessen. Im Falle der Mikro-Zugproben erfolgte die Vermessung mittels eines Laser-Mikroskops vom Typ Keyence VK-9710k. Die Vermessung der Mikro-Biegebalken erfolgte im REM. In Tabelle B.1, B.2, B.3 und B.4 im Anhang B sind alle gemessenen Werte zusammengefasst.

4.5.2 Mikro-Zugversuche

Zunächst wurden die Proben in die zusammengeführten Spannbacken eingelegt und mit Hilfe des Motors kraftgeregelt auf eine Vorspannung von 20 MPa gebracht. Bei besonders dünnen Proben wurde die Vorspannung auf bis zu 80 MPa erhöht, da sonst der Signal-Rauschabstand für die Kraftregelung zu gering war. Nach dem Spannen wurden alle Proben wegkontrolliert bis zum Bruch belastet. Die Verfahrgeschwindigkeit betrug 10^{-4} mm/s, was bei dieser Probengeometrie einer Dehnrates von $1E-4$ 1/s entspricht. Während der Versuche lief eine kontinuierliche Kraft- und Bildaufnahme ab. Dabei wurde sowohl jeder Kraftwert, als auch jedes Bild mit einem exakten Zeitstempel versehen. Die Kraftaufnahme erfolgte mit 100 Hz, die Bildaufnahme mit 1-1,5 Hz.

4.5.3 Mikro-Biegeversuche

An allen Balkentypen wurden sowohl Be- als auch Be- und Entlastungsversuche durchgeführt. Bei den Belastungsversuchen wurden die Balken bis zum Bruch, oder zu einer definierten Indenter-verschiebung belastet. Dabei wurden sowohl Versuche mit kon-

stanter Lastrate als auch Versuche mit konstanter Verschiebungsrate durchgeführt.

Bei den kraftkontrollierten Belastungsversuchen, wurden die Balken mit einer Lastrate von 0,001 mN/s bis zu einer vorgegebenen Maximalverschiebung belastet. Die so erreichte Last wurde daraufhin für 10 s gehalten, anschließend wurden die Balken mit einer Lastrate von 1 mN/s entlastet.

Die verschiebungskontrollierten Belastungsversuche erfolgten bei einer vorgegebenen, konstanten Geschwindigkeit im Bereich von 20 nm/s bis 50 nm/s. Beim Erreichen einer zuvor definierten, maximalen Verschiebung oder im Falle des Bruchs, wurde direkt kraftkontrolliert mit einer Lastrate von 1 mN/s entlastet.

Bei den Be- und Entlastungsversuchen erfolgten die Belastungen verschiebungskontrolliert mit einer Geschwindigkeit von 20 nm/s bis 50 nm/s. Die Entlastungen erfolgten kraftkontrolliert mit einer konstanten Lastrate von 0,5 mN/s bis 2 mN/s. Entlastet wurde immer bis auf 50% der maximalen Last des vorherigen Belastungssegments. Nach Erreichen einer vorgegebenen Anzahl von Be- und Entlastungen oder nach dem Bruch des Balkens wurde vollständig mit einer Lastrate von 1 mN/s entlastet.

4.6 Versuchsauswertung

4.6.1 Mikro-Zugversuche

Die technischen Spannungen wurden anhand des gemessenen Ausgangsquerschnitts aus den gemessenen Kraftwerten berechnet. Die Dehnungen wurden mit Hilfe von Matlab R2012a und dem dafür entwickelten Bildkorrelations-Code von Eberl [134] bestimmt. Dabei wird die Verschiebung von zwei virtuellen Rasterfeldern ermittelt, die jeweils am Ende der Messstrecke aufgebracht sind. Aus den Verschiebungsdaten lässt sich die aktuelle Längenänderung der Probe bestimmen. Bezogen auf die Anfangslänge wurde so die technische Dehnung für jedes Bild bestimmt. Über den Zeitstempel wurden die Bild- und Kraftdaten synchronisiert.

4.6.2 Mikro-Biegeversuche

Der Spannungsintensitätsfaktor K_I wurde, bei allen rechteckigen Balkenquerschnitten, nach Murakamis [135] Ansatz für einseitig gekerbte Biegeproben unter reiner Biegebelastung berechnet:

$$K_I = \frac{6Fl}{BW^2} \sqrt{\pi a} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (4.1)$$

Dabei ist F die angreifende Kraft, l der Hebelarm. B und W bezeichnen die Breite bzw. Höhe und a die Risslänge. Die Formfunktion $f\left(\frac{a}{W}\right)$ ist durch die Gleichung:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = C_0 + C_1\left(\frac{a}{W}\right) + C_2\left(\frac{a}{W}\right)^2 + C_3\left(\frac{a}{W}\right)^3 + \left(\frac{a}{W}\right)^4 \quad (4.2)$$

gegeben. Zur Bestimmung der spezifischen Parameter C_0 bis C_4 wurden numerische Simulationen von Bohnert [1] durchgeführt. In Tabelle 4.2 sind die dabei ermittelten Werte für die Mikrobalken mit gerader Kerbfront aufgeführt.

Tabelle 4.2

Spezifische Parameter für die verwendete Formfunktion nach numerischen Simulationen von Bohnert [1].

C_0	C_1	C_2	C_3	C_4
1,05	-1,14	5,60	-9,33	10,92

Zwischen den Spannungsintensitäten der geraden Kerbform K_{GK} und der Chevron-Kerbe K_{CK} gibt es einen geometrischen Zusammenhang. Nach Munz et al. [136] gilt für den Bereich der Chevron-Kerbe:

$$K_{CK} = K_{GK} \left(\frac{B}{B'} \right)^{1/2} \quad \text{bzw.} \quad (4.3)$$

$$f \left(\frac{a}{W} \right)_{CK} = f \left(\frac{a}{W} \right)_{GK} \left(\frac{B}{B'} \right)^{1/2}$$

mit den in Abbildung 4.14 dargestellten geometrischen Parametern. Die Belastungsversuche wurden nach der LEBM und der EPBM ausgewertet. Für die LEBM wurde wie in Kapitel 2.2.1.2 beschrieben die Kraft F_Q mit der 95% Sekantensteigung bestimmt. Die so bestimmten Bruchwerte werden mit $K_{Q,LEBM}$ bezeichnet. Oftmals kam es während der Versuche zu einer Ausbildung eines Kraftplateaus bis hin zum Bruch. Dabei wurde mit dem Kraftwert des Plateaus und der Kerbtiefe bzw. der Risslänge nach Durchlaufen der Chevron-Kerbe, ein Bruchzähigkeitswert bestimmt. Dieser wird im Folgendem mit $K_{Q,LEBM,PL}$ bezeichnet. Simulationen von Bohnert [1] zu den Be- und Entlastungsversuchen, siehe Abbildung 2.8 an Balken mit Chevron-Kerben ergaben, dass nach Überschreiten der Maximallast bei einem ca. 15%-igen bzw. ca.

6%-igen Kraftabfall die Rissfront den Bereich der Chevron-Kerbe, für das $\{110\}\{1\bar{1}0\}$ bzw. $\{100\}\{011\}$ -Bruchsystem durchlaufen hat. Die dementsprechend berechneten Werte werden mit $K_{Q,LEBM,15\%}$ bzw. $K_{Q,LEBM,6\%}$ bezeichnet. Werte, welche wie in Kapitel 2.2.1.2 beschrieben, mit der Gleichung (2.14) und (2.11) der EPBM bestimmt wurden, werden im folgendem mit $K_{Q,EPBM}$ bezeichnet.

Bei den Be- und Entlastungsversuche wurde aus der Balkensteifigkeit der einzelnen Entlastungssegmente eine Rissverlängerung berechnet. Der dafür benötigte Zusammenhang des Risstiefenverhältnisses a/W und der prozentualen Steifigkeit $k_{\%}$ wurde von Bohnert [1] mittels numerischer Studien für, ein a_1/W Verhältnis von 0,25, ermittelt und ist durch die Gleichung:

$$k_{\%} = 100 + 23,2 \left(\frac{a}{W}\right) - 533 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 478 \left(\frac{a}{W}\right)^3 \quad (4.4)$$

wiedergegeben.

Da die Chevron-Kerbe keine geradlinige Form hat, muss die so bestimmte Risslänge a nach Bohnert [1] noch angepasst werden, um die „effektive“ Bruchfläche im Bereich der Chevron-Kerbe zu berücksichtigen. Die geometrischen Gegebenheiten sind in Abbildung 4.14 verdeutlicht. Für die Bestimmung des Rissfortschrittes Δa muss dementsprechend die durch:

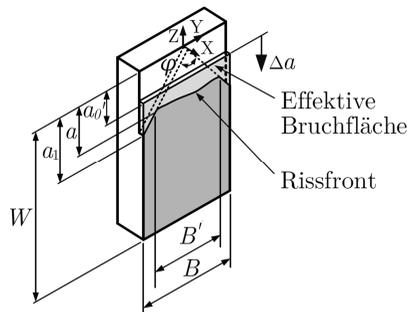


Abbildung 4.14

Darstellung der effektiven Bruchfläche am Querschnitt durch einen Chevron-Kerbe nach Bohnert [1].

$$\begin{aligned} \Delta a &= \frac{a^2}{2a_1} & , \text{ für } & \frac{a}{W} \leq \frac{a_1}{W} \\ \Delta a &= a - \frac{a_1}{2} & , \text{ für } & \frac{a}{W} > \frac{a_1}{W} \end{aligned} \quad (4.5)$$

angegebene Korrektur durchgeführt werden.

Aus den berechneten Risslängen kann nach Gleichung (2.14) nach der EPBM für jede Entlastung ein J -Wert berechnet und somit eine J_R -Kurve aufgestellt werden. Der kritische J_c -Wert wird über eine leicht modifizierte Version der ASTM E1820 [41] Methode bestimmt. Wie in Kapitel 2.2.1.2 beschrieben wird die sogenannte Blunting-Line um einen Standardwert von 0,2mm verschoben und der Schnittpunkt mit der J_R -Kurve als kritischer J_c -Wert ausgegeben. Da diese Methode für die Makroskala ausgelegt ist, wurde sie von Bohnert [1] auf die Mikroskala angepasst. Dabei wird die Rissabstumpfung direkt aus den REM-Aufnahmen der Balken bestimmt und die Blunting-Line um diesen Wert verschoben. Die Bruchzähigkeit kann anschließend über Gleichung (2.11) bestimmt werden. Die nach dieser Methode bestimmten Werte werden $J_{Q,EPBM,CTOD}$ bzw. $K_{Q,EPBM,CTOD}$ genannt.

Für die Berechnung der Bruchkennwerte der Mikro-Balken mit dreieckigem Querschnitt wurde analog zur Auswertung von Bechtle et al. [133] vorgegangen. Die Bruchzähigkeit wird dabei nach der LEBM mit Gleichung (2.4) berechnet. Die Biegespannung σ_b berechnet sich dabei mit:

$$\sigma_b = 12 \frac{FL}{BW^2} \quad (4.6)$$

Die Formfunktion $f\left(\frac{a}{W}\right)$ muss zusätzlich an die spezielle Form der Balken angepasst werden. Nach Bechtle et al. [133] gilt für ein Verhältnis von $d/W \geq 0,65$ und $0 \leq a/W \leq 0,15$ der in folgender Gleichung dargestellte Zusammenhang zwischen rechteckigem und dreieckigem Balkenquerschnitt:

$$f\left(\frac{a}{W}\right)_{\nabla} \cong f\left(\frac{a}{W}\right)_{rect} \left(1 + 0,87\left(\frac{a}{W}\right)\right) \quad (4.7)$$

Dabei steht d für den Abstand der Kerbe bzw. Korngrenze zum festen Ende des Balkens.

5 Ergebnisse der Mikro-Zugversuche

Um das richtungsabhängige mechanische Verhalten von Wolfram auf der Mikroskala zu charakterisieren, wurden Mikro-Zugversuche an unterschiedlich orientierten einkristallinen Proben durchgeführt. Dabei wurden vier verschiedene Kristallorientierungen getestet. Die experimentelle Durchführung, sowie die Versuchsauswertung dieser Versuche sind in Kapitel 4 dokumentiert.

In Abbildung 5.1 und Abbildung 5.4 sind die Spannungs-Dehnungskurven aller Versuche, getrennt nach Orientierungen, gezeigt. In Abbildung 5.2, Abbildung 5.3, Abbildung 5.5 und Abbildung 5.6 finden sich zugehörige *in situ*- und Bruchflächenaufnahmen von je einer Probe jeder Orientierung. Dabei zeigt Teilbild a jeweils den Ausgangszustand und Teilbild b die letzte Aufnahme vor dem Bruch.

Abbildung 5.1 a zeigt die Spannungs-Dehnungskurven der $\langle 001 \rangle$ -Richtung. Alle Kurven zeigen einen fließenden Übergang vom elastischen in den elastisch-plastischen-Bereich. Die Ersatzdehngrenze $R_{p0,2}$ liegt im Mittel bei ≈ 360 MPa. Bis zum Erreichen der Zugfestigkeit tritt eine sehr starke Verfestigung auf. Nach dem Überschreiten der Zugfestigkeit, die im Mittel bei ≈ 1036 MPa liegt, kommt es zu einem leichten Spannungsabfall. Abbildung 5.2 zeigt zugehörige Mikroskop-Aufnahmen am Beispiel der Probe Z304. Passend zur Kraft-Verschiebungskurve sind in den Aufnahmen der Probenober- und Bruchfläche nur sehr leichte Einschnürungen zu erkennen. Im Bereich der linken Probenkante können in Abbildung 5.2 b Gleitlinien, welche sich in einem Winkel von ca. 45° zur Zugachse ausgebildet haben, beobachtet werden.

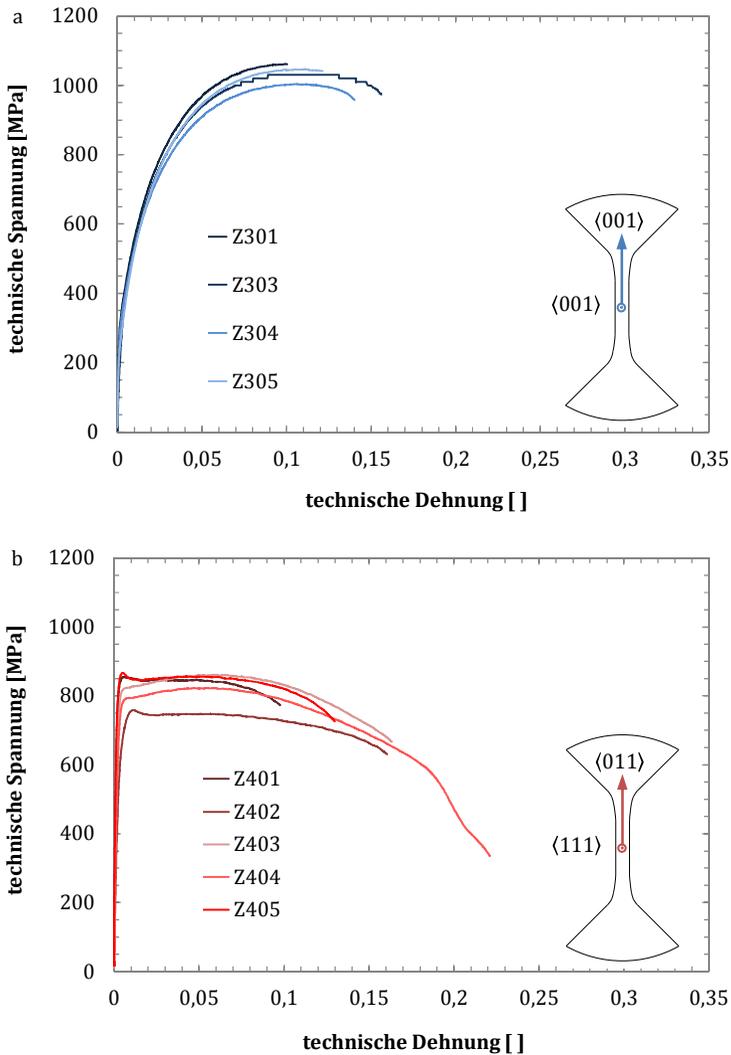


Abbildung 5.1

Technische Spannungs-Dehnungskurven der einkristallinen Wolfram Mikro-Zugproben.

- a) Zugrichtung entlang der $\langle 001 \rangle$ -Kristallrichtung.
- b) Zugrichtung entlang der $\langle 011 \rangle$ -Kristallrichtung.

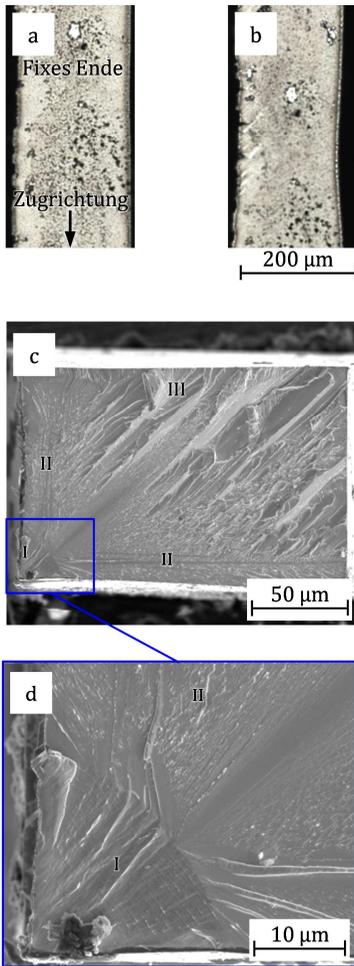


Abbildung 5.2

Lichtmikroskopische Aufnahmen der $\langle 001 \rangle$ Probe Z304, bei Versuchsbeginn (a) und unmittelbar vor dem Bruch (b). REM-Aufnahmen der Bruchfläche (c und d) zeigen drei strukturell unterschiedliche Bereiche (I, II und III).

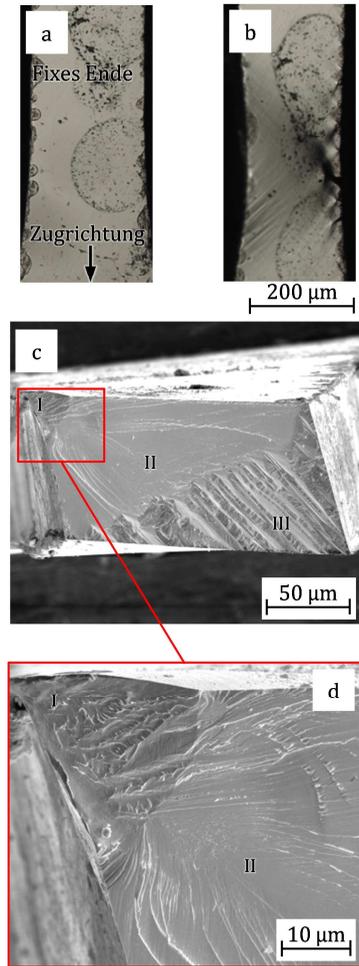


Abbildung 5.3

Lichtmikroskopische Aufnahmen der $\langle 011 \rangle$ Probe Z403, bei Versuchsbeginn (a) und unmittelbar vor dem Bruch (b). REM-Aufnahmen der Bruchfläche (c und d) zeigen drei strukturell unterschiedliche Bereich (I, II und III).

Auf den in Abbildung 5.2 c und d gezeigten Bruchflächen sind drei strukturell unterschiedliche Bereiche erkennbar. Im Bereich I wurde der Riss in der linken unteren Ecke initiiert. In diesem Bereich sind feine, zur Rissausbreitungsrichtung waagrecht verlaufende Linien erkennbar. Zusätzlich sind parallel zur Rissausbreitung ausgerichtet River Lines zu sehen. Der Übergang zu Bereich II ist durch eine markante Linie auf der Bruchfläche gekennzeichnet. Daneben weist auch der Knick in den River Lines auf diesen Übergang hin. Bereich II ist weitestgehend eben. Im Detail sind jedoch viele Rauheiten, welche auf plastische Verformung schließen lassen, auf der Bruchfläche zu erkennen. Der Übergang zu Bereich III ist fließend, allerdings wirkt Bereich III dabei deutlich zerklüfteter. Hier zeigen sich sowohl von River Lines durchzogene Spaltflächen, als auch aufgeraute Bereiche, die auf plastische Verformung hinweisen.

Die Spannungs-Dehnungskurven der $\langle 011 \rangle$ -Orientierung sind in Abbildung 5.1 b gezeigt. Alle Kurven zeigen eine ausgeprägte Streckgrenze. Die Verfestigung ist bei allen Kurven recht gering, wodurch die mittlere Zugfestigkeit von ≈ 830 MPa bei einigen Kurven mit der oberen Streckgrenze zusammenfällt. Nach dem Überschreiten der Zugfestigkeit setzt bei allen Proben ein unterschiedlich stark ausgeprägter Spannungsabfall ein. In Abbildung 5.3 sind die zugehörigen Mikroskopaufnahmen der Probe Z403 abgebildet. Die lichtmikroskopischen *in situ* Aufnahme der Probenoberfläche aus Abbildung 5.3 b zeigt eine leichte Einschnürung der Probe. Des Weiteren können an beiden Kanten der Probe unter ca. 55° zur Zugachse stehende, feine Gleitlinien beobachtet werden. An der rechten Seitenfläche sind zudem mehrere kleine Risse und ein markanter Riss erkennbar, von welchen vermutlich das instabile Risswachstum ausging. Auf der Bruchfläche aus Abbildung 5.3 c sind wiederum drei strukturell unterschiedliche Bereiche erkennbar. Die linke obere Ecke von Bereich I war der Rissausgangspunkt. Davon ausgehend zeigen sich stark verformte, raue Texturen und River Lines. Bereich II ist deutlich ebener und

ebenfalls von River Lines durchzogen. Bereich III grenzt sich mit seinen terrassenförmigen Spaltflächen deutlich ab.

Abbildung 5.4 a zeigt die Spannungs-Dehnungskurven der $\langle 111 \rangle$ -Richtung. Die Ersatzdehngrenze $R_{p0,2}$ liegt im Mittel bei ≈ 665 MPa. Nach dem Überschreiten der Dehngrenze zeigen alle Kurven eine deutliche Verfestigung. Die Zugfestigkeit liegt im Mittel bei ≈ 975 MPa. Im Anschluss an die Zugfestigkeit kommt es zu einem sehr unterschiedlich stark ausgeprägten Spannungsabfall. Abbildung 5.5 zeigt mikroskopische Aufnahmen der zugehörigen Probe Z202. Dabei ist in Abbildung 5.5 b eine leichte Einschnürung sichtbar. Die Probenoberfläche hat sich während des Versuches deutlich aufgeraut, markante Gleitlinien sind jedoch nicht zu sehen. An der linken Probenkante sind aber feine Risse erkennbar. Die Bruchfläche aus Abbildung 5.5 c und d unterteilt sich in zwei markante Bereiche. Bereich I kennzeichnet den Rissausgangspunkt in der rechten, oberen Ecke. Danach schließt sich Bereich II an, der durch große Spaltfacetten gekennzeichnet ist, welche von vielen, feinen River Lines durchzogen sind.

In Abbildung 5.4 b sind die Spannungs-Dehnungskurven der $\langle 123 \rangle$ -Orientierung gezeigt. Auch hier erfolgt der Übergang vom elastischen in den elastisch-plastischen Bereich fließend. Die Ersatzdehngrenze $R_{p0,2}$ liegt im Mittel bei ≈ 720 MPa. Bis zum Erreichen der Zugfestigkeit, die im Mittel ≈ 980 MPa beträgt, zeigen alle Kurven eine deutliche Verfestigung. Nach dem Überschreiten der Zugfestigkeit, setzt ein deutlicher Spannungsabfall ein. Abbildung 5.6 zeigt Mikroskopaufnahmen der Probe Z505. Abbildung 5.6 b zeigt eine deutliche Einschnürung. Zudem hat sich die Oberfläche dieser Probe während des Versuches stark aufgeraut und zeigt deutlich ausgeprägte, unter ca. 40° zur Zugrichtung stehende Gleitlinien.

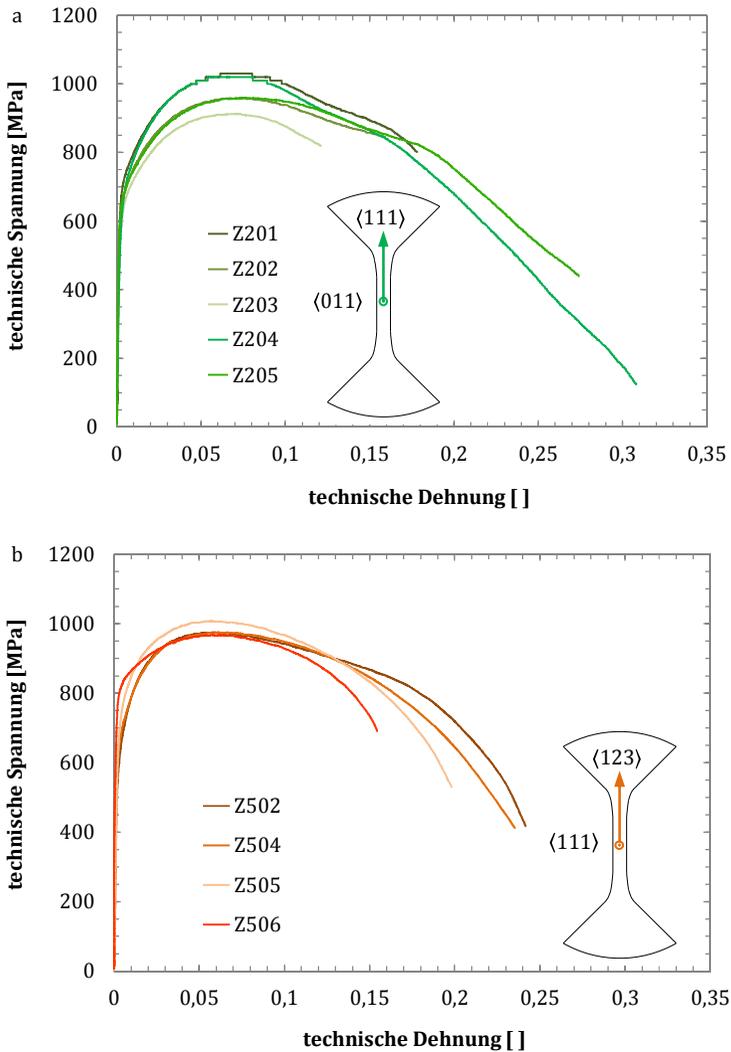


Abbildung 5.4

Technische Spannungs-Dehnungskurven der einkristallinen Wolfram Mikro-Zugproben.

- a) Zugrichtung entlang der $\langle 111 \rangle$ -Kristallrichtung.
- b) Zugrichtung entlang der $\langle 123 \rangle$ -Kristallrichtung.

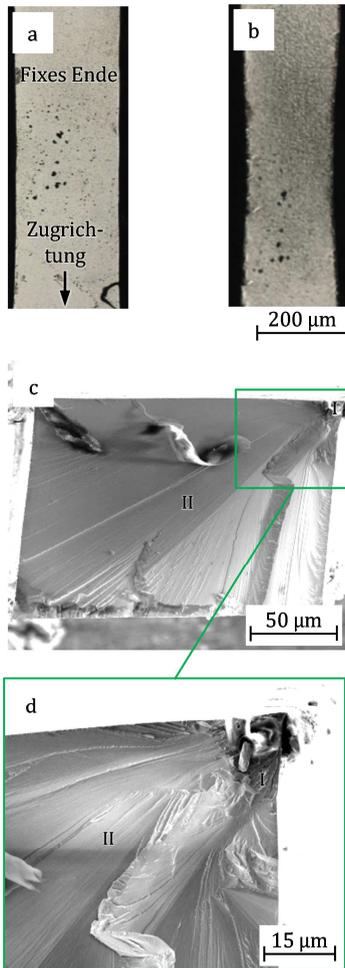


Abbildung 5.5

Lichtmikroskopische Aufnahmen der $\langle 111 \rangle$ Probe Z202, bei Versuchsbeginn (a) und unmittelbar vor dem Bruch (b). REM-Aufnahmen der Bruchfläche (c und d) zeigen zwei strukturell unterschiedliche Bereiche (I und II).

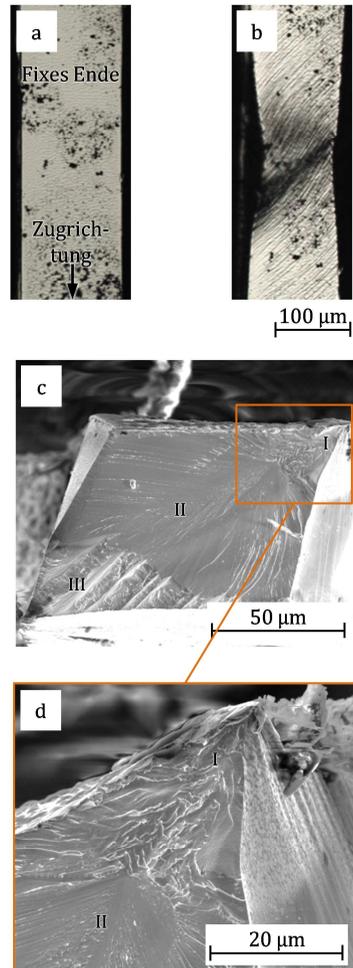


Abbildung 5.6

Lichtmikroskopische Aufnahmen der $\langle 123 \rangle$ Probe Z505, bei Versuchsbeginn (a) und unmittelbar vor dem Bruch (b). REM-Aufnahmen der Bruchfläche (c und d) zeigen drei strukturell unterschiedliche Bereiche (I, II und III).

Die in Abbildung 5.6 c gezeigte Bruchfläche gliedert sich in drei strukturell unterschiedliche Bereiche. Bereich I kennzeichnet die Rissinitiierung. In diesem relativ rauen Bereich sind V-förmig zusammenlaufende River Lines erkennbar. Bereich II ist weniger rau, aber immer noch von feinen River Lines durchzogen. Sie verlaufen in einem Winkel von circa 45° zur Rissausbreitungsrichtung. Der Übergang zu Bereich III ist sehr markant. Hier sind von River Lines durchzogene, terrassenförmig angeordnete Spaltfacetten sichtbar. Zwischen den Spaltfacetten zeigen sich massiv verformte Bereiche.

In Tabelle 5.1 sind die gemittelten mechanischen Kennwerte mit den jeweiligen Standardabweichungen für alle Zugversuche zusammengefasst. Zusätzlich ist in Abbildung 5.7 jeweils eine repräsentative Spannungs-Dehnungskurve jeder getesteten Orientierung der Mikro-Zugversuche dargestellt.

Tabelle 5.1

Gemittelte Kennwerte aus den Zugversuchen an einkristallinen Wolframproben mit den Richtungen $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ und $\langle 123 \rangle$ in Zugrichtung.

	Kennwert	Mittelwert	Std. Abw.
$\langle 001 \rangle$	Zugfestigkeit	1035,67 MPa	21,31 MPa
	Dehngrenze $R_{P0,2}$	362,25 MPa	29,78 MPa
	Bruchdehnung	0,12	0,02
$\langle 011 \rangle$	Zugfestigkeit	833,05 MPa	40,25 MPa
	Dehngrenze $R_{P0,2}$	784,60 MPa	75,15 MPa
	Obere Streckgrenze	823 MPa	45,15 MPa
	Bruchdehnung	0,15	0,04
$\langle 111 \rangle$	Zugfestigkeit	976,20 MPa	43,57 MPa
	Dehngrenze $R_{P0,2}$	664,60 MPa	26,48 MPa
	Bruchdehnung	0,22	0,09
$\langle 123 \rangle$	Zugfestigkeit	981,42 MPa	15,33 MPa
	Dehngrenze $R_{P0,2}$	717,00 MPa	66,93 MPa
	Bruchdehnung	0,21	0,04

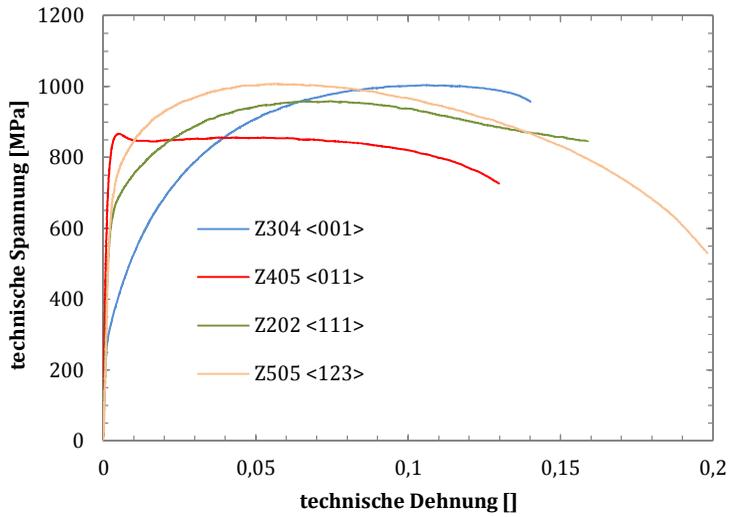


Abbildung 5.7

Vergleich der Spannungs-Dehnungskurven. Für die getesteten [001]-, [011]-, [111]- und [123]-Richtungen ist jeweils eine repräsentative Spannungs-Dehnungskurve dargestellt.

6 Ergebnisse der Mikro-Biegeversuche

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Mikro-Biegeversuche vorgestellt. Begonnen wird mit den Versuchen an den einkristallinen Balken. Anschließend folgen die Ergebnisse der bi- und polykristallinen Balken. Die jeweiligen Versuchsaufbauten und die verwendeten Testmethoden sind in Kapitel 4.4.2 und 4.5.3 beschrieben.

6.1 Einkristalline Balken

Um den Einfluss der Kristallorientierung auf das Bruchverhalten zu untersuchen, wurden Biegeversuche an einkristallinen Mikro-Proben durchgeführt. Hier wird zunächst auf das $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Bruchsystem, welches *ex situ* untersucht wurde, eingegangen. Anschließend werden die *in situ* Versuche an den $\{110\}\langle 001\rangle$ - und $\{100\}\langle 011\rangle$ -Bruchsystemen vorgestellt. Dabei gibt die erste Klammer $\{\bullet\}$ die Bruchebene und die zweite Klammer $\langle \bullet \rangle$ die Rissausbreitungsrichtung der Bruchsysteme an.

Bei der Interpretation der Ergebnisse ist es wichtig zu berücksichtigen, dass die *in situ* Versuche an einer kleineren Balkengeometrie durchgeführt worden sind. Dies kann zu Größeneffekten wie zu einem plastischerem Materialverhalten führen. Hierbei wird auf Kapitel 7.5 verwiesen in welchen mögliche Größeneinflüsse diskutiert werden. Um einen Eindruck über die verschiedenen Balkenabmessungen zu bekommen sind diese jeweils bei den entsprechenden Balken mit angegeben.

6.1.1 Mikro-Biegeversuche am $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Bruchsystem

Für die Biegeversuche am $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Bruchsystem wurden drei verschiedene Arten von Versuchen durchgeführt, die im Folgenden getrennt aufgeführt werden.

6.1.1.1 Kraftkontrollierte Biegeversuche

In Abbildung 6.1 sind die Kraft-Verschiebungskurven der Balken mit gerader Kerbe abgebildet, Balken Einkr. B1 konnte während des Versuchs nicht vollständig zu Bruch gebracht werden. Balken Einkr. B2 brach dagegen. Die Abmessungen der Balken sind in Tabelle 6.1 aufgeführt. Die Verschiebungsrate dieses Balkens ist bezüglich der zweiten Ordinate aufgetragen.

Beide Kraft-Verschiebungskurven zeigen ein sehr ähnliches mechanisches Verhalten. Der Übergang vom elastischen in den elastisch-plastischen Bereich ist fließend. Anschließend ist eine deutliche Verfestigung zu sehen. Auffällig ist der massive Sprunge in der Verschiebung während des kraftkonstanten Haltesegments, dieses Verhalten wurde durch die rot gestrichelte Linie verdeutlicht. Die Verschiebungsrate von Balken Einkr. B2 zeigt im elastischen Bereich (bis ca. $4 \mu\text{m}$ Verschiebung) ein

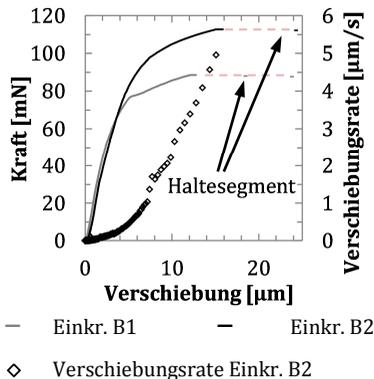


Abbildung 6.1

Kraft-Verschiebungskurven der Balken Einkr. B1 und B2 mit geradem Kerb und einem $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Bruchsystem. Die offenen Symbole geben die Verschiebungsrate von Balken Einkr. B2 wieder. Es kommt zu einer starken Zunahme der Verschiebung während des kraftkonstanten Haltesegments. Das Haltesegment ist durch die gestrichelte Linie gekennzeichnet, diese gibt keine Datenpunkte wieder.

lineares Verhalten. Ab dem elastisch-plastischen Bereich nimmt sie stärker zu und wächst bis zum Haltesegment stark an.

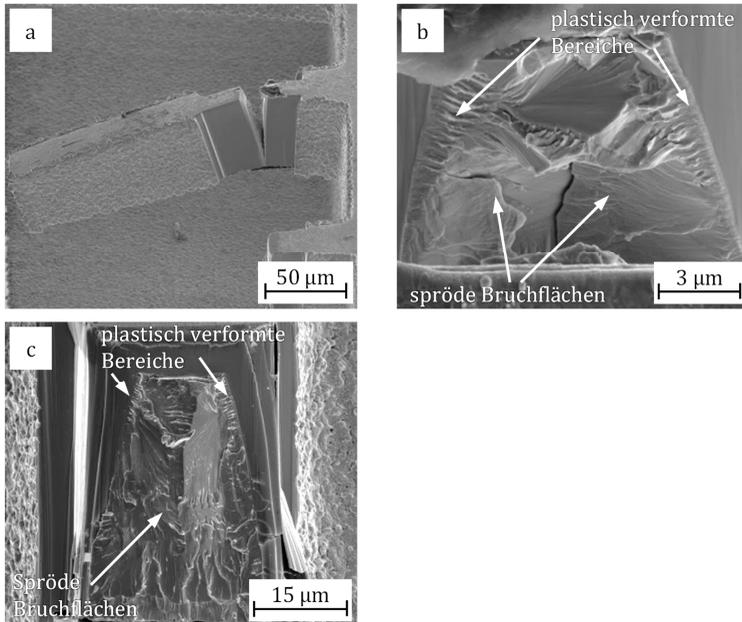


Abbildung 6.2

REM-Aufnahmen der getesteten einkristallinen Balken Einkr. B1 und Einkr. B2 mit $\{110\}\{1\bar{1}0\}$ -Bruchsystem und geradem Kerb.

- Rissfortschritt in Balken Einkr. B1 nach dem Test. Der Balken ist nicht vollständig gebrochen.
- Teilansicht der Bruchfläche Balken Einkr. B1. Da der Balken nicht vollständig brach, ist nur eine gekippt Ansicht in den Riss möglich. Es sind Merkmale von plastischem und sprödem Verhalten zu sehen. Dabei trat die plastische Verformung vor allem am Rand der Kerbe auf.
- Frontalansicht der gesamten Bruchfläche des Balken Einkr. B2. Es sind Merkmale von plastischen und sprödem Verhalten zu sehen. Die plastische Verformung trat vor allem am Rand der Kerbe auf.

In Abbildung 6.2 sind nach den Versuchen aufgenommene REM-Aufnahmen der Balken bzw. der Bruchflächen abgebildet. Abbildung 6.2 a und b zeigen Balken Einkr. B1. In Abbildung 6.2 a ist deutlich ein Riss, welcher nahezu den kompletten Balken durch-

trennt, zu erkennen. Abbildung 6.2 b zeigt eine Aufnahme der Rissöffnung bzw. der Bruchfläche. Abbildung 6.2 c zeigt die Bruchfläche des Balken Einkr. B2. Obwohl die Kraft-Verschiebungskurven ein recht duktilen Verhalten suggerieren, finden sich auf beiden Bruchflächen hauptsächlich Anzeichen für ein sprödes Versagen. An den Rändern der Kerben finden sich plastisch verformte Bereiche, doch der flächenmäßig dominierende Anteil der Bruchfläche zeigt eher glatte Flächen, mit den für sprödes Verhalten typischen River Lines. Die Versuche wurden gemäß Kapitel 4.6.2 ausgewertet. In Tabelle 6.1 sind die wichtigsten geometrischen Größen und in Tabelle 6.2 die Bruchkennwerte zusammengefasst.

Tabelle 6.1

Probenabmessungen der einkristallinen Biegebalken Einkr. B1 und B2.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Kerbtiefe [μm]	Verhältnis Kerbtiefe/ Höhe	Hebelarm [μm]
Einkr. B1	20,0	48,0	7,0	0,15	120,0
Einkr. B2	30,0	47,0	8,4	0,18	120,0

Tabelle 6.2

Ermittelte Bruchkennwertwerte aus den Biegeversuchen an Mikro-Biegebalken mit $\{110\}\{1\bar{1}0\}$ -Bruchsystem und geradem Kerb.

	$K_{Q,LEBM}$	$K_{Q,LEBM,PL}$	$K_{Q,EPBM}$
Einkr. B1	2,6 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	6,7 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	27,4 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
Einkr. B2	1,9 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	6,6 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	18,8 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

6.1.1.2 Verschiebungskontrollierte Biegeversuche

In Abbildung 6.3 sind drei Kraft-Verschiebungskurven der verschiebungskontrollierten Biegeversuche an einkristallinen Balken mit Chevron-Kerbe gezeigt. Alle Kurven zeigen ein sehr ähnliches mechanisches Verhalten, mit einem sehr weichen Übergang vom elastischen in den elastisch-plastischen Bereich. Im elastisch-plastischen Bereich kommt es bei allen Proben zur Ausbildung eines Kraftplateaus. Dabei blieb die Kraft bei zunehmender Verschiebung bis zum Bruch hin konstant. Die auf der rechten Ordinate des Diagramms aufgetragene Verschiebungsgeschwindigkeit bleibt entsprechend der Vorgabe zunächst konstant. Kurz vor dem Bruch kommt es jedoch zu einem plötzlichen Anstieg, ab diesem Punkt wird einsetzendes instabiles Risswachstum angenommen.

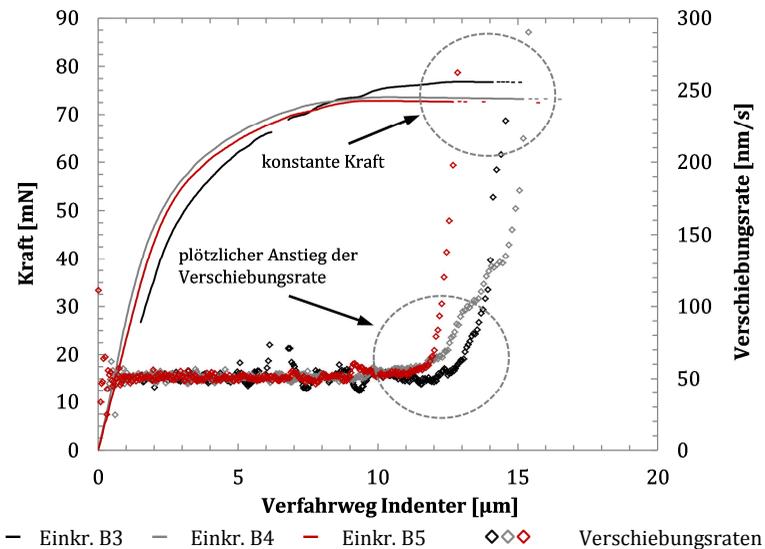


Abbildung 6.3

Kraft-Verschiebungskurven der Balken Einkr. B3, B4 und B5 mit $\{110\}\langle\bar{1}\bar{1}0\rangle$ -Rissystem und Chevron-Kerbe. Zusätzlich ist die Verschiebungsgeschwindigkeit aufgetragen. Bei allen Versuchen stellt sich nach anfänglicher Verfestigung eine konstante Kraft mit zunehmender Verschiebung ein. Ein plötzlicher Anstieg der Verschiebungsgeschwindigkeit ist kurz vor dem Bruch bei allen Balken beobachtbar.

REM-Aufnahmen der Bruchflächen dieser Balken sind in Abbildung 6.4 zu sehen. Bei allen Bruchflächen sind grundsätzlich drei unterschiedlich ausgeprägte Strukturen zu erkennen. Ausgehend von der Oberseite ist zunächst der von der Chevron-Kerbe beeinflusste Bereich I zu erkennen. In Abbildung 6.4 c ist dieser exemplarisch durch die gestrichelten blauen Linie verdeutlicht. Der Bereich ist relativ rau und mit feinen waagrechten Linien (senkrecht zur Rissausbreitungsrichtung) durchzogen. Anschließend folgt der relativ ebene Bereich II, welcher bis zu der in Abbildung 6.4 c eingezeichneten roten Linie reicht. Es erscheint als würde der Riss nur auf einer Bruchebene laufen. Es sind keine Sprünge oder Richtungsänderungen im Rissverlauf ersichtlich. Dabei sind jedoch Rauheiten welche auf plastische Verformung deuten lassen auf der Fläche zu erkennen. Zusätzlich zeigen sich feine fächerförmige Linien, die von der Chevron-Kerbe ausgehen. Bereich III erscheint rauer. Hier sind wieder waagrechte Linien und stärker ausgeprägte River Lines zu erkennen. Bei allen Bruchflächen zeigen sich an den Übergängen markante Linien. Des Weiteren finden sich in den Randbereichen plastisch verformte Zonen, was an der leichten Einschnürung zu erkennen ist. Sie sind in Teilbild d mit Pfeilen markiert. Diese Stellen könnten Aufschluss über den Beginn des instabilen Risswachstums geben. Für die Berechnungen wurde die durch die blaue Linie markierte Risslänge angenommen.

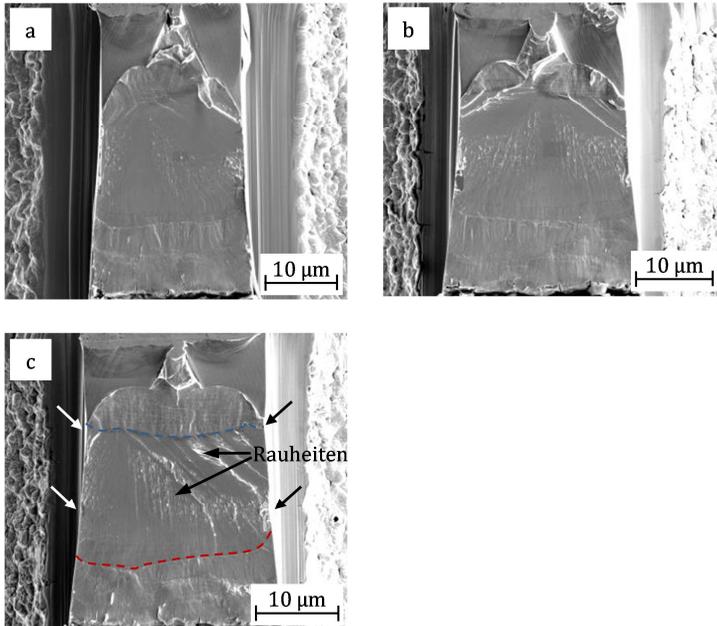


Abbildung 6.4

REM-Aufnahmen der Bruchflächen der einkristallinen Balken Einkr. B3, B4 und B5 mit Chevron-Kerbe und $\{110\}\{1\bar{1}0\}$ -Rissystem. Es sind drei strukturell verschiedene Bereiche auf allen Bruchflächen ersichtlich. In Teilbild c sind diese exemplarisch durch die blaue und rote Linie verdeutlicht. Die Pfeile weisen auf leichte Einschnürungen auf der Seitenfläche hin.

- Frontalansicht der Bruchfläche des Balken Einkr. B3.
- Frontalansicht der Bruchfläche des Balken Einkr. B4.
- Frontalansicht der Bruchfläche des Balken Einkr. B5. Die Linien geben mögliche Risslängen für die Berechnung der Bruchzähigkeit an. Dabei wurde bei diesen Berechnungen die Risslänge welche durch die blaue Linie markiert ist angenommen.

Die Probenabmessungen sind in Tabelle 6.6 und die berechneten Bruchkennwerte in Tabelle 6.4 zusammengefasst.

Tabelle 6.3

Probenabmessungen der einkristallinen Biegebalken Einkr. B3, B4 und B5.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Kerbtiefe [μm]	Verhältnis Kerbtiefe/ Höhe	Hebelarm [μm]
Einkr. B3	21,1	39,0	12,4	0,32	110,0
Einkr. B4	23,8	37,2	10,6	0,28	110,0
Einkr. B5	24,6	36,0	11,0	0,31	110,0

Tabelle 6.4Ermittelte Bruchkennwertwerte aus den Biegeversuchen an Mikro-Biegebalken mit $\{110\}\{1\bar{1}0\}$ -Bruchsystem und Chevron-Kerbe.

	$K_{Q,LEBM}$	$K_{Q,LEBM,PL}$	$K_{Q,EPBM}$
Einkr. B3	4,1 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	9,1 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	29,2 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
Einkr. B4	2,9 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	8,8 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	29 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
Einkr. B5	3,5 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	9,3 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	26 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

6.1.1.3 Be- und Entlastungsversuche

Abbildung 6.5 zeigt die Kraft-Verschiebungskurve von einem Be- und Entlastungsversuch. Getestet wurde der Mikro-Balken Einkr. B6 mit Chevron-Kerbe, welcher während des Versuchs nicht gebrochen ist. Die Verschiebungsrate blieb über den gesamten Versuch hinweg konstant. Die roten Datenpunkte geben die aus dem jeweiligen Entlastungssegment gemessene Steifigkeit des Balkens wieder. Es können drei Bereiche unterschieden werden: Im elastischen Bereich bleibt die Steifigkeit nahezu konstant. Im elastisch-plastischen Bereich nimmt die Steifigkeit stetig mit zunehmender Verschiebung ab. Ab dem Knick in der Kraft-

Verschiebungskurve, welcher mit einem Kraftabfall einhergeht, sinkt die Steifigkeit weiterhin fast linear jedoch stärker als zuvor.

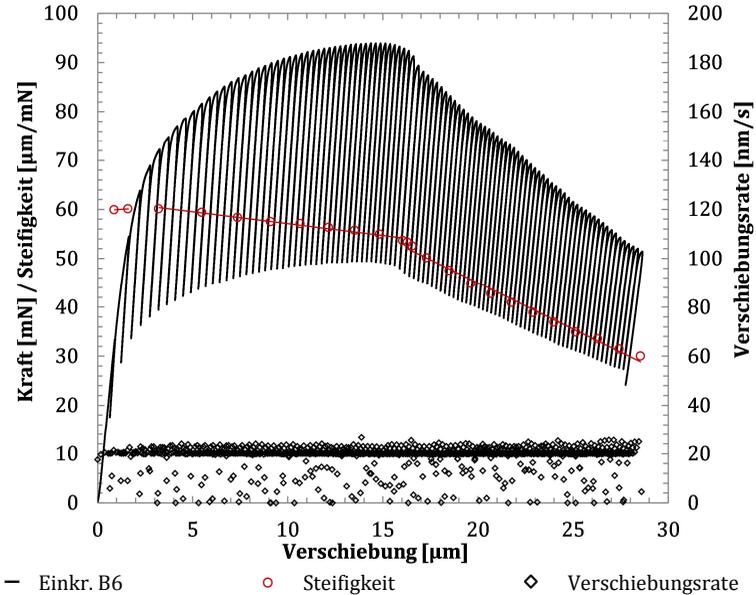


Abbildung 6.5

Kraft-Verschiebungskurve des einkristallinen Wolframbalkens Einkr. B6 mit $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Rissystem und Chevron-Kerbe. Der Balken wurde kontinuierlich be- und entlastet. Die Verschiebungsrate ist über den gesamten Versuch konstant. Die roten Datenpunkte stehen für die aus dem jeweiligen Entlastungssegment bestimmte Steifigkeit des Balkens.

In Abbildung 6.6 sind REM-Aufnahmen des getesteten Balkens gezeigt. Ausgehend von der Kerbe hat der Riss den Balken bereits bis fast zur Hälfte durchtrennt. Die gemessene Risslänge a beträgt circa $6,7 \mu\text{m}$. Abbildung 6.6 b zeigt die Draufsicht des Balkens, aus der hervorgeht, dass der Riss beidseitig durch die Chevron-Kerbe gewachsen ist.

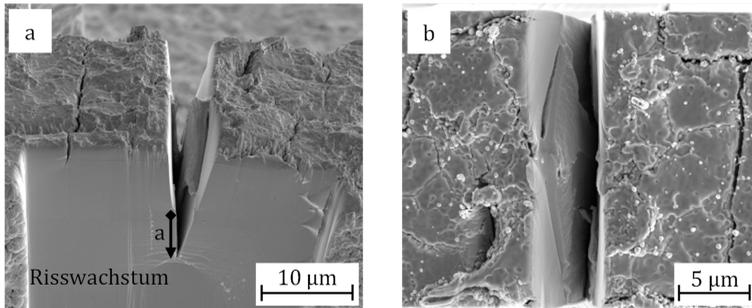


Abbildung 6.6

REM-Aufnahmen im Bereich der Kerbe des Balkens Einkr. B6 mit $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Rissystem und Chevron-Kerbe nach dem Be- und Entlastungsversuch.

- a) Seitenansicht auf den gekerbten Bereich, deutlich ist Risswachstum zu sehen. Die Risslänge a betrug ca. $6,7 \mu\text{m}$.
- b) Draufsicht auf den gekerbten Bereich. Risswachstum durch die gesamte Chevron-Kerbe ist entlang der kompletten Kerbe ersichtlich.

In Tabelle 6.5 sind die Abmessungen des Balkens zusammengefasst.

Tabelle 6.5

Probenabmessungen des einkristallinen Biegebalkens Einkr. B6.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Kerbtiefe [μm]	Verhältnis Kerbtiefe/ Höhe	Hebelarm [μm]
Einkr. B6	21,0	44,2	8,8	0,2	110,0

In Tabelle 6.6 sind die ermittelten Bruchkennwerte zusammengefasst. Die Bestimmung der einzelnen Kennwerte erfolgte nach den in Abschnitt 4.6.2 dokumentierten Verfahren. Zudem wurde in diesem Fall der aus der gemessenen Risslänge und der Kraft zu Beginn der letzten Entlastung nach der LEBM der zusätzliche Bruchkennwert $K_{Q,\text{end}}$ ermittelt. Zusätzlich wurden, wie in Kapitel 2.3.2 beschrieben, von Bohnert [1] durch FEM-Simulationen mit integrierten Kohäsivzonenmodell in Kombination mit Kristallplastizität eine Bruchzähigkeit für diesen Balken von

12,9 MPa \sqrt{m} bestimmt. Des Weiteren wurde durch die modifizierte experimentelle Methode aus [1], welche in Abbildung 2.9 veranschaulicht ist, eine Bruchzähigkeit von 13,3 MPa \sqrt{m} bestimmt.

Tabelle 6.6

Ermittelte Bruchkennwertwerte aus den Be- und Entlastungsversuchen an dem Mikro-Biegebalken Einkr.B6 mit $\{110\}\{1\bar{1}0\}$ -Bruchsystem und Chevron-Kerbe.

	$K_{Q,LEBM}$	$K_{Q,LEBM,15\%}$	$K_{Q,end}$	$K_{Q,EPBM}$
Einkr. B6	2 MPa \sqrt{m}	7,8 MPa \sqrt{m}	6,4 MPa \sqrt{m}	32,2 MPa \sqrt{m}

6.1.2 Mikro-Biegeversuche am $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem

Bei den Biegeversuchen am $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem wurden zwei verschiedene Arten von Versuchen durchgeführt, die im Folgenden getrennt aufgeführt werden. Da die Balkendimensionen kleiner als bei den *ex situ* Versuchen sind, können verstärkt Größeneffekte auftreten. Auch ist mit mehr Plastizität als bei den größeren *ex situ* Balken zu rechnen. Da für dieses Bruchsystem keine Simulationen vorlagen, wurden die benötigte Kraft sowie der Zeitpunkt ab dem der Riss durch die Chevron-Kerbe wächst aus dem Vergleich von *in situ* Aufnahmen und Kraft-Verschiebungskurve entnommen. Aufgrund der geringen optischen Auflösung im Bereich des Kerbgrunds kann es dabei jedoch zu Ungenauigkeiten kommen.

6.1.2.1 Verschiebungskontrollierter Biegeversuch

In Abbildung 6.7 sind die Kraft-Verschiebungskurven des wegkontrollierten Biegeversuches am Balken Einkr. B7 abgebildet. Derselbe Balken wurde zweimal belastet, da es vor dem Bruch zu Probleme in der Regelung des *in situ* Indenters und dadurch zu einer ungewollten Entlastung kam. Der erste Versuch ist durch die

schwarze Farbe, der zweite durch die graue Farbe markiert. Des Weiteren ist die Verschiebungsrate über den gesamten Versuch hin angegeben. Die Buchstaben innerhalb des Diagramms kennzeichnen die zugehörigen Teilbilder in Abbildung 6.8, welche *in situ* Aufnahmen des Balkens zum jeweiligen Zeitpunkt zeigen.

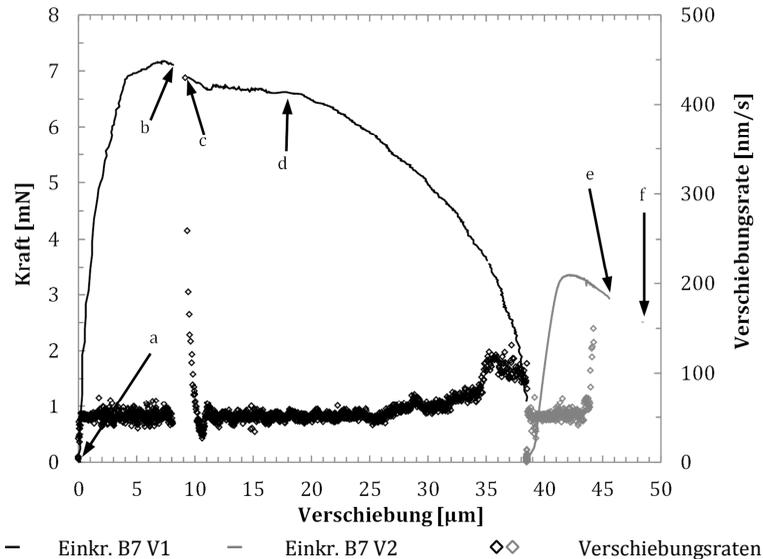


Abbildung 6.7

Kraft-Verschiebungskurven des Balkens Einkr. B7 mit $\{110\}\langle 0 01 \rangle$ -Rissystem und Chevron-Kerbe. Zusätzlich ist die Verschiebungsrate aufgetragen. Die Buchstaben markieren die zugehörigen *in situ* REM-Aufnahmen aus Abbildung 6.8.

Unterhalb von circa 6,8 mN ist die Kraft-Verschiebungskurve linear und das Verhalten des Balkens rein elastisch. Anschließend flacht die Kurve stark ab, wobei das Material zunächst leicht verfestigt. Bei Position b kommt es zu einem Sprung in der Verschiebung, einhergehend mit einem plötzlichen Anstieg der Verschiebungsrate. Gleichzeitig ist ein Kraftabfall zu verzeichnen. Die rote Linie in der Abbildung 6.8 b und c zeigt die sprunghafte Verschiebungszunahme. Dabei kann im Kerbgrund ein feiner Riss

beobachtet werden. Die Auflösung des Kerbgrundes ist jedoch zu schlecht, um den Riss genauer charakterisieren zu können.

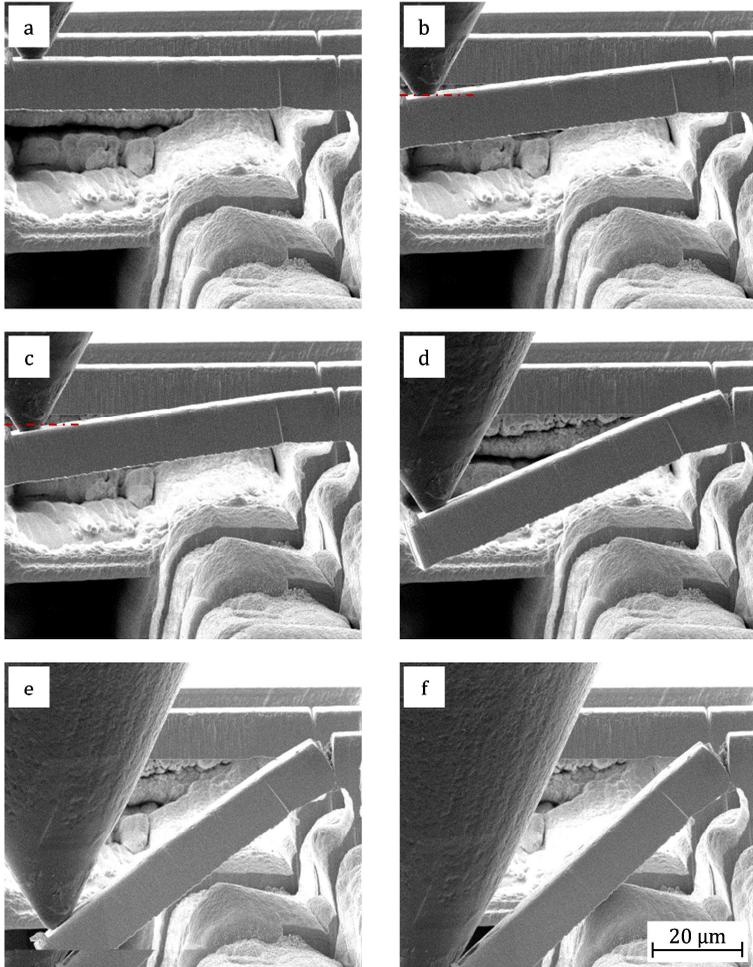


Abbildung 6.8

In situ REM-Aufnahmen des Balkens Einkr. B7 mit Chevron-Kerbe und Indenter Spitze während des Biegeversuches. Getestet wurde das $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem. Die Teilbilder a-f wurden zu verschiedenen Zeitpunkten aufgenommen und sind der entsprechenden Kraft-Verschiebungskurve in Abbildung 6.7 zugeordnet.

Anschließend ist bei stetig zunehmender Verschiebung eine nahezu konstante Kraft zu beobachten, welche für die Auswertung des $K_{Q,LEBM,PL}$ Wertes verwendet wurde. Der Riss wächst dabei stetig bis zum Punkt d. Daraufhin kam es zu einer Kraftabnahme infolge der ungewollten Entlastung. Während dieses Segments war kein Risswachstum beobachtbar. Bei Wiederbelastung kam es erneuten zu Risswachstum und einem damit verbundenen Kraftabfall. Position e kennzeichnet die letzte Position vor dem vermeintlichen Bruch. Es ist eine sprunghafte Zunahme der Verschiebung und der Verschiebungsrate zu sehen. Wie in Abbildung 6.8 f zu sehen konnte der Balken nicht weiter gebogen werden da er auf dem Untergrund auflag. Der Balken wurde daraufhin zur weiteren Analyse der Bruchfläche ohne Messungen von Kraft oder Verschiebung gebrochen.

Abbildung 6.9 zeigt REM-Aufnahmen des Balkes nach dem Versuch. Abbildung 6.9 a und b geben die Seitenansichten des Balkens wieder. Deutlich ist in Abbildung 6.9 b der Rissfortschritt durch die Chevron-Kerbe zu sehen. In Abbildung 6.9 c ist eine Draufsicht des Balkens gezeigt, in der plastische Verformung an den Rändern der Kerbe zu sehen ist. Abbildung 6.9 d zeigt die Bruchfläche. Die Dellen an der Oberkante der Bruchfläche entsprechen den Stellen, an denen der Indenter aufgesetzt wurde, um den Bruch des Balkens nach dem eigentlichen Biegeversuch herbeizuführen. Auf der Bruchfläche sind sowohl Spaltflächen als auch plastisch verformte Bereiche zu sehen. Die plastische Verformung tritt hauptsächlich am Rand der Kerbe auf. Die rote Linie in Abbildung 6.9 d markiert den Bereich, bis zu dem sich der Riss während des Versuches ausgebreitet hat. Der anschließende Bereich entstand beim manuellen Brechen. Aus den Bildern zeigt sich, dass ausgehend von der Chevron-Kerbe eine gerade Rissfront in den Balken gelaufen ist.

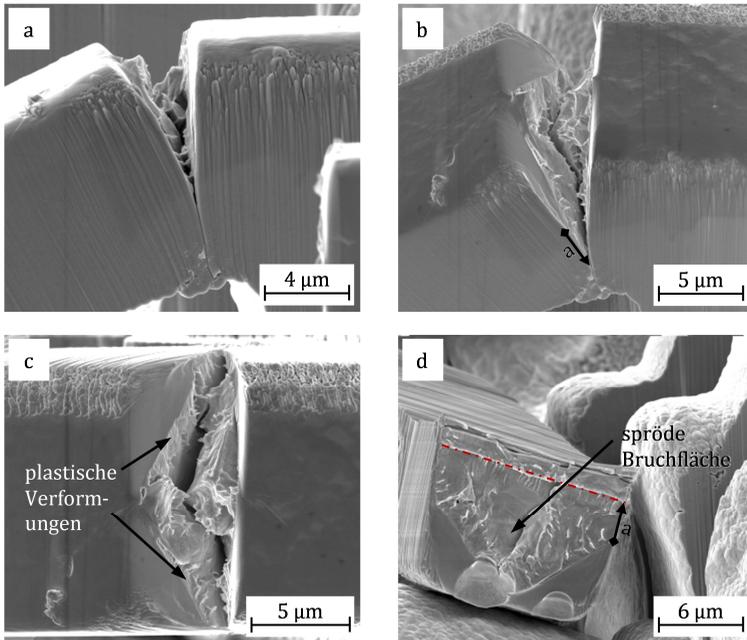


Abbildung 6.9

REM-Aufnahmen des einkristallinen Balkens Einkr. B7 mit Chevron-Kerbe und $\{110\}\langle 001 \rangle$ -Bruchsystem nach dem Biegeexperiment.

- a, b) Seitenansicht des Balkens im Bereich der Kerbe. Deutlich ist Risswachstum durch die Chevron-Kerbe zu sehen.
- c) Draufsicht auf die Chevron-Kerbe. Neben dem Risswachstum durch die Kerbe hindurch ist an den Rändern der Kerbe plastische Verformung zu beobachten.
- d) Bruchfläche des Balkens. Die Dellen stammen von der Indenterspitze, welche dort aufgesetzt wurde um den Balken nach dem eigentlichen Versuch zu brechen. Die rote Linie markiert den Rissfortschritt während des eigentlichen Versuchs. In der Mitte der Bruchfläche sind spröde Bereiche erkennbar.

Die Balkenabmessungen sind in Tabelle 6.7 und die berechneten Bruchkennwerte dieses Versuchs in Tabelle 6.19 zusammengefasst.

Tabelle 6.7

Probenabmessungen des einkristallinen Biegebalkens Einkr. B7.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Kerbtiefe [μm]	Verhältnis Kerbtiefe/ Höhe	Hebelarm [μm]
Einkr. B7	13,6	11,5	6,0	0,5	80,0

Tabelle 6.8

Ermittelte Bruchkennwertwerte aus dem Belastungsversuch an dem Mikro-Biegebalken Einkr. B7 mit $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem und Chevron-Kerbe.

$K_{Q,LEBM}$	$K_{Q,LEBM,PL}$	$K_{Q,EPBM}$
3,9 MPa $\sqrt{\text{m}}$	11,6 MPa $\sqrt{\text{m}}$	32,8 MPa $\sqrt{\text{m}}$

6.1.2.2 Be- und Entlastungsversuch

In Abbildung 6.10 ist die Kraft-Verschiebungskurve des Be- und Entlastungsversuches des Balkens Einkr. B8 gezeigt. Der Balken wurde in drei Teilversuchen getestet, da die Indenterspitze aufgrund der großen Durchbiegung abgerutscht ist und neu ange-setzt werden musste. Diese drei Teilversuche sind durch ver-schiedene Farben gekennzeichnet. Zusätzlich ist die Verschie-bungsrate für alle Versuche aufgetragen. Die roten Punkte zeigen die Steifigkeit der jeweiligen Entlastungssegmente des Balkens. Die Buchstaben kennzeichnen die zugehörige *in situ* Aufnahmen aus Abbildung 6.10. In Abbildung 6.10 a ist der unverformte Balken zu sehen.

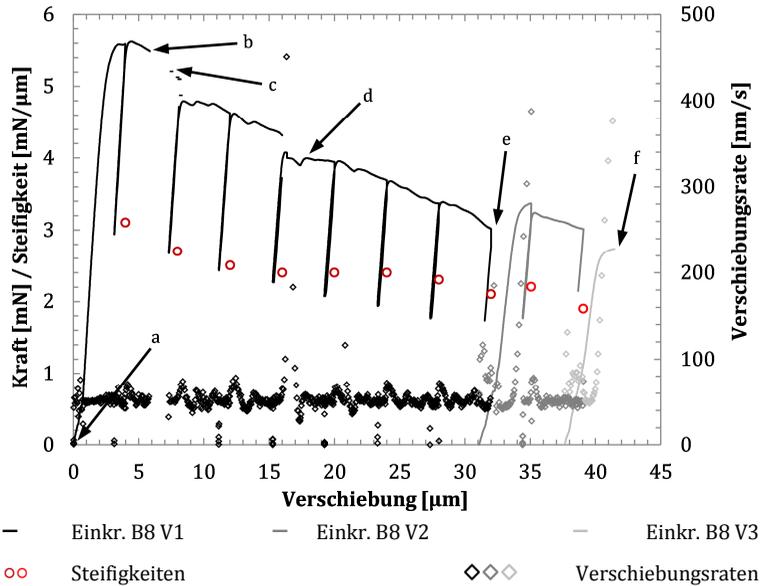


Abbildung 6.10

Kraft-Verschiebungskurven des einkristallinen Balkens Einkr. B8 mit $\{110\}\{0\ 01\}$ -Rissystem und Chevron-Kerbe. Zusätzlich sind die Verschiebungsrate und die Steifigkeit des Balkens aufgetragen. Die Buchstaben markieren die zugehörigen *in situ* Aufnahmen aus Abbildung 6.8.

Im gesamten Versuch ist nur eine sehr geringe Verfestigung zusehen. Die Kraft nimmt über alle Teilversuche hinweg kontinuierlich ab. Bei Position b kommt es zu einem Sprung in der Verschiebung und synchron zu einem plötzlichen Anstieg der Verschiebungsrate. In Abbildung 6.11 b ist bereits ein feiner Riss im Kerbgrund zu erkennen, daher kann dies nicht als Rissinitiierungspunkt angesehen werden. Allerdings ist ein schlagartiges Aufreißen des Risses beobachtbar, wobei sich der feine Riss bis an die Spitze der Chevron-Kerbe ausbreitet (Abbildung 6.11 c). Im nachfolgenden Verlauf öffnet sich der Riss stetig, zudem bilden sich Gleitlinien an der Seitenfläche. Für die Berechnung des $K_{Q,LEBM,PL}$ Wertes wurde, analog zu dem reinen Belastungsversuch, der Plateauwert nach dem Kraftsprung bei Punkt c verwendet.

Abbildung 6.11 d zeigt den Balken bei ungefähr der Hälfte der Gesamtverschiebung. Deutlich ist Risswachstum zu beobachten, dabei können zwei große Risse beobachtet werden. Abbildung 6.11 e zeigt den Balken am Ende des ersten Teilversuches und Abbildung 6.11 f beim Ende des letzten Teilversuches. Der Balken lag am Ende auf und konnte somit nicht komplett gebrochen werden. Jedoch ist aus dem Vergleich von Abbildung 6.11 e und f ersichtlich, dass der Riss bis zum Ende kontinuierlich gewachsen ist. Außer an Punkt b, war im gesamten Versuch keine sprunghafte Veränderung in den *in situ* Aufnahmen zu sehen. Die Steifigkeit nahm anfangs regelmäßig ab, zeigte allerdings ab ungefähr der Hälfte der Gesamtverschiebung einen fast konstanten Verlauf, bis sie zum Ende hin nochmals leicht abfiel.

Um den Verlauf des Risses besser charakterisieren zu können, wurde mit dem FIB im Bereich der Kerbe sukzessiv von der Außenkante des Balkens in Richtung Balkenmitte geschnitten. Dabei wurden von jeder Schnittebene Bilder aufgenommen. In Abbildung 6.12 sind ausgewählte Aufnahmen einer solchens Bilderserie zu sehen. Abbildung 6.12 a zeigt eine gekippte Seitenansicht der Ausgangslage, die roten Linien geben die ungefähre Lage der Schnittebenen wieder, die Buchstaben geben die dazugehörige Teilbilder aus Abbildung 6.12 an. In dieser Ansicht ist zudem das Risswachstum durch die Chevron-Kerbe gut zu sehen, des Weiteren können auch Gleitlinien an der Seitenfläche beobachtet werden.

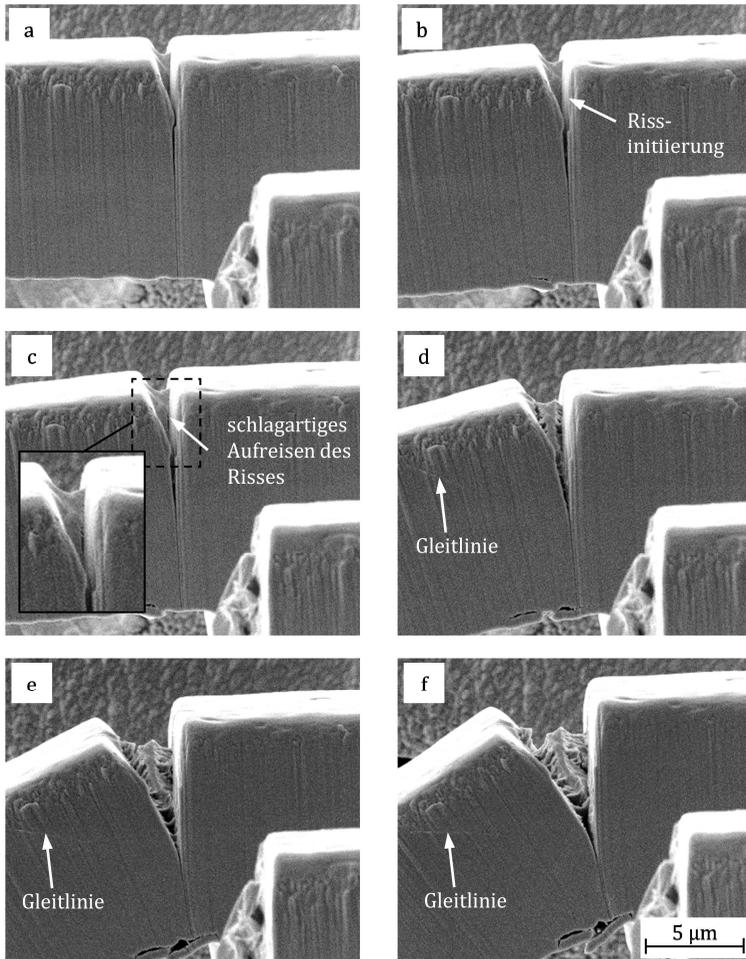


Abbildung 6.11

In situ REM-Aufnahme des Balkens Einkr. B8 im Bereich der Chevron-Kerbe während des Biegeversuches. Getestet wurde das $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem. Die Teilbilder a-f wurden zu verschiedenen Zeitpunkten aufgenommen und sind der entsprechenden Kraft-Verschiebungskurve in Abbildung 6.10 zugeordnet.

Abbildung 6.12 b und f zeigt die Schnittebenen, nahe der jeweiligen Außenkanten. Das dunkel erscheinende Material ist abgedunkelter Kohlenstoff, welcher die Probe beim Schneidevorgang

schützt. Deutlich ist Risswachstum durch und nach der Chevron-Kerbe zu erkennen, zudem ist eine Rissabstumpfung ersichtlich. In allen Schnitten sind Orientierungskontraste erkennbar, welche auf Orientierungsänderungen in Folge von Versetzungsbewegungen im Kristall und damit auf Versetzungsstrukturen hinweisen.

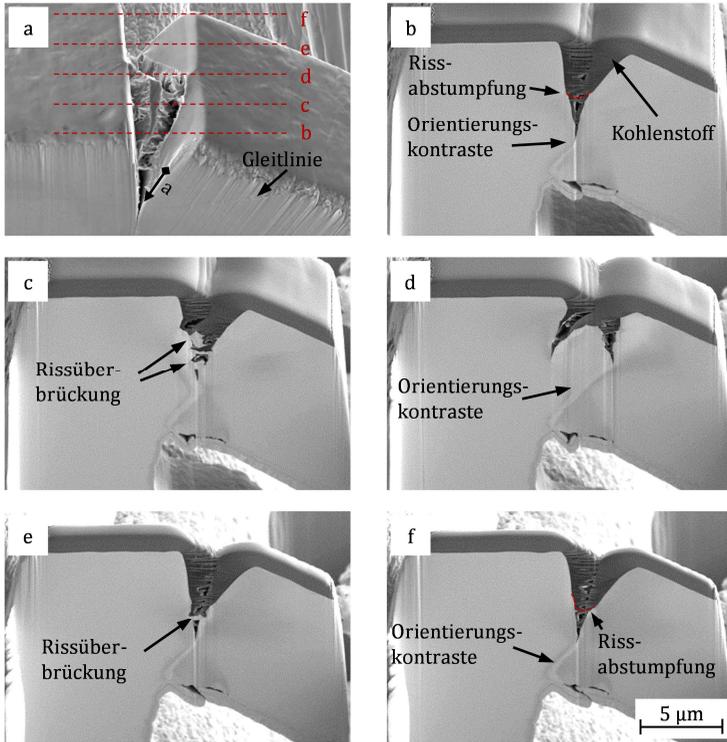


Abbildung 6.12

REM-Aufnahmen des Balkens Einkr. B8 mit $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem im Bereich der Chevron-Kerbe nach dem Biegeversuch. Teilbild a zeigt eine Schrägansicht, die roten Linien kennzeichnen die ungefähre Lage der Querschnitte. Die Teilbilder b-f zeigen die korrespondierenden Querschnitte der Kerbe an den unterschiedlichen Positionen der Balkenbreite.

Abbildung 6.12 c und e zeigen den Riss ungefähr bei einem Viertel bzw. dreiviertel der Balkenbreite. Hier ist kein durchgängiger Riss

erkennbar, stattdessen sind mehrere Rissbrücken zu sehen. Auch deutet sich die Aufspaltung in zwei Risse, wie sie in Abbildung 6.12 d in der Mitte des Balkens zu sehen ist, an. Da sich bei diesem Balken keine gerade Rissfront ausgebildet hat, ist es schwer eine genaue Risslänge zu bestimmen. Die Auswertung erfolgte trotzdem nach Kapitel 4.6.2. Die dabei berechnete Risslänge gibt somit keine reale Risslänge sondern die effektiv wirkende Risslänge wieder.

In Abbildung 6.13 ist die J-R Kurve des Versuchs aus Abbildung

6.10 gezeigt. Die Bestimmung des J_c Wertes erfolgte nach der in Kapitel 4.6.2 beschriebenen Methode von Bohnert [1]. Dabei wird eine Konstruktionslinie nach Gleichung (2.13) ermittelt, welche eine ungefähre Abschätzung der Blunting-Line in einem makroskopisch großen Bauteilen beschreibt. Für die Fließspannung σ_y wird ein

Wert von 823 MPa angenommen welcher aus den Mikro-Zugversuchen als obere Streckgrenze der $\langle 011 \rangle$ -Richtung ermittelt wurde. Da die $\langle 011 \rangle$ -Richtung bei den Biegeversuchen an dem $\{110\}\langle 001 \rangle$ -Bruchsystem auf Zug belastete wird, sollte die kritische Fließspannung damit beschrieben werden können. Die Konstruktionslinie wird anschließend um den halben Betrag der Rissöffnungsverschiebung parallel auf der x-Achse verschoben. Der Schnittpunkt mit der Risswiderstandskurve gibt den kritischen Bruchkennwert J_c an, aus welchem mit Gleichung (2.11) der

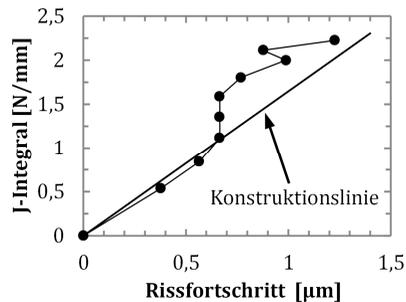
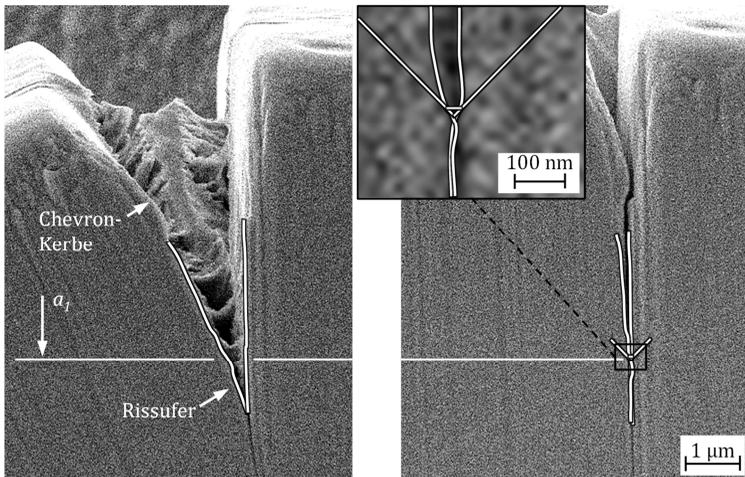


Abbildung 6.13

J-R Kurve für den Balken Einkr. B8 mit Chevron-Kerbe und $\{110\}\langle 001 \rangle$ -Bruchsystem aus den Be- und Entlastungs-Biegeversuchen aus Abbildung 6.10. Der Schnittpunkt mit der Konstruktionslinie gibt den kritischen J_c Wert an.

K_{IC} Wert berechnet werden kann. Die Vermessung der Rissöffnungsverschiebung ist in Abbildung 6.14 zu sehen. Deutlich wird, dass die Rissabstumpfung nur sehr gering war und sich die Rissöffnungsverschiebung nicht aus der REM-Aufnahme bestimmen lässt. Folglich wird die Rissöffnungsverschiebung als vernachlässigbar gering angesehen und der direkte Schnittpunkt der nicht verschobenen Konstruktionslinie mit der Risswiderstandskurve ermittelt. Dieser so ermittelte Wert wird als $K_{Q,EPBM,CTOD}$ bezeichnet und ist in Tabelle 6.10 zusammen mit den anderen Bruchkennwerten zu finden. Die Probenabmessungen sind in Tabelle 6.9 aufgeführt. Dieser $K_{Q,EPBM,CTOD}$ Wert ist jedoch aufgrund verschiedener Probleme bei der Auswertung als kritisch zu betrachten. Zunächst ist die Form der Kurve aus Abbildung 6.13 untypisch und nicht mit einer J-R Kurve aus der Theorie (Abbildung 2.5) vergleichbar. Dies ist vermutlich darauf zurückzuführen, dass sich zwei Risse gebildet haben. Daher kann die Auswertemethode nach Bohnert [1], die gemäß Abschnitt 4.6.2 die prozentuale Steifigkeit $k\%$ auf die Risslänge eines Risses zurückführt, nur bedingt verwendet werden. Des Weiteren liegt der Simulation ein a_1/W Verhältnis von 0,25 zu Grunde. Der betrachtete Balken weist aber ein Verhältnis von $a_1/W = 0,5$ auf. Zusätzlich kommt eine große Unsicherheit beim Vermessen der Rissabstumpfung hinzu. So konnte aus dem vorhandenen Bildmaterial, aufgrund von zu geringer Auflösung im Kerbgrund, keine Rissabstumpfung ermittelt werden. Dementsprechend wurde die Konstruktionslinie nicht verschoben. Allerdings ist aus Abbildung 6.13 ersichtlich, dass bereits eine geringe Verschiebung der Konstruktionslinie zu deutlich anderen J-Werten führen würde. Daher repräsentiert der so ermittelte J-Wert nur sehr bedingt das Bruchverhalten des Balkens.

**Abbildung 6.14**

Bestimmung der Rissöffnungsverschiebung δ_i über REM-Aufnahmen der belasteten und unbelasteten Probe an dem Balken Einkr. B8 mit Chevron-Kerbe und $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem.

Tabelle 6.9

Probenabmessungen des einkristallinen Biegebalkens Einkr. B8.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Kerbtiefe [μm]	Verhältnis Kerbtiefe/ Höhe	Hebelarm [μm]
Einkr. B8	13,6	11,5	6,0	0,5	80,0

Tabelle 6.10

Ermittelte Bruchkennwertwerte des Balkens Einkr. B8 mit Chevron-Kerbe und $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem aus dem Be- und Entlastungs-Biegeversuch. Der $K_{Q,EPBM,CTOD}$ Wert ist aufgrund von Problemen bei der Auswertung als kritisch zu betrachten und wurde daher eingeklammert.

$K_{Q,LEBM}$	$K_{Q,LEBM,PL}$	$K_{Q,EPBM}$	$K_{Q,EPBM,CTOD}$
4 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	10,3 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	22,4 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	(21,4 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)

6.1.3 Mikro-Biegeversuche am $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystem

Bei den Biegeversuchen am $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystem wurden zwei verschiedene Arten von Versuchen durchgeführt, die im Folgenden getrennt aufgeführt werden. Da die Balkendimensionen kleiner als bei den *ex situ* Versuchen sind, können verstärkt Größeneffekte auftreten. Auch ist mit mehr Plastizität als bei den größeren *ex situ* Balken zu rechnen.

6.1.3.1 Belastungsversuche

In Abbildung 6.15 sind zwei Kraft-Verschiebungskurven von reinen Belastungsexperimenten des $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystems gezeigt. Zusätzlich ist die Verschiebungsrate beider Versuche aufgetragen, die im Wesentlichen über den gesamten Versuch hinweg konstant ist. Die Abmessungen dieser Balken sind in Tabelle 6.11 zusammengefasst.

Tabelle 6.11

Probenabmessungen der einkristallinen Biegebalken Einkr. B9 und B10.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Kerbtiefe [μm]	Verhältnis Kerbtiefe/ Höhe	Hebelarm [μm]
Einkr. B9	19,6	14,5	6,0	0,4	90,0
Einkr. B10	16,2	15,0	7,6	0,5	62,0

Beide Versuche zeigen ähnliches Verhalten. Nach anfänglicher Verfestigung schließt sich ein Bereich mit nahezu konstanter Kraft bei zunehmender Verschiebung an. Der Balken Einkr. B10 lag auf und konnte damit nicht gebrochen werden. Balken Einkr. B9 brach, bei der zugehörigen Kurve ist gegen Ende des Versuches ein leichter Kraftrückgang zu verzeichnen. Die Buchstaben im Diagramm kennzeichnen die jeweiligen *in situ* Aufnahmen der

Balken aus Abbildung 6.16 und Abbildung 6.17. Die Teilbilder a zeigen jeweils den unverformten Balken.

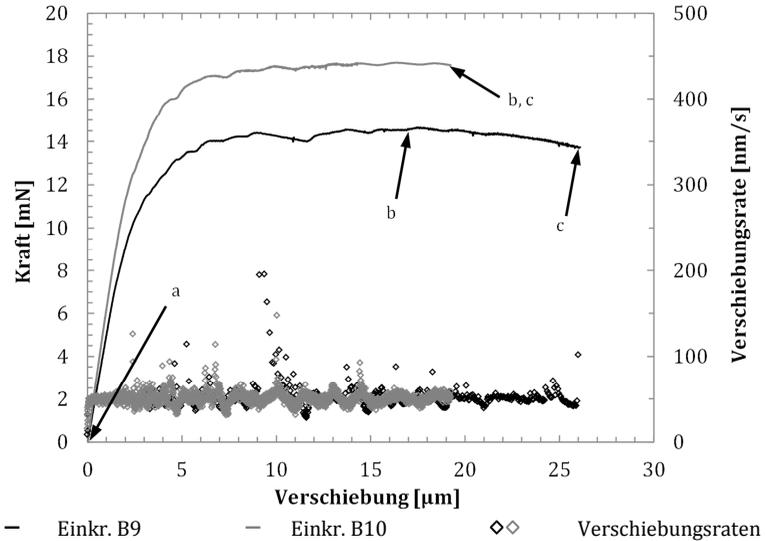


Abbildung 6.15

Kraft-Verschiebungskurven der Balken Einkr. B9 und Einkr. B10 mit $\{100\}\{011\}$ -Rissystem und Chevron-Kerbe. Zusätzlich sind die Verschiebungsraten aufgetragen. Die Buchstaben markieren die zugehörigen *in situ* Aufnahmen aus Abbildung 6.16 und Abbildung 6.17.

In Abbildung 6.16 sind die *in situ* Aufnahmen des Balkens Einkr. B9 abgebildet. In Abbildung 6.16 b (Position b in Abbildung 6.15) kann ein feiner Riss, an der Seitenflanke unterhalb der Chevron-Kerbe beobachtet werden. Dieser wächst bis zur Position c in Abbildung 6.15 stetig an. Danach setzt schlagartig der Bruch ein. Auch die Verschiebungsrate hat an diesem Punkt stark zugenommen und erreichte Werte von 63880 nm/s. Dies ist aufgrund der Auflösung der Achse im Diagramm nicht ersichtlich. Abbildung 6.16 d zeigt die Bruchfläche des Balkens. Am Rand der Chevron-Kerbe sind leichte Anzeichen von plastischer Verformung zu

sehen. Die restliche Bruchfläche erscheint eher spröde und ist von den typischen River Lines durchzogen.

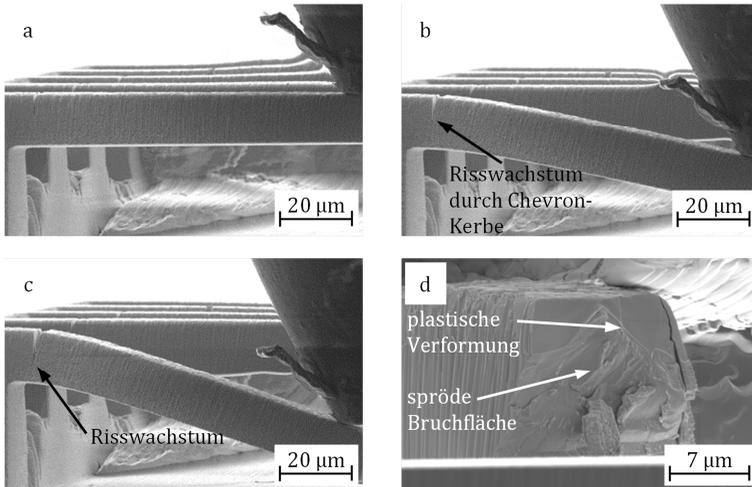


Abbildung 6.16

In situ REM-Aufnahme des Balkens Einkr. B9 mit Chevron-Kerbe während des Biegeversuches. Getestet wurde das $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystem. Die Teilbilder a-c wurden zu verschiedenen Zeitpunkten aufgenommen und sind der entsprechenden Kraft-Verschiebungskurve in Abbildung 6.10 zugeordnet. Zusätzlich zeigt Teilbild d die Bruchfläche welche plastische wie auch spröde Anteile aufweist.

In Abbildung 6.17 sind die *in situ* Bilder des Balkens Einkr. B10 abgebildet. Die Abbildung 6.17 b und c zeigen die letzten zwei Bilder des Versuchs, korrespondierend zu den letzten Datenpunkten b und c im Diagramm aus Abbildung 6.15. Im Vergleich beider Bilder ist eine sprunghafte Öffnung des Risses zu erkennen. Danach lag der Balken auf und konnte nicht weiter ausgelenkt werden. Ob es zu einem Bruch gekommen wäre, ist folglich unklar. Die eigentliche Rissinitiierung konnte bei diesem Versuch nicht observiert werden, da durch die Neigung des Balkens die Sicht auf den Kerbgrund im Anfangsstadium verwehrt war. Teilbild d zeigt eine schräge Draufsicht auf die Kerbe nach dem Versuch.

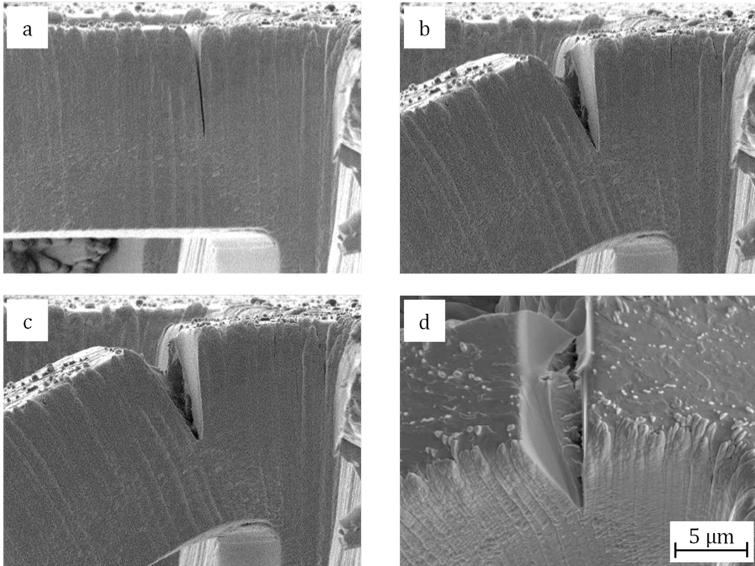


Abbildung 6.17

In situ REM-Aufnahme des Balkens Einkr. B10 im Bereich der Chevron-Kerbe während des Biegeversuchs. Getestet wurde das $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystem. Die Teilbilder a-c wurden zu verschiedenen Zeitpunkten aufgenommen und sind der entsprechenden Kraft-Verschiebungskurve in Abbildung 6.15 zugeordnet. Zusätzlich zeigt Teilbild d eine Schrägansicht des Balkens im Bereich der Chevron-Kerbe nach dem Versuch. Es ist Risswachstum durch die Chevron-Kerbe zu sehen.

In Abbildung 6.18 sind Querschnitte durch die Kerbe, die in Abbildung 6.17 dargestellt ist, gezeigt. Abbildung 6.18 a und c zeigen dabei jeweils Aufnahmen in der Nähe der beiden Außenkanten. Teilbild b zeigt einen Schnitt durch die Balkenmitte. In allen Bildern wird deutlich, dass es vor dem Risswachstum zu einer Abstumpfung der Rissspitze kam. Über die gesamte Breite des Risses kam es zu einer Rissausbreitung über die Chevron-Kerbe hinaus. Das Risswachstum ist in der Mitte und an den Rändern der Kerbe vergleichbar. Die gesamte Risslänge erscheint an den Außenflanken aufgrund der unterschiedlichen Kerbtiefen der Chevron-Kerbe jedoch länger. Analog zu Abbildung 6.12 sind auch hier Orientierungskontraste erkennbar, welche ebenfalls auf

Orientierungsänderungen in Folge von Versetzungsbewegungen im Kristall schließen lassen.

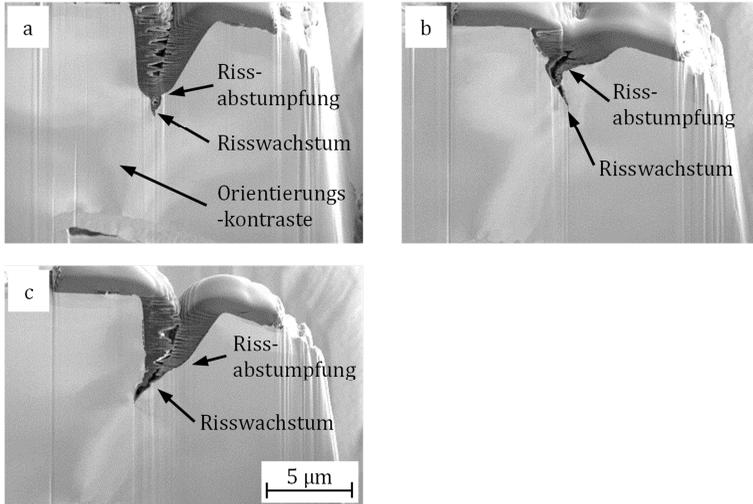


Abbildung 6.18

Querschnitte durch die Chevron-Kerbe des Balken Einkr. B10 mit $\{100\}\{011\}$ -Bruchsystem nach dem Biegeversuch. Die Teilbilder a und c zeigen dabei den Riss in Nähe der beiden Außenkanten. Teilbild b zeigt einen Schnitt durch die Balkenmitte. Es ist sowohl Rissabstumpfung als auch Risswachstum zu beobachten.

In Tabelle 6.12 die berechneten Bruchkennwerte beider Versuche zusammengefasst.

Tabelle 6.12

Ermittelte Bruchkennwertwerte aus den Biegeversuchen an Mikro-Biegebalken mit $\{100\}\{011\}$ -Bruchsystem und Chevron-Kerbe.

Balken	$K_{Q,LEBM}$	$K_{Q,LEBM,PL}$	$K_{Q,EPBM}$
Einkr. B9	3,0 MPa \sqrt{m}	7,6 MPa \sqrt{m}	29,6 MPa \sqrt{m}
Einkr. B10	3,0 MPa \sqrt{m}	12 MPa \sqrt{m}	32,2 MPa \sqrt{m}

6.1.3.2 Be- und Entlastungsversuche

In Abbildung 6.19 ist die Kraft-Verschiebungskurve eines Be- und Entlastungsversuches abgebildet. Wegen Abrutschens der Indenterspitze wurden zwei Versuche bis zum Brechen des Balkens benötigt. Der erste Versuch ist durch die schwarzen, der zweite Versuch durch die grauen Symbole gekennzeichnet. Zusätzlich ist die Verschiebungsrate über den kompletten Versuch aufgetragen. Die roten Punkte geben die Steifigkeit des Balkens, bei dem jeweiligen Entlastungssegment, an. Die Buchstaben kennzeichnen die zugehörigen *in situ* Aufnahmen aus Abbildung 6.20. Dabei zeigt Abbildung 6.20 a den unverformten Balken.

Die Kraft-Verschiebungskurve in Abbildung 6.17 für den Balken Einkr. B11 zeigt eine ausgeprägte Verfestigung. Am Punkt b ist der maximale Kraftwert erreicht. An diesem Punkt ist in der *in situ* Aufnahme aus Abbildung 6.20 b bereits ein feiner Riss, unterhalb der Chevron-Kerbe zu sehen. Deutlich zeigt sich auch eine Rissabstumpfung. Die Steifigkeit des Balkens nimmt von Anfang an leicht ab. Kurz vor dem Kraftmaximum zeigt sich ein Knick im Verlauf der Steifigkeit. Danach ist eine stärkere Abnahme zu beobachten. Die Verschiebungsrate ist über den gesamten Versuch hinweg relativ konstant, wobei sie gegen Ende des Versuches leicht zunimmt. Ein erster größerer Ausreißer ist bei einer Auslenkung von circa 7 μm zu sehen, jedoch war keine sprunghafte Änderung im Kerbgrund beobachtbar. Im zweiten Teil des Experiments kann ein großer Anstieg der Steifigkeit und ein leichter Anstieg der Kraft beobachtet werden, was mit großer Wahrscheinlichkeit an einem veränderten Hebelarm nach erneutem Ansetzen der Indenterspitze liegt. Abbildung 6.20 c zeigt die letzte Aufnahme des Balkens vor dem Bruch. Deutlich ist Risswachstum durch die gesamte Chevron-Kerbe und in den Balken hinein zu sehen.

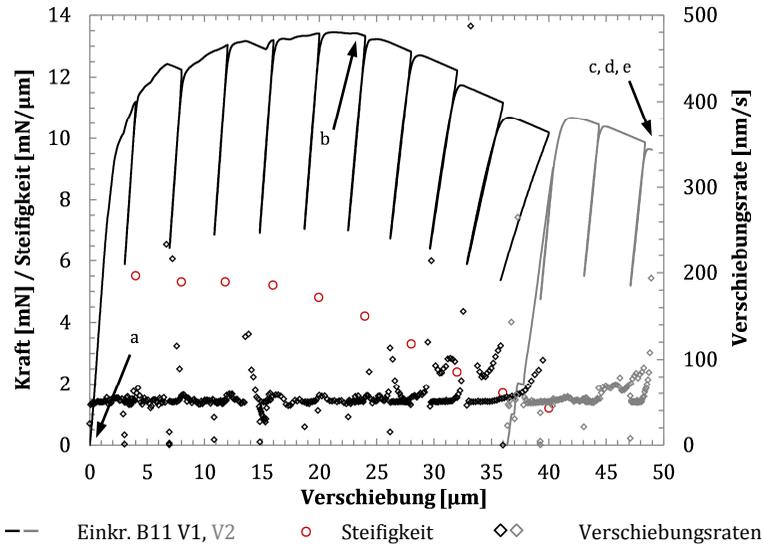


Abbildung 6.19

Kraft-Verschiebungskurven des einkristallinen Balkens Einkr. B11 mit $\{100\}(011)$ -Rissystem und Chevron-Kerbe. Zusätzlich sind die Verschiebungsrate und die Steifigkeit des Balkens aufgetragen. Die Buchstaben markieren die zugehörigen *in situ* Aufnahmen aus Abbildung 6.20.

In Abbildung 2.8 a ist die von Bohnert [1] simulierte Kraft-Verschiebungskurven für diese Orientierung an der größeren *ex situ* Probengeometrie abgebildet. Bei den Kraft- wie auch Verschiebungswerten kommt es dabei anhand der unterschiedlichen Größen der Balken zu erheblichen Unterschieden, jedoch ist der Verlauf der Kraft-Verschiebungskurve mit einer ausgeprägten Verfestigung und einer weichen Kraftabnahme nach Überschreiten des Kraftmaximum sehr ähnlich. In Abbildung 2.8 b ist der simulierte Rissfortschritt gezeigt, dabei hat sich bei einer Verschiebung von ca. 11,5 μm bei einem Kraftabfall von ca. 6 % eine gerade Rissfront gebildet.

Abbildung 6.20 d zeigt den gebrochenen Balken. Auch dieser Balken lag auf, jedoch ist aus dem Vergleich von Abbildung 6.20 c und d ersichtlich, dass es zu einer instabilen Rissausbreitung

gekommen ist und ein Rissstop, ohne Aufliegen höchst unwahrscheinlich gewesen wäre. In Abbildung 6.20 e ist die Bruchfläche abgebildet. Der Bruch wurde nach dem eigentlichen Versuch gewaltsam hervorgerufen. Auf der Bruchfläche finden sich Merkmale für plastisches und sprödes Verhalten. Teilbild f zeigt die berechnete J-R Kurve. Für die Berechnung wurden nur die Entlastungssegmente des ersten Versuchteils aus Abbildung 6.19 verwendet. Zur Bestimmung des J_c Wertes wurde die Methode nach Bohnert [1] wie in Kapitel 4.6.2 beschrieben angewendet. Die Konstruktionslinie wurde nach Gleichung (2.13) berechnet. Für die kritische Fließspannung σ_y wurde die aus den Mikro-Zugversuchen ermittelte Dehngrenze $R_{p0,2}$ der $\langle 001 \rangle$ -Richtung mit 362,25 MPa verwendet, da diese Richtung für das $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystem beim Biegeversuch auf Zug belastet wird. Die schwarze Linie zeigt zunächst die berechnete Konstruktionslinie. Diese wird um die Hälfte der Rissöffnungsverschiebung δ_t , die in diesem Fall bei 0,37 μm liegt, parallel auf der x-Achse verschoben. Die verschobene Konstruktionslinie ist durch die blaue Linie gekennzeichnet. Die Ermittlung der Rissöffnungsverschiebung ist in Abbildung 6.21 gezeigt.

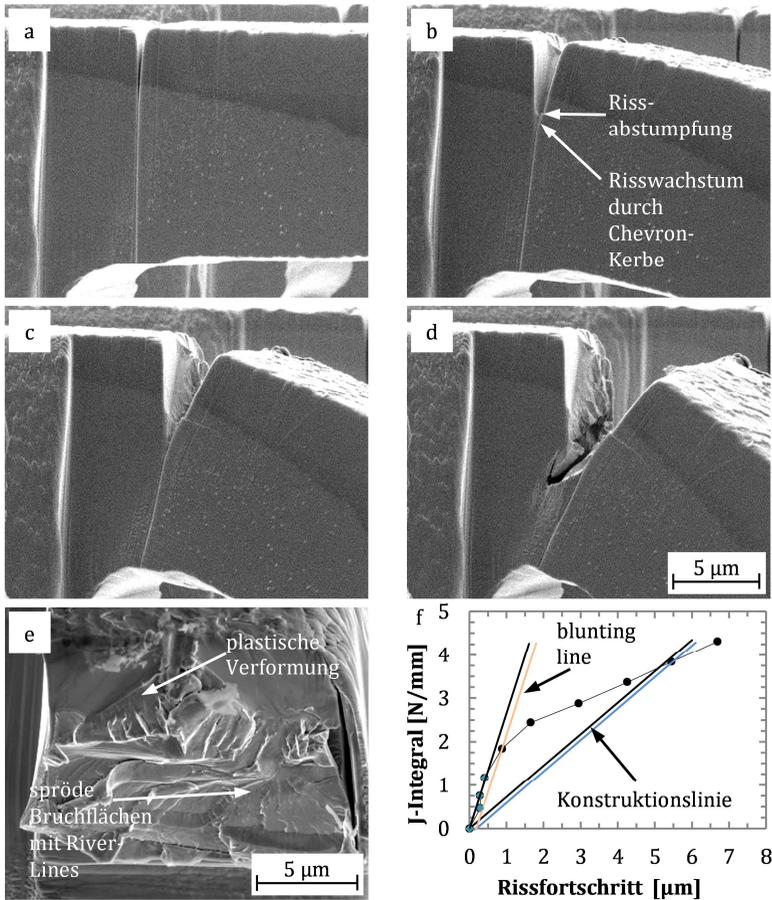


Abbildung 6.20

In situ REM-Aufnahmen des Balkens Einkr. B11 mit Chevron-Kerbe und {100}{011}-Bruchsystem während des Be- und Entlastungsversuches (a-d) aus Abbildung 6.19. Zusätzlich ist eine REM-Aufnahme der Bruchfläche abgebildet (e), sie zeigt sowohl plastische, als auch spröde Merkmale. Teilbild f zeigt die berechnete J-R Kurve. Zusätzlich ist die Konstruktionslinie und die um die halbe Rissöffnungsverschiebung verschobene Konstruktionslinie (blau) nach Bohnert [1] eingezeichnet. Die Blunting-Line wurde an den Anfangsbereich der Risswiderstandskurve angefügt. Auch sie wurde um die halbe Rissöffnungsverschiebung (orange) verschoben.

Die Konstruktionslinien schneiden die Risswiderstandskurve erst in einem Bereich, in dem schon deutliches Risswachstum stattgefunden hat. Wie in Abschnitt 2.2.1.2 erläutert und insbesondere in Abbildung 2.5 gezeigt, bezeichnet die Blunting-Line den anfänglichen Bereich der Risswiderstandskurve bei dem J stark aufgrund von Rissabstumpfung aber nicht durch Risswachstum ansteigt. Aufgrund dessen wurde ein linearer Fit durch den Anfangsbereich der Kurve gelegt, welcher in Abbildung 6.20 f als Blunting-Line bezeichnet wird. Die grün markierten Symbole geben dabei die Datenpunkte an, welche linear angefittet wurden. Diese Linie wird parallel um den halben Betrag der gemessenen Rissöffnungsverschiebung verschoben, was durch die orangefarbene Linie gekennzeichnet ist. Aus dem Schnittpunkt mit der Risswiderstandskurve wird der $K_{Q,EPBM,CTOD}$ Wert berechnet. Die aus der Steigung der angefitteten Blunting-Line resultierende Fließspannung beträgt 1322,65 MPa.

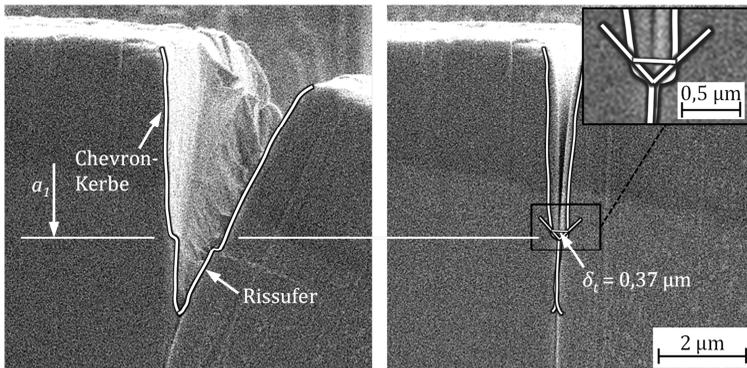


Abbildung 6.21

Bestimmung der Rissöffnungsverschiebung δ_c über REM-Aufnahmen der belasteten und unbelasteten Probe am Balken Einkr. B11 mit Chevron-Kerbe und $\{100\}\{011\}$ -Bruchsystem.

In Tabelle 6.13 sind die Probenabmessungen und in Tabelle 6.14 alle ermittelten Bruchkennwerte zusammengefasst.

Tabelle 6.13

Probenabmessungen des einkristallinen Biegebalkens Einkr. B11.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Kerbtiefe [μm]	Verhältnis Kerbtiefe/ Höhe	Hebelarm [μm]
Einkr. B11	16,0	13,8	4,3	0,3	72,7

Tabelle 6.14Ermittelte Bruchkennwertwerte aus den Be- und Entlastungs Biegeversuch an Mikro-Biegebalken Einkr. B11 mit $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystem und Chevron-Kerbe.

$K_{Q,LEBM}$	$K_{Q,LEBM,6\%}$	$K_{Q,EPBM}$	$K_{Q,EPBM,CTOD}$
2,8 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	7,1 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	35,4 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	27,5 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

6.2 Bikristalline Balken

Um den Einfluss einer einzelnen Korngrenze auf das Bruchverhalten von Wolfram zu untersuchen, wurden bikristalline Balken getestet. Die Richtungen senkrecht zur Balkenoberfläche der zwei unterschiedlichen Körner sind die $\langle 001 \rangle$ bzw. die $\langle 112 \rangle$ Richtung. Die getesteten Balken hatten herstellungsbedingt einen dreieckigen Querschnitt. Es wurden zwei unterschiedliche Orientierungen der Korngrenze in Bezug auf die Balkenorientierung untersucht. Zum einen lag die Korngrenze senkrecht zur Balkenlängsachse, zum anderen parallel dazu. Bei beiden Balkensorten wurden sowohl Be- und Entlastungsversuche, als auch reine Belastungsversuche durchgeführt. Alle Experimente fanden *ex situ* statt.

6.2.1 Balken mit Korngrenze normal zur Balkenlängsachse

Zunächst werden die Versuche an bikristallinen Mikrobiegebalken mit der Korngrenze parallel zur Balkenquerachse vorgestellt. Es wurden sowohl ungekerbte als auch an der Korngrenze gekerbte Balken untersucht. Die Richtung normal zur Balkenoberfläche ist dabei an der Balkenschulter $\langle 001 \rangle$ und am freien Balkenende $\langle 112 \rangle$. Abbildung 4.8 zeigt die mittels EBSD gemessene Orientierungskarte. Die kristallographische Orientierung ist entlang der Normale der Probenoberfläche durch das farb-kodierte Standarddreieck angegeben. In Abbildung 6.22 a ist ein Übersichtsbild der getesteten Balken gezeigt. Die mit schwarzer Schrift markierten Balken sind während dem Experiment gebrochen, die mit weißer Schrift konnten dagegen nicht zu Bruch gebracht werden. Die Korngrenze ist in dieser Aufnahme aufgrund von Oxidation sowie Abscheidung von Platin und Schneidearbeiten mit dem FIB kaum mehr zu sehen. Die Lage ist daher mit der rot gestrichelten Linie verdeutlicht. In Abbildung 6.22 b und c sind REM-Aufnahmen entlang der Korngrenze nach dem Polieren dargestellt.

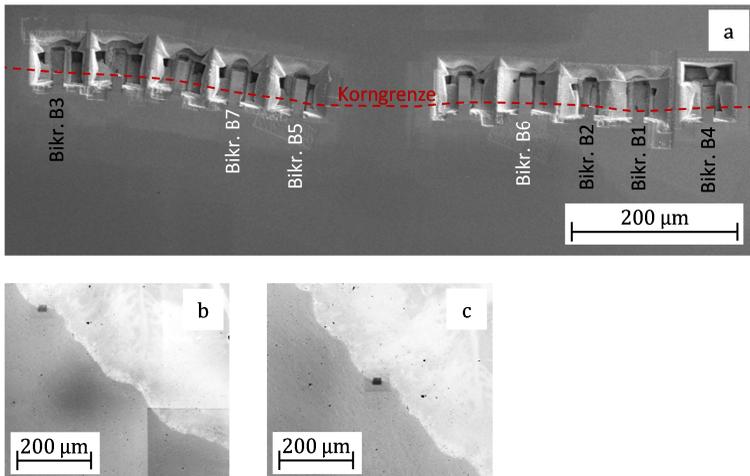


Abbildung 6.22

REM-Übersichtsaufnahme der getesteten bikristallinen Balken und der Korngrenze vor der Probenpräparation. Zusätzlich ist eine EBSD-Orientierungskarte der Korngrenze gezeigt.

- a) REM-Übersichtsbild der getesteten bikristallinen Balken. Die rote Linie veranschaulicht die Lage der Korngrenze. Die mit schwarzer Schrift markierten Balken sind gebrochen die mit weißer Schrift nicht.
- b),c) REM-Übersichtsaufnahme der Korngrenze des Bikristalls nach dem Polieren.

6.2.1.1 Ungekerbte bikristalline Mikro-Biegebalken

Die Versuchsergebnisse der ungekerbten Proben sind in Abbildung 6.23 dargestellt. Die Abmessungen der bikristallinen Balken sind in Tabelle 6.15 zusammengefasst. Um eine Vergleichbarkeit der Kurven herzustellen, wurde hierbei die Biegespannung nach Gleichung (4.6) an der Stelle der Korngrenze berechnet. Die Berechnung ist rein elastisch, die Querkräfte wurden vernachlässigt. In dem eingebetteten Diagramm sind zusätzlich die gemessenen Kraft-Verschiebungskurven abgebildet.

Tabelle 6.15

Probenabmessungen der ungekerbten bikristallinen Biegebalken Bikr. B1, B2, B3 und B4.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Winkel [$^\circ$]	Hebelarm [μm]
Bikr. B1	10,9	11,5	55,7	38
Bikr. B2	12,7	12,9	55,8	36
Bikr. B3	13,1	12,8	55,2	38
Bikr. B4	12,2	12,7	54,1	36

Es wurden wegkontrollierte Belastungsversuche wie auch Be- und Entlastungsversuche durchgeführt. Bei allen getesteten Balken trat instabile Rissausbreitung auf, welche zum Bruch führte. Das mechanische Verhalten aller Balken war dabei sehr ähnlich. So zeigen alle Kurven einen fließenden Übergang vom elastischen in den elastisch-plastischen Bereich und nach anfänglicher Verfestigung, eine nahezu konstant bleibende Spannung bzw. Kraft bei zunehmender Verschiebung. Bis zum Brechen der Balken ist nur ein sehr leichter und stetiger Spannungsabfall zu beobachten.

Die Biegespannungs-Verschiebungskurven der kontinuierlich belasteten Balken Bikr. B1 und Bikr. B2 sind nochmals in Abbildung 6.24 gezeigt. Zusätzlich ist die Verschiebungsrate auf der rechten Ordinate aufgetragen. Anfangs ist bei beiden Versuchen die Verschiebungsrate gemäß der Regelvorgabe annähernd konstant. Diese steigt ab ca. 4 μm Verschiebung für den Balken Bikr. B1 bzw. ca. 5 μm Verschiebung für Bikr. B2 bis hin zum Bruch an. Dieser Anstieg der Verschiebungsrate lässt auf Risswachstum bis hin zum instabilen Risswachstum schließen.

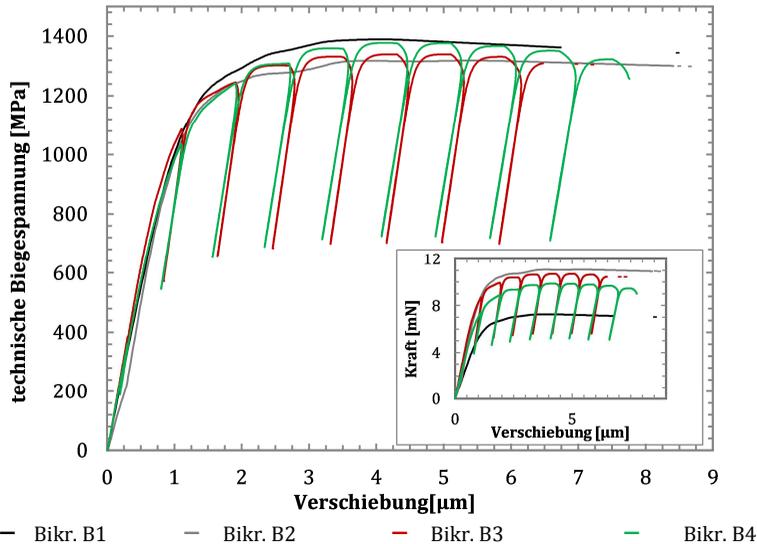


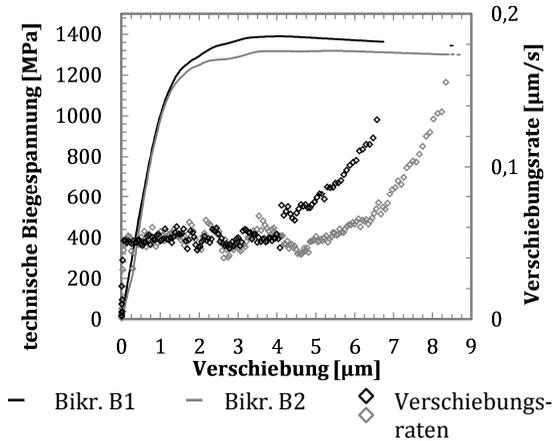
Abbildung 6.23

Biegespannungs-Verschiebungskurven der bikristallinen, ungekerbten *in situ* Mikro-Balken mit dreieckigem Querschnitt und Korngrenze parallel zur Balkenquerachse. Die Spannungen wurden an der Stelle der Korngrenze berechnet. Zusätzlich sind die Kraft-Verschiebungskurven im unteren rechten Diagramm gezeigt.

In Abbildung 6.25 sind die Kurven der beiden Be- und Entlastungsversuche nochmals aufgetragen. Zusätzlich wurde die aus den Entlastungssegmenten extrapolierte Steifigkeit eingezeichnet. Im elastisch-plastischen Bereich kann dabei eine nahezu lineare und stetige Abnahme der Steifigkeit beobachtet werden. Eine Besonderheit zeigt Balken B1kr. B4, hier erfolgt der Bruch am Anfang eines Entlastungssegments. Die Bewegung der Indenter Spitze ist noch in Belastungsrichtung, die Kraft wurde jedoch schon deutlich reduziert.

Abbildung 6.24

Biegespannungs-Verschiebungskurven der stetig belasteten bikristallinen, ungekerbten Mikro-Balken mit dreieckigem Querschnitt und Korngrenze senkrecht zur Balkenlängsachse. Zusätzlich ist die Verschiebungsrate aufgetragen.

**Abbildung 6.25**

Biegespannungs-Verschiebungskurven der Be- und Entlastungsversuche an bikristallinen, ungekerbten Mikro-Balken mit dreieckigem Querschnitt und Korngrenze senkrecht zur Balkenlängsachse. Zusätzlich ist die Steifigkeit der Balken bei den einzelnen Entlastungssegmenten durch die offenen Symbole angegeben.

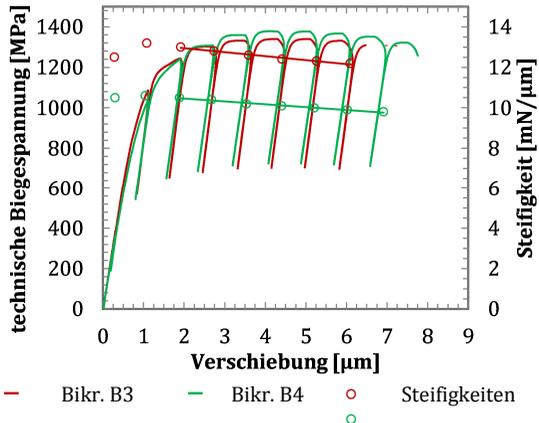


Abbildung 6.26 zeigt den Balken Bikr. B4 im Ausgangs- und gebrochenem Zustand, sowie seine Bruchflächen. In Abbildung 6.26 a ist die Position der Korngrenze in Balken Bikr. B4 zu Versuchsbeginn dokumentiert. Abbildung 6.26 b zeigt ein ähnliches Übersichtsbild nach dem Versuch wobei der Balken entlang der

Korngrenze gebrochen ist. Auf der Seitenansicht des gebrochenen Balkens aus Abbildung 6.26 c ist die Orientierung der Korngrenze gut erkennbar wobei diese nicht exakt unter 90° zur Oberfläche steht. Zusätzlich ist zu erkennen, dass der restliche Balken leicht gebogen ist was auf plastische Verformung in der Balkenschulter schließen lässt.

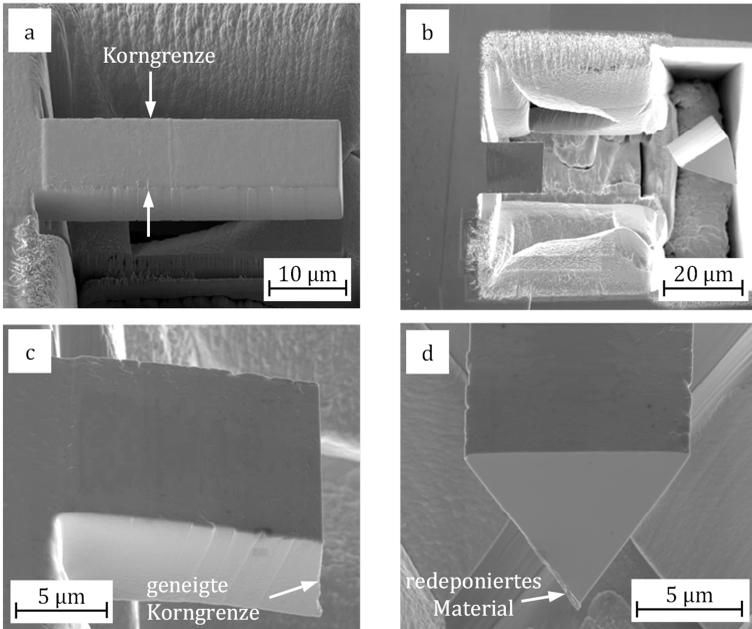


Abbildung 6.26

REM-Aufnahmen des ungekerbten bikristallinen Balkens B4 vor und nach dem Biegeversuch.

- Schrägansicht des gesamten Balkens vor dem Versuch. Die Korngrenze ist durch die Pfeile markiert.
- Übersichtsbild des Balkens nach dem Versuch. Der Balken ist an der Korngrenze gebrochen.
- Schrägansicht des Balkens nach dem Versuch. Der Bruch erfolgte entlang der Korngrenze. Die Korngrenze verläuft nicht senkrecht zur Oberfläche sondern ist leicht geneigt.
- Bruchfläche des Balkens. Es sind keine plastischen Verformungen zu sehen. An der linken unteren Flanke hat sich redeponiertes Material angelagert.

In Abbildung 6.26 d ist eine Frontalansicht auf die Bruchfläche gezeigt. Die gesamte Bruchfläche wirkt sehr glatt. Lediglich an der linken unteren Flanke steht ein Grat hervor welcher rauher erscheint. Allerdings sammelt sich besonders in diesem Bereich redeponiertes Material bei dem FIB-Schneidevorgang an.

Für die Bestimmung der Bruchzähigkeit wird die Anfangsriszlänge der Probe benötigt. Da die Balken ungekerbt getestet wurden, ist für die Bestimmung der Bruchzähigkeit keine definierte Anfangsriszlänge gegeben. Jedoch fungiert die Korngrenze selbst als Kerbe, da bei der Probenherstellung mit dem FIB der Abtrag entlang der Korngrenze höher als im Korn ist. Die Tiefe dieser Kerbe ist jedoch, wie in Abbildung 6.27 zu sehen, sehr gering und kann daher nicht genau vermessen werden.

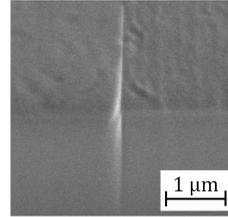


Abbildung 6.27

REM-Aufnahme eines fertig präparierten Balkens im Bereich der Korngrenze. Durch die FIB-Bearbeitung ist eine feine Kerbe entlang der Korngrenze entstanden.

Daher wurde der Bruchkennwert K_Q in Abhängigkeit möglicher Anfangsriszlänge in einem Bereich von $0 \mu\text{m}$ - $2 \mu\text{m}$ für jeden Versuch berechnet und der so erhaltene Wertebereich in Abbildung 6.28 über der Anfangsriszlänge aufgetragen. Als Kraftwert wurde der Plateauwert aus Abbildung 6.23 verwendet. Gemäß Gleichung (2.4) folgt die Kurve in Abbildung 6.28 einem Wurzelgesetz. Mit der Annahme einer Kerbtiefe von

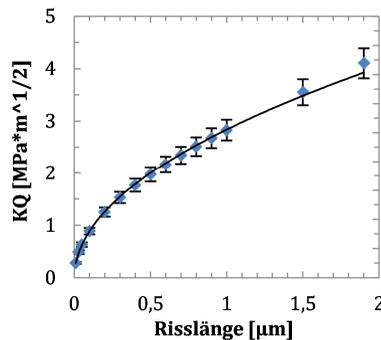


Abbildung 6.28

Ermittelte Bruchzähigkeiten aller Biegeversuche an den ungekerbten, bikristallinen Balken mit dreieckigem Querschnitt in Abhängigkeit der Anfangsriszlänge.

0,1 μm wurde ein über alle Versuche gemittelter Bruchkennwert $K_{LEBM,PL}$ von $1,1 \pm 0,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und ein Bruchkennwert K_{LEBM} von $0,22 \pm 0,02 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ berechnet.

6.2.1.2 Gekerbte bikristalline Mikro-Biegebalken

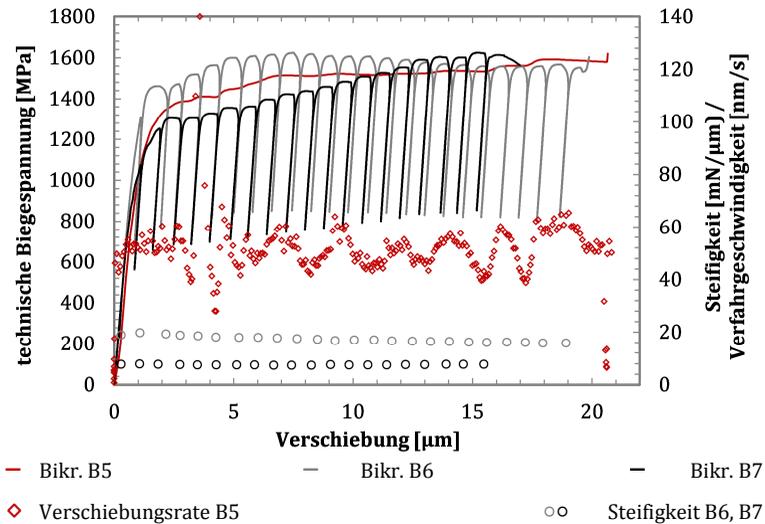
An den gekerbten bikristallinen Balken wurden wegkontrollierte Belastungsversuche und Be- und Entlastungsversuche durchgeführt. Die Biegespannung wurde nach Gleichung (4.6) an der Stelle der Korngrenze bzw. Kerbe berechnet. Die Kerben sollten dabei in den Korngrenzen der jeweiligen Balken liegen. Die Abmessungen der Proben sind in Tabelle 6.16 zusammengefasst. In Abbildung 6.29 sind die Ergebnisse dieser Versuche abgebildet.

Tabelle 6.16

Probenabmessungen der gekerbten bikristallinen Biegebalken Bikt. B5, B6 und B7.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Winkel [$^\circ$]	Kerbtiefe [μm]	Hebelarm [μm]
Bikt. B5	14,4	14,8	55,2	1,1	42
Bikt. B6	15,3	15,0	54,5	1,2	42
Bikt. B7	11,0	11,5	55,8	1,0	38

Bei diesen Versuchen ist keiner der getesteten Balken gebrochen, obwohl die Balken bei einer Hebellänge von ca. 25 μm um ca. 15-20 μm ausgelenkt wurden. Die Balken lagen zu diesem Zeitpunkt bereits auf dem Untergrund auf oder die Indenterspitze rutschte wegen der starken Durchbiegung der Balken von der Oberfläche ab.

**Abbildung 6.29**

Biegespannungs-Verschiebungskurven der bikristallinen, gekerbten Mikro-Balken mit dreieckigem Querschnitt und Kerbe und Korngrenze senkrecht zur Balkenlängsachse. Die Spannungen wurden an der Stelle der Kerbe berechnet. Für den stetig belasteten Balken B5 ist zusätzlich die Verschiebungsrates aufgetragen. Für die Be- und Entlastungsversuche an Balken B6 und B7 sind zusätzlich die aus den Entlastungssegmenten berechneten Steifigkeiten der Balken aufgetragen.

Das mechanische Verhalten der Balken ist jedoch leicht unterschiedlich. So kam es bei Balken B5 und B6 nach anfänglicher Verfestigung, zu einer erheblichen Zunahme der Verschiebung bei nahezu konstanter Kraft. Balken B7 zeigte dagegen fast über den gesamten Versuch hinweg eine stetige Verfestigung. Für die beide Be- und Entlastungsversuche B6 und B7 sind auf der rechten Achse jeweils die aus den Entlastungen bestimmten Steifigkeiten aufgetragen. Bei Versuch B6 nimmt die Steifigkeit nach dem elastischen Bereich stetig leicht ab, während sie bei Versuch B7 über den gesamten Versuch hinweg nahezu konstant bleibt. Für Versuch B5 ist auf der rechten Achse die Verschiebungsrates aufgetragen. Diese steigt bei ca. 3 µm

Verschiebung kurzzeitig relativ stark an, für den Rest des Versuchs pendelte sie dagegen um den Sollwert von 50 nm/s.

In Abbildung 6.30 a und b ist jeweils eine Übersichtsaufnahme des gesamten Balkens Bikt. 5 vor bzw. nach dem Versuch gezeigt.

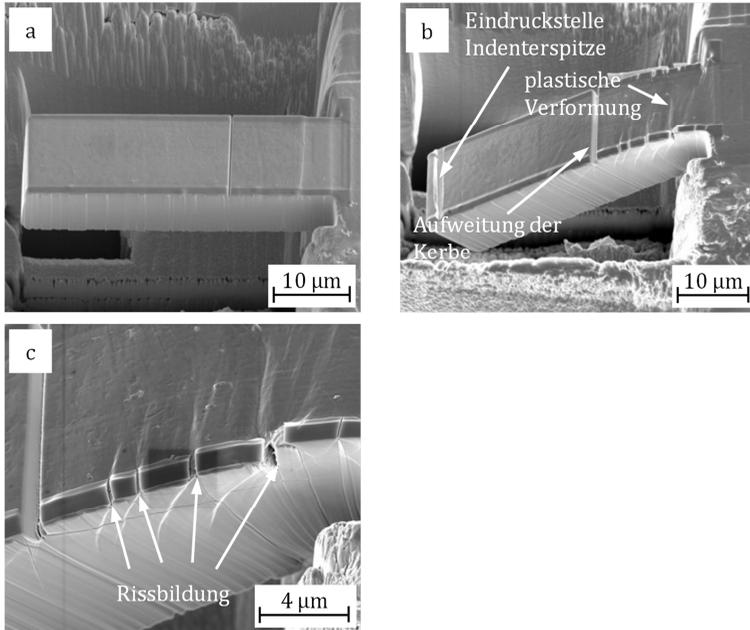


Abbildung 6.30

REM-Aufnahmen des gekerbten, bikristallinen Balkens Bikt. B5 mit dreieckigem Querschnitt vor und nach dem Versuch.

- Übersichtsaufnahme des fertig präparierten Balkens.
- Übersichtsaufnahme des Balkens nach dem Versuch. Deutlich sind plastische Verformungen an der Balkenschulter und der Kerbe zu sehen. Die Kerbe hat sich aufgeweitet. Die Indenterspitze hat eine Eindruckstelle hinterlassen.
- Nahaufnahme des Balkens im Bereich zwischen der Balkenschulter und der Kerbe. Es haben sich mehrere Risse an der Seitenfläche gebildet.

In Abbildung 6.30 b ist deutlich eine große plastische Verformung an der Balkenschulter zu sehen, zudem ist auch eine Aufweitung der Kerbe erkennbar. Am freien Ende des Balkens ist die Eindruckstelle des keilförmigen Indenters zu erkennen. Wegen der

großen Auflagefläche der Indenterspitze ist es sehr wahrscheinlich, dass der Eindruck erst beim Aufliegen des Balkens am Grund entstanden ist. Abbildung 6.30 c zeigt eine Nahaufnahme der Balkenschulter, hier sind neben der großen plastischen Verformung vor allem Risse an mehreren Stellen der Balkenkante zu sehen.

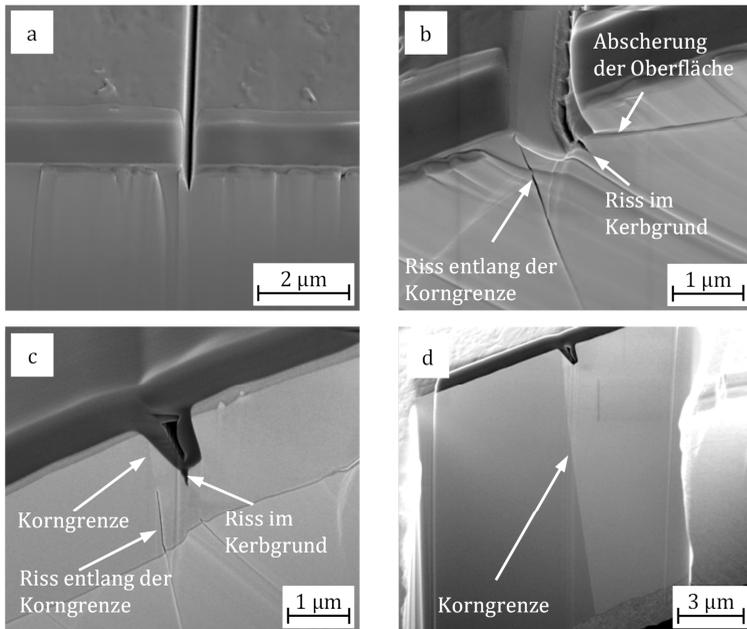


Abbildung 6.31

REM-Aufnahmen nach dem Biegeversuch an dem gekerbten, bikristallinen Balken mit dreieckigem Querschnitt Bikt. B5.

- Nahaufnahme der unverformten Kerbe. Die Kerbe läuft spitz zu.
- Nahaufnahme der Kerbe nach dem Versuch. Es hat sich sowohl ein Riss im Kerbgrund, als auch entlang der Korngrenze gebildet. Es erscheint als hätte sich die Oberfläche an der Kerbe in Richtung Balkenschulter abgeschert.
- FIB-Schnitt nahe der äußeren Flanke des Balkens im Bereich der Kerbe. Der Riss entlang der Korngrenze ist nahe der Oberfläche nicht mehr vorhanden erst unterhalb der Oberfläche ist er wieder erkennbar. Deutlich ist ein Riss im Kerbgrund zu sehen.
- FIB-Schnitt durch die Kerbe im Bereich der Balkenmitte. Anhand der unterschiedlichen Kontraste ist die Lage der Korngrenze deutlich zu sehen.

Abbildung 6.31 zeigt Nahaufnahmen der Kerbe des Balkens BIKR. B5 vor und nach dem Versuch. In Abbildung 6.31 a ist die unverformte, spitz zulaufende Kerbe zu sehen. Im Vergleich ist in Abbildung 6.31 b eine deutliche Aufweitung und Abrundung der Kerbe zu erkennen. Zudem macht es den Anschein, als wäre die Oberfläche des Balkens am rechten Ende der Kerbe, in Richtung der Balkenschulter, abgeschert. Rissbildung fand sowohl im Kerbgrund, als auch am linken Kerbufer statt. Abbildung 6.31 c und d zeigen jeweils einen senkrecht zur Kerbe positionierten FIB-Schnitt in welchem die Korngrenze sichtbar wird. Abbildung 6.31 c zeigt zunächst ein Schnitt nahe der Außenkante. Evident ist, dass der am linken Kerbufer initiierte Riss entlang der Korngrenze lief, dabei jedoch fast nur in der Nähe der Außenkante vorhanden war. In weiteren Schnitten in Richtung Balkenmitte war kein Riss entlang der Korngrenze vorhanden. Auch wird deutlich, dass die Korngrenze nicht exakt im Kerbgrund lag sondern am linken Rissufer. Abbildung 6.31 d zeigt einen Schnitt nahe der Mitte der Balkenbreite, hier ist anhand der unterschiedlichen Kontraste der verschiedenen Kristallorientierungen die Korngrenze besonders deutlich.

In Abbildung 6.32 ist der Balken BIKR. B6 nach dem Versuch gezeigt. Es sind starke plastische Verformungen im Bereich der Balkenschulter wie auch der Kerbe erkennbar, Abbildung 6.32 a. Wie in Abbildung 6.32 b gezeigt hat sich in der Kerbe und an der Korngrenze ein Riss gebildet. Dabei geht der Riss an der Korngrenze nicht von der Oberfläche aus, sondern bildet sich unterhalb dieser. Es sind Versetzungsstufen, welche gegen die Korngrenze drücken und diese spalten, erkennbar weiterhin sind feine Gleitlinien entlang jeder Versetzungsstufe zu sehen.

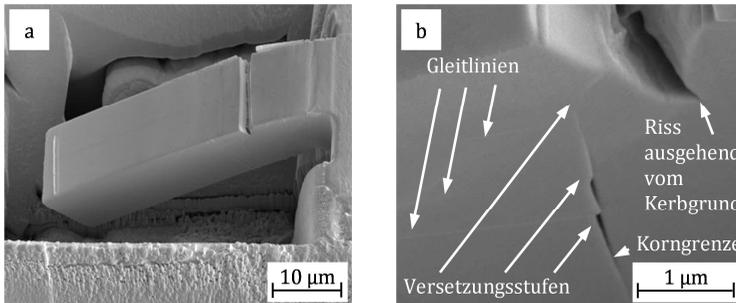


Abbildung 6.32

REM-Aufnahmen des gekerbten, bikristallinen Balkens B6 nach dem Versuch.

- Gesamtansicht des verformten Balkens nach dem Versuch. Es kam zur plastischen Verformung im Bereich der Balkenschulter und der Kerbe.
- Nahaufnahme Kerbe nach dem Versuch. Es ist ein Riss im Kerbgrund und entlang der Korngrenze erkennbar. Es sind Versetzungsstufen welche gegen die Korngrenze drücken zu erkennen. Es sind feine Gleitlinien an den Versetzungsstufen zu sehen.

6.2.2 Balken mit Korngrenze parallel zur Balkenlängsachse

Insgesamt wurden vier gekerbte bikristalline Balken, mit der Korngrenze parallel zur Längsachse getestet. Normal zur Balkenoberfläche zeigen die $\langle 001 \rangle$ und $\langle 112 \rangle$ -Richtungen. Keiner der Balken ist gebrochen. Die Kraft-Verschiebungskurve des Balkens B6 ist in Abbildung 6.33 abgebildet. Zusätzlich ist die aus den Entlastungssegmenten berechnete Steifigkeit des Balkens über der Verschiebung aufgetragen. Die Probenabmessungen dieses Balkens sind in Tabelle 6.17 aufgeführt.

Tabelle 6.17

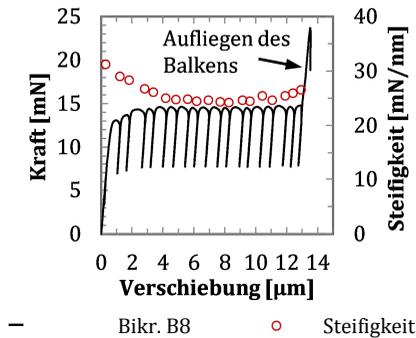
Probenabmessungen des einkristallinen Biegebalkens B6.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Winkel [$^\circ$]	Kerbtiefe [μm]	Hebelarm [μm]
B6	12,7	12,7	52,9	0,4	31

Nach einer anfänglichen Verfestigung des Balkens bildet sich ein Kraftplateau aus, die maximale Kraft bleibt während des restlichen Versuchs konstant. Der starke Anstieg der Kraft am Ende des Versuchs ist durch das Aufliegen des Balkens auf den Untergrund bedingt. Die Steifigkeit des Balkens nimmt bis zu ca. 4 μm Verschiebung stetig ab. Danach bleibt sie bis ca. 11 μm relativ konstant, bevor sie bis zum Ende des Versuchs wieder stetig ansteigt. Der Steifigkeitsanstieg ist eine Folge des Kontaktes mit dem Untergrund. Der Balken ist vor und nach dem Versuch in Abbildung 6.34 gezeigt.

Abbildung 6.33

Kraft-Verschiebungskurve des Biegeversuchs an dem bikristallinen Balken B8 mit Korngrenze parallel zur Balkenlängsachse. Zusätzlich geben die roten Kreise die Steifigkeit des Balkens über der Verschiebung an. Der Balken lag am Ende des Versuchs auf, was zum Anstieg der Kraft führte.



Der Verlauf der Korngrenze parallel zur Balkenlängsachse ist deutlich auf der FIB-Aufnahme in Abbildung 6.34 a zu erkennen. Auch auf der REM-Aufnahme in Abbildung 6.34 b ist die Korngrenze als feine, parallel zur Längsachse verlaufende Linie zu sehen. Nach dem Versuch ist der Balken deutlich ausgelenkt und es sind plastische Verformungen im Bereich der Balkenschulter und der Kerbe erkennbar, zudem ist ein deutlicher Abdruck der Indenterspitze am freien Balkenende zu sehen, Abbildung 6.34 c. Die Kerbe ist deutlich aufgeweitet und verformt. Im Bereich zwischen Balkenschulter und Kerbe hat sich ein Riss entlang der Korngrenze gebildet. Auch zwischen Kerbe und Balkenende wirkt die Korngrenze direkt hinter der Kerbe noch angerissen, Abbildung 6.34 d.

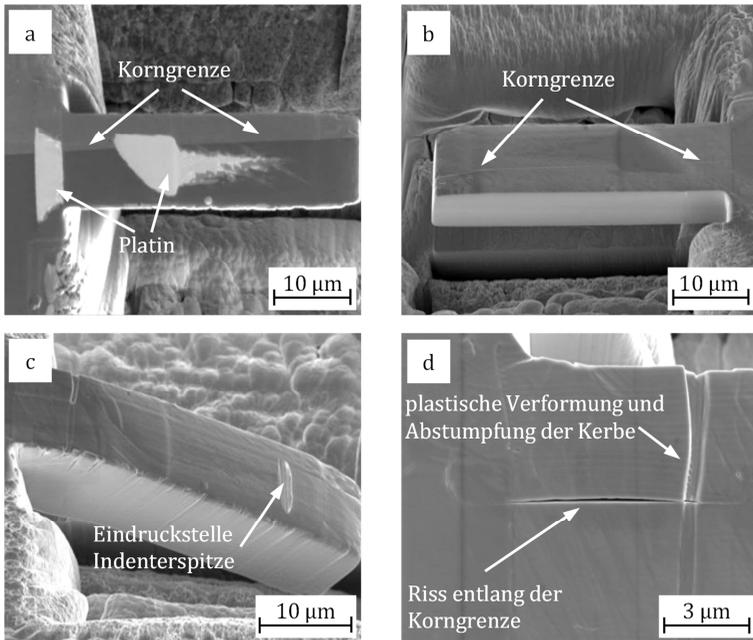


Abbildung 6.34

REM und FIB-Aufnahmen des bikristallinen Balkens B8 vor und nach dem Versuch. Die Kerbe verlief senkrecht und die Korngrenze parallel zur Balken Längsachse. Der Balken lag auf dem Untergrund auf und konnte nicht gebrochen werden. Deutlich sind plastische Verformungen an der Balkenschulter sowie der Kerbe zu sehen. Es hat sich ein Riss entlang der Korngrenze zwischen Balkenschulter und Kerbe gebildet.

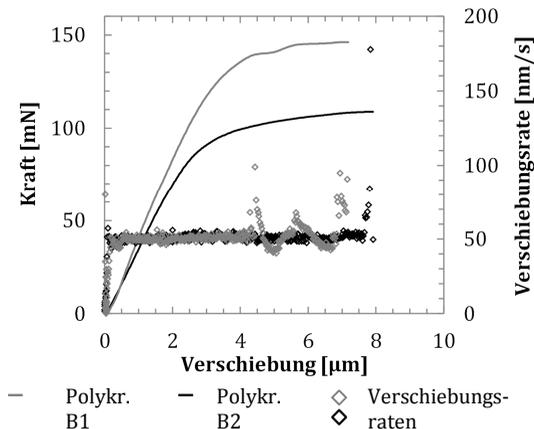
- FIB-Aufnahme des ungetesteten Balkens, die Korngrenze ist am Kontrast deutlich sichtbar.
- Fertig präparierter Balken, auch hier ist die Korngrenze als feine Linie zu erkennen.
- Getesteter Balken, es sind plastische Verformung und Aufweitung der Kerbe sichtbar.
- Nahaufnahme der Kerbe des getesteten Balkens. Die Kerbe ist deutlich plastisch verformt und abgestumpft, ein Riss ist entlang der Korngrenze entstanden.

6.3 Polykristalline Balken

Abbildung 6.35 zeigt die Kraft-Verschiebungskurven der wegkontrollierten Versuche an gekerbten polykristallinen Proben. Zusätzlich ist jeweils die Verschiebungsrate eingezeichnet. Die Abmessungen der Proben sind in Tabelle 6.18 zusammengefasst. Die Kraft wächst bei beiden Versuchen stetig bis zum Bruch an. Ein plötzlicher Anstieg in der Verschiebungsrate kann bei beiden Versuchen kurz vor dem Bruch beobachtet werden. Bei Balken Polykr. B1 sind zudem bereits während des Versuchs Instabilitäten, die sich in einem Anstiege der Verschiebungsrate widerspiegeln, zu sehen. Allerdings konnte die Regelung der Maschine die definierte Verschiebungsrate wieder einstellen.

Abbildung 6.35

Kraft-Verschiebungskurven der wegkontrollierten getesteten polykristallinen Balken mit Chevron-Kerbe. Die zusätzlich eingetragene Verschiebungsrate steigt beim instabilen Risswachstum plötzlich stark an.

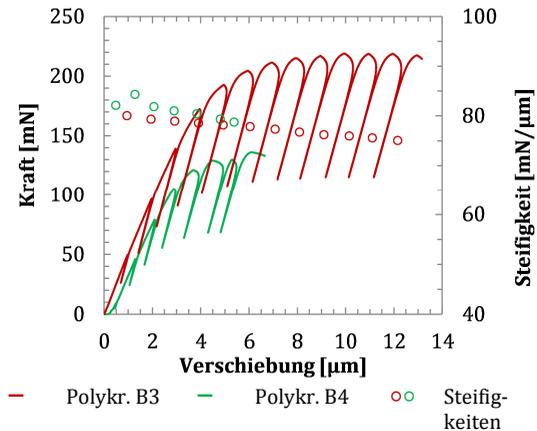


In Abbildung 6.36 sind die Kraft-Verschiebungskurven für die Be- und Entlastungsversuche dargestellt. Zusätzlich sind die aus den Entlastungssegmenten berechneten Balkensteifigkeiten aufgetragen. Die Abmessungen der Proben sind in Tabelle 6.18 zusammengefasst. Beim Balken Polykr. B3, ist nach anfänglicher Verfestigung, eine konstante Maximalkraft, bei zunehmender Verschie-

bung, bis zum Bruch der Probe zu sehen. Für den Balken Polykr. B4 nimmt die Kraft dagegen bis zum Bruch zu. Bei beiden Balken nimmt die Steifigkeit über den Versuch hinweg stetig ab. Der Balken Polykr. B4 zeigt hier, im Gegensatz zu anderen Experimenten, ein verändertes Verhalten, da die Steifigkeit im elastischen Bereich zunächst zunimmt.

Abbildung 6.36

Kraft-Verschiebungskurven der polykristallinen Balken mit Chevron-Kerbe bei Be- und Entlastung Versuchen. Während der Versuche sinkt die Steifigkeit bis zum Bruch stetig ab



In Abbildung 6.37 sind REM-Aufnahmen des Balkens Polykr. B3 vor und nach dem Versuch gezeigt. Abbildung 6.37 a zeigt den unverformten Balken mit der Kerbe nahe der Balkenschulter. Auf der in Abbildung 6.37 b gezeigten Bruchfläche sind sowohl transkristalline, wie auch interkristalline Bruchflächen erkennbar. In der vergrößerten Ansicht in Abbildung 6.37 d sind im gesamten Bereich der Chevron-Kerbe transkristalline Bruchflächen sichtbar. Es kann ein deutlicher Übergang zur interkristallinen Rissausbreitung ausgemacht werden, welcher sich über mehrere Körner hinweg ausbreitet. Der Risspfad war insgesamt sehr gezackt, wie aus der Seitenansicht in Teilbild c hervorgeht.

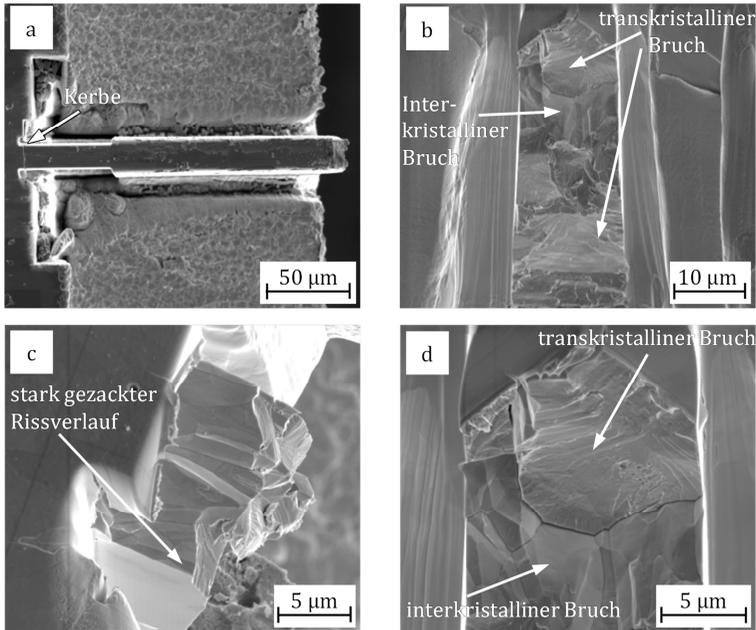


Abbildung 6.37

REM-Aufnahmen des polykristallinen Balkens Polykr. B3 mit Chevron-Kerbe vor (a) und nach (b-d) dem Biegeversuch. Die Bilder b und d zeigen Frontalansichten auf die Bruchfläche, dabei zeigt d nur den oberen Teil der Bruchfläche im Bereich der Chevron-Kerbe. Ansicht c zeigt eine Seitenansicht der Bruchfläche im Bereich der Chevron-Kerbe.

- Fertig präparierter Balken, die Kerbe liegt nahe an der Balkenschulter um plastische Verformungen an dieser zu vermeiden.
- Bruchfläche des Balkens, es sind trans- und interkristalline Bruchflächen erkennbar.
- Schrägansicht auf den gebrochenen Balken zeigt den sehr gezackten Rissverlauf.
- Nahaufnahme der Bruchfläche, es ist gleich nach der Kerbe ein transkristalliner Bruch zu erkennen, welcher in einen interkristallinen Bruch übergeht.

Tabelle 6.18

Probenabmessungen der polykristallinen Biegebalken Polykr. B1, B2, B3, B4.

	Breite [μm]	Höhe [μm]	Kerbtiefe [μm]	Verhältnis Kerbtiefe/ Höhe	Hebelarm [μm]
Polykr. B1	14,8	65,4	9,0	0,14	160,0
Polykr. B2	10,7	72,4	6,0	0,08	180,0
Polykr. B3	23,3	77,2	8,3	0,11	180,0
Polykr. B4	15,3	60,2	9,1	0,15	175,0

In Tabelle 6.19 sind die berechneten Bruchkennwerte zusammengefasst.

Tabelle 6.19

Ermittelte Bruchkennwertwerte aus den Biegeversuchen an polykristallinen Mikro-Biegebalken mit Chevron-Kerbe.

Balken	$K_{Q,LEBM}$	$K_{Q,LEBM,PL}$	$K_{Q,EPBM}$
Polykr. B1	4,6 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	8,6 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	18 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
Polykr. B2	3,3 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	10,9 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	20,7 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
Polykr. B3	3,9 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	10 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	27,1 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
Polykr. B4	-	13,5 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	21,4 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

7 Diskussion

7.1 Einfluss der Kristallorientierung auf die Zugeigenschaften von Wolfram

In Abbildung 7.1 ist jeweils eine repräsentative Spannungs-Dehnungskurve jeder getesteten Orientierung der Mikro-Zugversuche aus Kapitel 5 dargestellt. Im direkten Vergleich wird deutlich, dass die Kurven der [001]-, [111]- und [123]-Richtung zwar ein ähnliches Verformungsverhalten aufweisen, sich aber in Streckgrenze, Zugfestigkeit und Bruchdehnung unterscheiden. Noch deutlicher fällt der Unterschied zur [011]-Orientierung aus, deren Kurve als Einzige eine ausgeprägte Fließgrenze aufweist. In Abbildung 5.7 ist zum direkten Vergleich je eine repräsentative Spannungs-Dehnungskurve jeder getesteten Orientierung aufgetragen. Aus den Ergebnissen wird somit deutlich, dass die Kristallorientierung einen entscheidenden Einfluss auf die Zugeigenschaften von Wolfram hat. Um diese Orientierungsabhängigkeit mit der Literatur vergleichen zu können, wurden in Abbildung 7.1 zusätzlich die Daten von [27]–[30] aufgetragen, wobei es sich hier um Versuche an makroskopisch großen Proben handelt. All diese Versuche wurden bei Raumtemperatur mit einer Dehnrates in der Größenordnung von 10^{-4} s^{-1} durchgeführt. Die Ergebnisse sind somit gut vergleichbar. Grundsätzlich ist bei allen Kurven einer Orientierung ein ähnliches Verformungsverhalten zu beobachten. Bei den [001]-, [111]- und [123]-Richtungen ist der Übergang vom elastischen in den elastisch-plastischen Bereich jeweils fließend und mit starker Verfestigung verbunden. In [011]-Richtung zeigt sich dagegen eine ausgeprägte Fließgrenze, die sich an eine geringe Verfestigung anschließt. Unabhängig von der Orientierung

zeigen alle Zugkurven einen ausgeprägten Spannungsabfall nach Erreichen der Maximalspannung

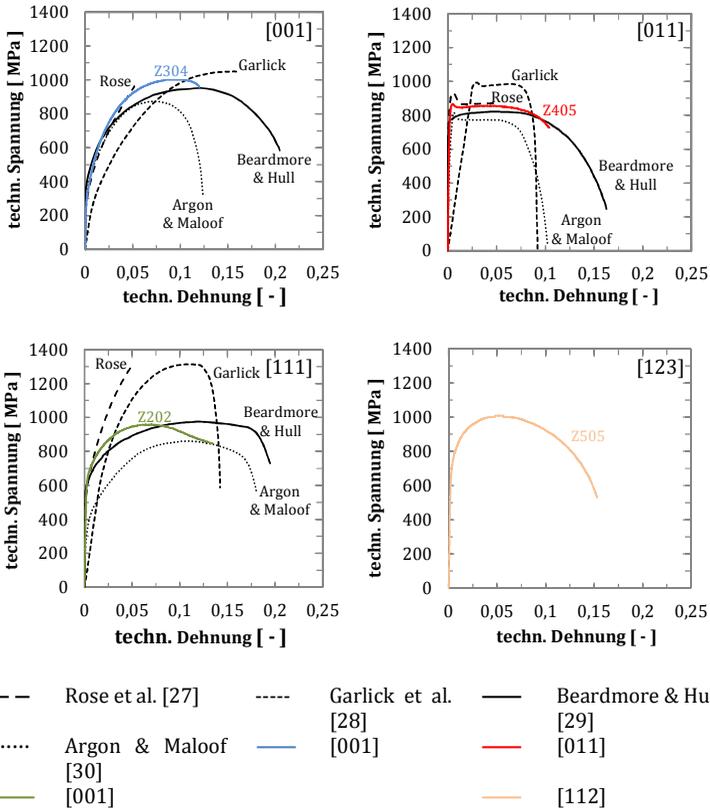


Abbildung 7.1

Vergleich der in dieser Arbeit gemessenen Spannungs-Dehnungskurven von Mikrozugproben mit makroskopischen Literaturwerten [27]–[30] für [001]-, [011]-, und [111]-Richtung in Zugrichtung. Zusätzlich ist die getestete [123]-Richtung dieser Arbeit gesondert gezeigt. Alle Versuche wurden bei Raumtemperatur und einer Dehnrates in der Größenordnung von 10^{-4} s^{-1} durchgeführt.

Neben dem eigentlichen Verformungsverhalten liegen auch die Streckgrenzen und die Zugfestigkeiten auf einem ähnlichen Niveau. Des Weiteren stimmen die Steifigkeiten der Mikro-

Zugproben dieser Arbeit gut mit den Literaturwerten überein. Davon ausgenommen sind die Kurven von Garlick [28], deren Steifigkeiten deutlich geringer ausfallen. Allerdings wurde in jener Arbeit die Probenverlängerung nicht direkt an der Messstrecke, sondern über die Bewegung des Querhauptes bestimmt. Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass der Einfluss der Kristallorientierung auf Mikro- und Makroskala vergleichbar ist. Dementsprechend kamen bei der hier verwendeten Probengeometrie der Zugproben keine Größeneffekte zum Tragen.

7.2 Einfluss der Kristallorientierung auf die Bruchzähigkeit von Wolfram

Tabelle 7.1 gibt die gemittelten Bruchzähigkeitswerte aus den reinen Belastungsversuchen in Abhängigkeit der Bruchsysteme wieder und vergleicht diese mit den Literaturwerten [6] von Versuchen an makroskopischen Proben.

Tabelle 7.1

Gemittelte Bruchkennwerte aus den reinen Belastungsbiegeversuchen an einkristallinen Mikro-Biegebalken mit Chevron-Kerbe und Vergleichswerte aus der Literatur von Riedle et. al. [6] von Versuchen an makroskopisch großen Proben.

* = Keine Mittelung, da nur ein Versuch durchgeführt wurde

Bruchsystem	$K_{Q,LEBM}$ [MPa \sqrt{m}]	$K_{Q,LEBM,PL}$ [MPa \sqrt{m}]	$K_{Q,EPBM}$ [MPa \sqrt{m}]	Literaturwert [6] [MPa \sqrt{m}]
{110}<001> <i>in situ</i>	3,9*	11,6*	32,8*	20,2 \pm 5,5
{110}<1 $\bar{1}$ 0> <i>ex situ</i>	3,5 \pm 0,5	9,1 \pm 0,2	28,1 \pm 1,5	12,9 \pm 2,1
{100}<011> <i>in situ</i>	3 \pm 0	9,8 \pm 2,2	30,9 \pm 1,3	6,2 \pm 1,7

Der Vergleich aller Werte zeigt, dass sowohl auf der Makro-, als auch auf der Mikroskala das {110}<001>-Bruchsystem die höchste

Bruchzähigkeit aufweist. Für das $\{110\}\{1\bar{1}0\}$ - und das $\{100\}\{011\}$ -Bruchsystem fallen die Ergebnisse dagegen widersprüchlich aus. Auf der Makroskala findet sich ein deutlicher Unterschied in den jeweiligen Bruchzähigkeiten, wohingegen auf der Mikroskala die Werte auf einem sehr ähnlichen Niveau liegen. Zusätzlich führen die unterschiedlichen Auswertemethoden zu sehr unterschiedlichen Bruchzähigkeiten. Im Folgenden werden die verschiedenen Auswerteverfahren diskutiert. Vergleicht man zunächst die $K_{Q,LEBM}$ -Werte mit den angegebenen Literaturwerten, fallen diese sehr gering aus und liegen eher in der Größenordnung von Keramiken [36], bei denen ein sehr spröder und verformungsarmer Bruch auftritt. Da die Bruchflächen der einkristallinen Balken, wie beispielsweise in Abbildung 6.2, Abbildung 6.9 oder Abbildung 6.16 dargestellt, massive plastische Verformung aufweisen, werden diese Werte als zu niedrig eingestuft. Die Abschätzung der kritischen Kraft F_Q nach der LEBM spiegelt nicht das Verhalten der Versuche dieser Arbeit wider. Wie in Abbildung 2.2 verdeutlicht, wird im Rahmen der LEBM von einer Rissinitiierung im Bereich zwischen Ursprung der Kraft-Verschiebungskurve und Schnittpunkt mit der 95% Sekante sowie einer geradlinigen Ausbreitung der Rissfront ausgegangen. Gemäß Abschnitt 2.3.2 zeigten die Simulationen von Bohnert [1] jedoch, dass sich bei der verwendeten Chevron-Kerbe erst nach einem relativ starken Kraftabfall nach dem Überschreiten der maximalen Kraft, eine geradlinige Rissfront ausbildet. Dafür ist eine weitaus höhere Verschiebung notwendig als von der Theorie vorausgesagt. Dementsprechend liegt die reale kritische Kraft deutlich höher. Darüber hinaus lag die Kerbe herstellungsbedingt nicht direkt an der Balkenschulter, wodurch es zusätzlich zu plastischer Verformung zwischen Kerbe und Balkenschulter kam, was die ermittelte kritische Kraft weiter verfälscht. Des Weiteren ist die plastische Zone bei allen Versuchen zu groß um die in Abschnitt 2.2.1.1 definierten Voraussetzungen für die Anwendbarkeit der LEBM zu erfüllen. Da plastische Verformung immer mit Energiedissipation einhergeht, erhöht sie

folglich die Bruchzähigkeit des Materials. Dementsprechend zu niedrig fallen somit die nach der LEBM berechneten Werte aus.

Die $K_{Q,LEBM,PL}$ Werte aus Tabelle 7.1 liegen deutlich näher an den Literaturwerten, da hier die Bestimmung der kritischen Kraft gemäß Abschnitt 4.6.2 an die Versuchsbedingungen angepasst wurde. Auch hier wurde die plastische Verformung nicht berücksichtigt, und die Werte fallen somit zu niedrig aus. Sie können aber als eine realistische Untergrenze für die Bruchzähigkeit des Materials angesehen werden.

Im Gegensatz zu den Werten der verwendeten LEBM Verfahren fallen die Werte der nach EPBM ausgewerteten Versuche vergleichsweise hoch aus. Bei dieser, in Abschnitt 2.2.1.2 vorgestellten Methodik, hat insbesondere die Arbeit, die zum Erzeugen des Risswachstums verrichtet wurde, einen großen Einfluss auf die berechnete Bruchzähigkeit. Diese Arbeit wird über die Fläche unter der Kraft-Verschiebungskurve berechnet. Jedoch führt die zusätzliche Plastifizierung zwischen Balkenschulter und Kerbe zu einer Vergrößerung dieser Fläche und somit zu einer Überhöhung der Bruchzähigkeitswerte. Dementsprechend werden die nach der EPBM bestimmten Werte als zu hoch eingeschätzt.

Da die oben diskutierten Einflüsse auf die Auswertemethoden von systematischer Natur sind, können sie nicht den Unterschied in der Orientierungsabhängigkeit zwischen Mikro- und Makroskala erklären. Daher soll zunächst die Orientierungsabhängigkeit der Ergebnisse dieser Arbeit genauer betrachtet werden. In Abbildung 7.2 ist für jede Orientierung eine Biegespannungs-Verschiebungskurve und die zugehörige Bruchfläche abgebildet. Die Biegespannungen wurden mit:

$$\sigma_b = \frac{Fl}{W_y} \quad (7.1)$$

berechnet [137]. Dabei ist F die angreifende Kraft, l der Hebelarm zwischen Kraftangriffspunkt und Kerbe und W_y das Widerstandsmoment. Das Widerstandsmoment wurde für die Querschnittsform die aufgrund der Chevron-Kerbe entsteht berechnet. Diese setzt sich aus einer rechteckigen und einer dreieckigen Fläche zusammen. Nach dem Satz von Steiner [137] wird dazu zunächst das Flächenträgheitsmoment der Gesamtfläche I_{ges} mit:

$$I_{ges} = I_D + A_D l_D^2 + I_R + A_R l_R^2 \quad (7.2)$$

berechnet. Dabei steht I_D bzw. I_R für das Flächenträgheitsmoment des Dreiecks bzw. Rechtecks welche nach:

$$I_D = \frac{B_D W_D^3}{36} \quad (7.3)$$

bzw.

$$I_R = \frac{B_R W_R^3}{12} \quad (7.4)$$

berechnet werden. A_D bzw. A_R steht für die Fläche des Rechtecks bzw. Dreiecks und l_D bzw. l_R für den Abstand der Teilschwerachsen zu dem Gesamtschwerpunkt S_{ges} des Körpers welcher nach:

$$S_{ges} = \frac{A_D S_D + A_R S_R}{A_{ges}} \quad (7.5)$$

berechnet wird. S_D bzw. S_R stehen dabei für die Schwerpunkte der einzelnen Flächen und A_{ges} für die Gesamtfläche. Das Widerstandsmoment W_y lässt sich dann nach:

$$W_y = \frac{I_{ges}}{e_l} \quad (7.6)$$

berechnen, wobei e_l für den Randfaserabstand steht.

Der Vergleich der Bruchflächen ist zunächst nicht einfach, da der Anteil der Chevron-Kerbe, welche eine stabile Rissausbreitung fördert, zur Gesamtbruchfläche stark variiert. Allerdings erscheint die in Abbildung 7.2 c abgebildete Bruchfläche am duktilsten. Hier zeigt sich auch nach der Chevron-Kerbe an den Seitenflächen noch starke plastische Verformung; nur ein kleiner Bereich innerhalb der Bruchfläche weist glatte, beinahe unverformte Bereiche auf. Die Bruchflächen aus Abbildung 7.2 a und b erscheinen eher spröde. Dieses Verhalten deckt sich mit den bestimmten Bruchzähigkeiten, die für die Orientierung der Bruchfläche aus Abbildung 7.2 c am höchsten ausfällt. Die abgebildeten Biegespannungs-Verschiebungskurven zeigen dagegen drei deutlich unterschiedliche Verläufe

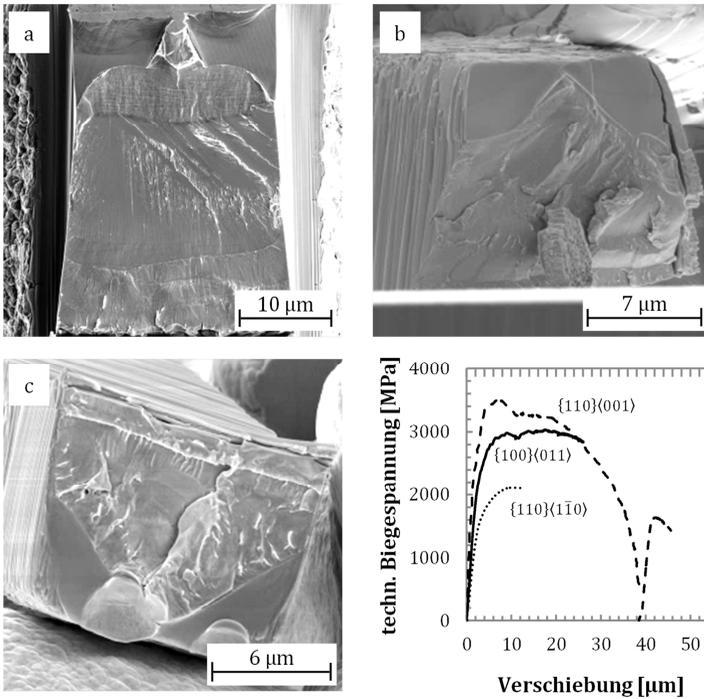


Abbildung 7.2

Aufnahmen von je einer Bruchfläche pro Orientierung der reinen Belastungsversuche mit den zugehörigen Biegespannungs-Verschiebungskurven.

- REM-Aufnahme der Bruchfläche des *ex situ* Mikro-Balkens Einkr. B5 mit einem $\{110\}\{\bar{1}\bar{1}0\}$ -Bruchsystem.
- REM-Aufnahme der Bruchfläche des *in situ* Mikro-Balkens Einkr. B9 mit einem $\{100\}\{011\}$ -Bruchsystem.
- REM-Aufnahme der Bruchfläche des *in situ* Mikro-Balkens Einkr. B7 mit einem $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem.
- Biegespannungs-Dehnungskurve von drei verschiedenen Orientierungen, passend zu den gezeigten Bruchflächen.

Bei der Auswertung nach der EPBM-Methode hat gemäß Gleichung (2.14) die Fläche unter der Kurve einen starken Einfluss auf die Bruchzähigkeit. Daher stellt sich die Frage, wieso die Bruchzähigkeiten des $\{110\}\{\bar{1}\bar{1}0\}$ und des $\{100\}\{011\}$ Systems so nahe beieinander liegen, obwohl die Flächen unter den Biegespannungs-Verschiebungskurven sehr unterschiedlich wirken.

Ein Grund ist, dass die angegebene Biegespannung nur die maximale, rein elastische Spannung an der Kerbe wiedergibt. Die Kerbformfaktoren wurden dabei nicht berücksichtigt. Dementsprechend geben die Spannungen nur einen groben Vergleichswert wieder. Des Weiteren wurden für die *ex* und *in situ* Versuche nicht dieselbe Probengröße verwendet. Durch den geringeren Querschnitt sind die *in situ* Proben weniger biegesteif. Für die gleiche maximale Biegespannung müssen die *in situ* Proben daher weiter ausgelenkt werden. Dies erschwert den Vergleich der jeweiligen Biegespannungs-Verschiebungskurven. Um die Verschiebungen vergleichbar zu machen, müssen diese entsprechend korrigiert werden. Die Biegespannung σ_B eines einseitig eingespannten Biegebalkens kann durch:

$$\sigma_B = \frac{3}{2} \frac{f E h}{l^2} \quad (7.7)$$

in Abhängigkeit von der Auslenkung f , dem E-Modul E , der Balkenhöhe h und dem Hebelarm l berechnet werden [137].

Soll die Verschiebung eines Balkens der Geometrie i mit einem Balken der Geometrie ii verglichen werden, muss berechnet werden, welche Verschiebung nötig wäre um in Balken i mit Querschnitt ii die gleiche Biegespannung wie mit Querschnitt i zu erzeugen. Demnach kann die Biegespannung gleich gesetzt werden und die Gleichung nach der Ausgangsverschiebung f_i aufgelöst werden. Die so erhaltene Korrekturfunktion lautet:

$$f_i = f_{ii} \frac{l_i^2 h_{ii}}{l_{ii}^2 h_i} \quad (7.8)$$

Korrespondiert i beispielsweise mit den *ex situ* Balken und ii mit den *in situ* Balken, kann anhand der jeweiligen Balkenhöhen und Hebelarme bestimmt werden, um welchen Faktor die Verschiebung der *in situ* Balken korrigiert werden muss, um die Biegespannungen vergleichen zu können.

Abbildung 7.3 stellt die Biegespannungs-Verschiebungskurven aus Abbildung 7.2 nach Anwendung der Korrekturfunktion (Gleichung (7.8)) dar. Dabei ist der Balken mit dem $\{110\}\langle 001\rangle$ -Bruchsystem der Referenzbalken und bleibt damit unverändert. Die Verschiebungen des $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ - und des $\{100\}\langle 011\rangle$ -Bruchsystems liegen nun beinahe gleich auf. Demnach kann davon ausgegangen werden, dass die berechneten Bruchzähigkeitswerte zumindest qualitativ das reale Werkstoffverhalten wiedergeben.

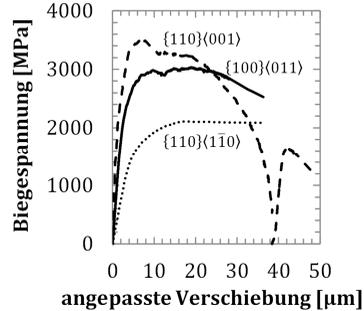


Abbildung 7.3

Spannungs-Verschiebungskurve. Dabei wurde die Verschiebung der unterschiedlichen Balken entsprechend der Querschnittsunterschiede (Gleichung (7.8)) korrigiert.

Da makroskopisch jedoch das $\{100\}\langle 011\rangle$ -Bruchsystem nur eine halb so hohe Bruchzähigkeit wie das $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -System aufweist, sind die in dieser Arbeit berechneten, relativ hohen Bruchzähigkeitswerte sowie die beobachteten großen Verschiebungen dieses Bruchsystems bemerkenswert. Im Vergleich zu den makroskopischen Werten hat demnach das makroskopisch sprödeste $\{100\}\langle 011\rangle$ -System am meisten Duktilität gewonnen. Diese Zunahme der Duktilität könnte durch die in Abschnitt 7.5 beschriebene Auswirkung der Probengröße auf den Spannungszustand hervorgerufen worden sein. Da dabei die Wirkung auf ein sehr sprödes Material wahrscheinlich höher ausfällt, als auf ein Material das sich ohnehin schon duktil verhält und eine große plastische Zone aufweist, ist der unterschiedlich starke Zuwachs nachvollziehbar. Neben dem veränderten Spannungszustand könnte aber gemäß Abschnitt 7.6 auch die FIB-Bearbeitung die Duktilität erhöht haben. Auch dabei könnte eine duktilisierende Wirkung

durch Galliumeintrag für eine spröde Orientierung höher ausfallen als für eine duktile.

Neben den reinen Belastungsversuchen wurden auch Be- und Entlastungsversuche durchgeführt. Tabelle 7.2 fasst die bestimmten Bruchzähigkeitswerte dieser Versuche zusammen

Tabelle 7.2

Bruchkennwerte aus den Biegeversuchen mit Be- und Entlastungssegmenten an einkristallinen Mikro-Biegebalken mit Chevron-Kerb.

* = Keine genaue Auswertung möglich, da Risslänge aus den *in situ* Bildern nicht erkennbar. **aus Bohnert [1].

Bruchsystem	$K_{Q,LEBM}$	$K_{Q,LEBM,PL}$ $K_{Q,LEBM,15\%}$	$K_{Q,EPBM}$	$K_{Q,EPBM,CTOD}$
	[MPa \sqrt{m}]	$K_{Q,LEBM,6\%}$ [MPa \sqrt{m}]	[MPa \sqrt{m}]	[MPa \sqrt{m}]
{110}<001> <i>in situ</i>	4,0	10,3	(22,4)*	(21,4)*
{110}< $\bar{1}\bar{1}0$ > <i>ex situ</i>	2,0	7,8	32,2	13,3**
{100}<011> <i>in situ</i>	2,8	7,1	35,4	27,5

Mit Ausnahme der $K_{Q,EPBM,CTOD}$ -Werte sind die Werte sehr ähnlich zu denen der reinen Belastungsversuche. Auch hier zeigt analog zur Makroskala das {110}<001>-Bruchsystem die höchsten Bruchzähigkeiten, während die Werte der {110}< $\bar{1}\bar{1}0$ >- und {100}<011>-Bruchsysteme wieder sehr nahe beieinander liegen. Als mögliche Ursachen für dieses Verhalten werden wiederum der veränderte Spannungszustand und die eingebrachten Gallium-Ionen betrachtet, die vermutlich einen größeren Einfluss auf das sprödere System haben.

Eine Ausnahme bildet der eingeklammerte Wert des {110}<001>-Bruchsystems. Da bei der EPBM-Auswertung die Fläche unterhalb der Kraft-Verschiebungskurve der Haupteinflussfaktor auf die berechnete Bruchzähigkeit ist, ist es wichtig den exakten Punkt in

der Kurve zu kennen, ab welchem der Riss durch die Chevron-Kerbe gelaufen ist. Für diesen speziellen Balken war das jedoch nicht aus den *in situ* Aufnahmen zu erkennen. Da für dieses Bruchsystem auch keine Simulationen vorlagen, konnte auch kein Kraftabfall Kriterium angewandt werden. Des Weiteren ist aus Abbildung 6.12 ersichtlich, dass sich in der Mitte des Balkens zwei Risse gebildet hatten, was die Definition eines Rissstartpunktes zusätzlich erschwert. Da zudem die *in situ* Aufnahmen dieses Balkens aus Abbildung 6.11 ein sehr duktilen Verhalten zeigen, ist davon auszugehen, dass der bestimmte Bruchzähigkeitswert nicht das wahre Materialverhalten widerspiegelt.

Zusätzlich sind in Tabelle 7.2 die $K_{Q,EPBM,CTOD}$ -Werte angegeben, deren Berechnung aufgrund der wiederholten Entlastungen in der Versuchsführung möglich war. Analog zur gewöhnlichen EPBM-Auswertung spiegelt auch hier der Wert des $\{110\}\langle 001 \rangle$ -Bruchsystem nicht das reale Materialverhalten wider. Der Wert für das $\{110\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ -Bruchsystem wurde von Bohnert [1] bestimmt. Dieser Vorgehensweise folgend wurde in dieser Arbeit auch ein Wert für das $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystem bestimmt. Wie aus Abbildung 6.20 d ersichtlich, ergab sich aber ein Schnittpunkt der Konstruktionslinie mit der J-R-Kurve bei bereits $\approx 5 \mu\text{m}$ Rissfortschritt. Ein möglicher Grund könnte sein, dass die Methode für die größeren *ex situ* Balken entwickelt wurde. Da ein Größeneffekt in den kleineren *in situ* Balken wahrscheinlich ist, ist eine Erhöhung der Fließspannung nicht auszuschließen. Eine höhere Fließspannung führt zu einer steileren Steigung der Konstruktionslinie und damit auch zu einem früheren Schnittpunkt mit der J-R Kurve. Aus diesem Grund wurde wie in Abschnitt 6.1.3.2 in Abbildung 6.20 d gezeigt, die Blunting-Line eingeführt. Diese berücksichtigt mögliche Größeneffekte, da sie direkt an die Anfangssteigung der Kurve angepasst wurde, also an den Teil der auf Rissabstumpfung basiert. Da der so erhaltene Bruchzähigkeitswert von $27,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ des kleineren *in situ* Balkens deutlich über dem Wert für den

ex situ Balken liegt, ist er wahrscheinlich, dass bei dieser Balkengröße mechanische Größeneffekte auftreten. Dies wird nochmals genauer in Abschnitt 7.5 diskutiert. Ein weiterer Grund ist die Gültigkeit der berechneten prozentualen Steifigkeit $k_{\%}$ nach Gleichung (4.4), da diese numerisch für ein Verhältnis von Kerbtiefe zu Höhe von 0,25 von Bohnert [1] ermittelt wurde bei diesem Balken jedoch ein Verhältnis von ca. 0,3 vorlag.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass analog zur Makroskala das $\{110\}\langle 001 \rangle$ -Bruchsystem auch auf der Mikroskala die höchste Bruchzähigkeit aufweist. Bei den $\{110\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ - und $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystemen fällt die Orientierungsabhängigkeit im Vergleich zur Makroskala geringer aus. Hier haben aber vermutlich sowohl die unterschiedlichen Probengrößen, als auch die unterschiedlichen Herstellungsbedingungen einen Einfluss. Diese Effekte werden gesondert in Abschnitt 7.5 und 7.6 betrachtet. An dieser Stelle soll betont werden, dass die berechneten Werte als Richtwerte, jedoch nicht als gültige Bruchzähigkeiten K_{IC} im Sinne der Norm verstanden werden können. Sie ermöglichen aber das Verhalten der unterschiedlich getesteten Balken innerhalb dieser Arbeit zu bewerten.

7.3 Einfluss einer Korngrenze auf die Bruchzähigkeit von Wolfram

Um den Einfluss einer Korngrenze auf die Bruchzähigkeit zu qualifizieren, sollen in diesem Abschnitt die Ergebnisse der bikristallinen Balken mit den zuvor diskutierten einkristallinen Balken verglichen werden. In Abbildung 7.4 ist dazu von den einkristallinen Proben jeweils ein repräsentativer Versuch pro Orientierung

und von den bikristallinen jeweils ein repräsentativer Versuch an einem gekerbten und einem ungekerbten Balken aufgetragen. Da die Querschnitte der Proben sehr unterschiedlich sind, wurden die gemessenen Kräfte in rein elastische Biegespannungen umgewandelt. Für die bikristallinen Balken wurden die Biegespannungen nach Gleichung (4.6) und für die einkristallinen Balken nach Gleichung (7.1) berechnet. Alle hier verglichenen Versuche sind

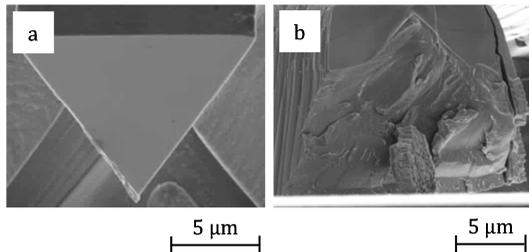
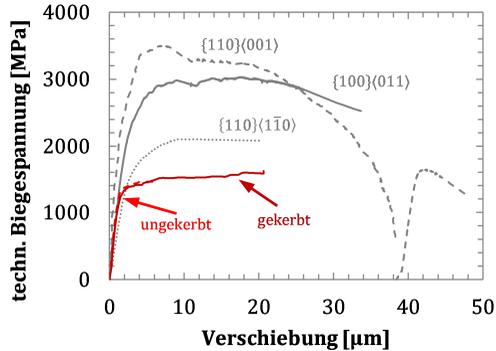


Abbildung 7.4

Vergleich des mechanischen Verhaltens von einkristallinen und bikristallinen Balken.

- REM-Aufnahme der Bruchfläche eines entlang der Korngrenze spröde gebrochenen Bikristalls.
- REM-Aufnahme der Bruchfläche eines Balkens mit $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystem.

reine Belastungsversuche ohne Entlastungssegmente. Bis auf den gekerbten bikristallinen Balken, konnten im Rahmen der Experimente alle Balken gebrochen werden. Auch wenn die Verschiebungen aufgrund von unterschiedlichen Balkendimensionen sowie Balkenformen und Hebelarmen nicht exakt verglichen werden können, ist die Verschiebung des ungekerbten Bikristalls auffallend gering. Dabei kann auch die dreieckige Form der bikristallinen Balken eine Rolle spielen, da sie instabiles Risswachstum fördert. Dementsprechend niedrig fallen die bestimmten Bruchzähigkeiten aus, die im Mittel gerade einmal $1,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ betragen. Dieser Wert ist so niedrig, dass er bereits im Bereich von spröden Keramiken liegt [18]. Dass dieser Wert aber durchaus das wahre Materialverhalten widerspiegelt, zeigt der in Abbildung 7.4 dargestellte Vergleich der Bruchflächen eines ungekerbten Bikristalls (a) mit einem Einkristall (b), dessen $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Orientierung dem makroskopisch sprödesten Bruchsystem entspricht. Hier wird deutlich, wie verformungsarm die Bruchfläche des Bikristalls ausfällt. Des Weiteren kann davon ausgegangen werden, dass aufgrund des sehr spröden Bruches und der geradlinigen Rissinitiierung die Bedingungen der LEBM erfüllt waren.

Die gekerbten bikristallinen Proben zeigen dagegen ein ähnliches Verhalten wie die einkristallinen Proben mit dem $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystem. Allerdings kann davon ausgegangen werden, dass diese Balken höhere Verschiebungen ertragen würden, da keiner der Balken zum Bruch gebracht werden konnte.

Die Ergebnisse zeigen, dass die eingebrachten Kerben das Verhalten der Balken sehr stark beeinflussen. Daher wird im Folgenden Abschnitt der Einfluss der Kerben genauer betrachtet.

7.3.1.1 Einfluss der Kerbe

Um den Einfluss der Kerbe auf das Bruchverhalten der bikristallinen Balken zu erörtern, werden zunächst die Ergebnisse der Versuche der gekerbten mit den ungekerbten Balken verglichen.

Der wohl größte Unterschied ist, dass alle ungekerbten Balken gebrochen sind, während alle gekerbten Balken nicht zum Bruch gebracht werden konnten. In Abbildung 7.4 ist jeweils eine rot markierte Biegespannungs-Verschiebungskurve eines Belastungsversuchs an einem gekerbten und einem ungekerbten Balken dargestellt. Dabei geben die Biegespannungen die Spannungen an der Kerbe bzw. Korngrenze wieder, welche mit Gleichung (4.6) berechnet wurden. Die Spannungen wurden rein elastisch berechnet, der Kerbformfaktor wurde vernachlässigt. Da die Dimensionen der beiden Balken sowie der Hebelarm sehr ähnlich sind, können die Kurven ohne weitere Korrektur der Verschiebung miteinander verglichen werden.

Die Formen der beiden Spannungs-Verschiebungskurven sind anfänglich sehr ähnlich. Beide Balken fangen bei einer vergleichbaren Spannung an zu plastifizieren. Der ungekerbte Balken bricht jedoch nach nur wenig Verfestigung, wohingegen der gekerbte Balken sich deutlich duktiler verhält. Dieses Verhalten zeigt sich auch im Vergleich der REM-Aufnahmen beider Balken nach dem Versuch, wie in Abbildung 7.5 gezeigt. In Abbildung 7.5 a ist ein entlang der Korngrenze gebrochener, ungekerbter Balken abgebildet. Abbildung 7.5 b zeigt im Vergleich dazu einen gekerbten, bikristallinen Balken. Während die Bruchfläche des ungekerbten Balkens nahezu glatt ist und zudem sehr wenig plastische Verformung zwischen Balkenschulter und Bruchfläche zu sehen ist, zeigt der gekerbte Balken starke plastische Verformung im Bereich der Kerbe bis hin zur Balkenschulter. Die Detailansichten c und d aus Abbildung 7.5 zeigen aber, dass sich auch bei dem gekerbten Balken Risse im Bereich der Kerbe und der Korngrenze gebildet haben. Dass diese Risse nicht zum Versagen geführt haben, hat vermutlich mehrere Gründe. Zum einen liegt der Kerbgrund nicht genau im Bereich der Korngrenze, daher reicht wohlmöglich die Spannungsüberhöhung an der Korngrenze nicht aus um zum Bruch zu führen. Allerdings reicht die Spannungsüberhöhung im Kerbgrund zur plastischen Verformung und

damit auch zu einem Spannungsabbau aus. Zum anderen kann das mit dem FIB eingebrachte Gallium das mechanische Verhalten des Materials beeinträchtigen. Dieser Einfluss wird in Abschnitt 7.6 gesondert betrachtet.

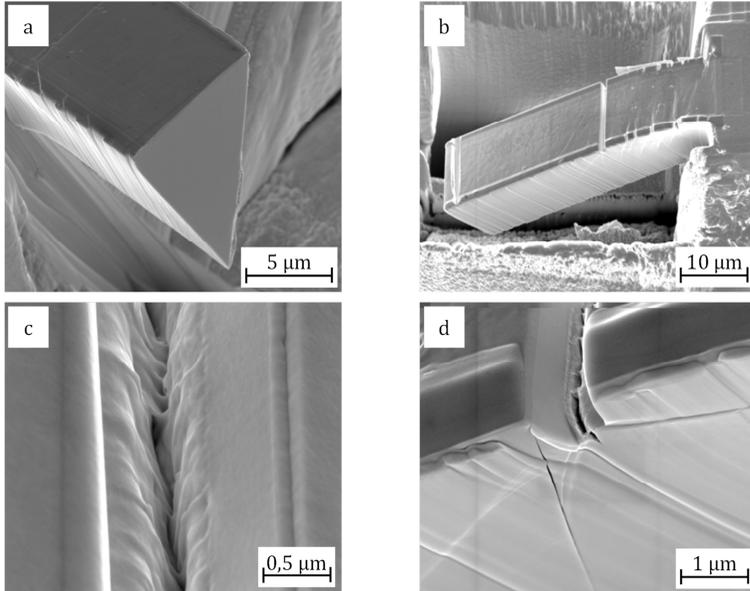


Abbildung 7.5

REM-Aufnahmen der bikristallinen Balken B1 und B5 nach den Bruchexperimenten.

- a) REM-Aufnahme des ungekerbten Balkens Bikr. B1. Der Riss lief entlang der Korngrenze. Es sind keine Verformungen auf der Bruchfläche zu erkennen.
- b) REM-Aufnahmen des gekerbten Balkens Bikr. B5. Es sind Verformungen an der Balkenschulter wie auch in der Kerbe zu sehen. Zusätzlich haben sich mehrere feine Risse von der Balkenkante aus gebildet
- c) REM-Aufnahme des gekerbten Balkens Bikr. B5. Es hat sich ein Riss in dem Kerbgrund gebildet.
- d) REM-Aufnahme des gekerbten Balkens Bikr. B5. Es hat sich ein Riss im Kerbgrund wie auch entlang der Korngrenze gebildet.

7.3.1.2 Einfluss der Orientierung der Korngrenze

Während die bikristallinen Balken, deren Korngrenzen senkrecht zur Längsachse standen, spröde brachen, ließen sich die Balken mit parallel zur Längsachse ausgerichteter Korngrenze sehr weit verformen ohne zu brechen. Folglich hat die Orientierung der Korngrenze einen großen Einfluss auf das Bruchverhalten. Dies liegt an der sogenannten Gestaltanisotropie. Bei den Proben mit der parallel zur Längsachse orientierten Korngrenze, verlaufen die maximalen Zugspannungen parallel zu dieser. Dementsprechend fehlt die Triebkraft für ein Risswachstum entlang der Korngrenzfläche. Somit bleibt der spröde Bruch aus und es kommt zur Verformung des Balkens. Die zuvor diskutierten Versuche an den gekerbten Balken haben bereits aufgezeigt, dass die bikristallinen Balken sehr große Verformung ertragen können, solange sie nicht entlang der Korngrenze brechen. Dementsprechend wurden auch hier große Auslenkungen gemessen. Die starke Verformung zeigt sich auch in Abbildung 6.34, die REM-Aufnahmen des Balkens nach dem Versuch zeigt. Allerdings ist in den Aufnahmen auch zu erkennen, dass sich ein Riss entlang eines Teils der Korngrenze gebildet hat. Eine mögliche Ursache dafür kann eine Platzierung der Indenterspitze etwas außerhalb der Balkenmitte sein. Dadurch wird ein Torsionsmoment aufgebracht, welches zu einer Verdrehung des Balkens um seine Längsachse führt und somit eine Schubspannung in der Korngrenzfläche induziert. In Abbildung 6.34 ist allerdings deutlich zu sehen, dass die Platzierung der Indenterspitze nur sehr wenig versetzt zur Mitte war, wodurch lediglich ein sehr geringes Torsionsmoment hätte aufgebracht werden können. Eine weitere Kraft welche senkrecht zur Korngrenze wirkt, resultiert aus der bei der Biegung entstehenden Streckung bzw. Stauchung der Ober- bzw. Unterseite des Balkens aufgrund der Querkontraktion. Die Spaltung entlang der Korngrenze ist jedoch eher an der Unterseite des Balkens zu erwarten, da durch die Stauchung die Korngrenze auseinandergezogen wird, wohingegen sie an der Oberseite durch die Streckung zusammen-

gedrückt wird. Die wahrscheinlichere Ursache für die Spaltung der Korngrenze liegt in der unterschiedlichen Kristallorientierung der beiden Balkenhälften. Sowohl bei den einkristallinen Balken, als auch bei den einkristallinen Zugproben zeigte sich ein stark orientierungsabhängiges Verformungsverhalten. Dementsprechend verformen sich vermutlich auch die beiden Balkenhälften unterschiedlich stark, was zu einer Spannung entlang der Korngrenzfläche führt, die letztendlich den Riss initiiert. Deutlich wird dieses Verhalten in Abbildung 6.34 c und d. Hier zeigt sich, dass die vor dem Versuch gleichmäßig ausgeprägte Kerbe nach dem Versuch auf den jeweiligen Kristallhälften unterschiedlich stark verformt ist.

Unabhängig von der Orientierung der Korngrenzen, zeigte sich in beiden Versuchen, dass die Korngrenze eine erhebliche Schwachstelle im Material darstellt. Dies deckt sich mit den meisten experimentellen Arbeiten an polykristallinem Wolfram, welche bereits in Abschnitt 2.2.2.2 zusammengefasst wurden. Jedoch ist die Lage der Korngrenze zur Rissausbreitung wie auch die exakte Lage der Kerbe und der Korngrenze von entscheidender Bedeutung.

7.4 Einfluss eines polykristallinen Gefüges auf die Bruchzähigkeit von Wolfram

In Abbildung 7.6 sind Biegespannungs-Verschiebungskurven der ein-, bi- und polykristallinen Balken aufgetragen. Obwohl die Verschiebungen der unterschiedlichen Geometrien nicht direkt miteinander verglichen werden können, kann hier aufgrund der sehr deutlichen Unterschiede ein grundsätzlicher Trend abgeleitet werden. So zeigt der Vergleich, dass die zum Brechen der polykristallinen Balken benötigte Verschiebung sehr gering war und nur eine leichte Plastifizierung in der Kurve erkennbar ist. Folglich weisen diese Balken ein spröderes Verhalten als die Einkris-

talle auf. Dies zeigt sich auch im Vergleich der Bruchflächen. Abbildung 7.6 c und d zeigen die Bruchfläche einer polykristallinen Probe. Nach Durchlaufen der Chevron-Kerbe ist zunächst keine plastische Verformung auf der Bruchfläche erkennbar, stattdessen verläuft der Bruch interkristallin über mehrere Körner bevor der Riss wieder in einen transkristallinen Verlauf übergeht. Insgesamt überwiegt zwar der transkristalline Bereich allerdings wird wahrscheinlich instabiles Risswachstum schon im interkristallinen Bereich nach der Chevron-Kerbe ausgelöst.

Im Vergleich ist in Abbildung 7.6 a eine Bruchfläche der sprödesten einkristallinen Orientierung gezeigt. Auch diese wirkt generell sehr spröde, jedoch sind auf der Bruchfläche stellenweise Rauheiten erkennbar. Hingegen sind die Bruchflächen der ungekerbten bikristallinen Proben am verformungsärmsten (Abbildung 7.6 b). Anders als bei dem polykristallinen Balken, bei dem der Riss aufgrund der Kornstruktur den Risspfad ändert und schließlich wieder transkristallin verläuft, verläuft der Riss hier entlang einer einzigen Korngrenze. Die berechneten Bruchzähigkeiten geben diese relative Rangfolge wieder

So zeigen auch hier die ungekerbten bikristallinen Balken die niedrigsten und die einkristallinen *in situ* Balken die höchsten Bruchzähigkeitswerte. Die polykristallinen Werte liegen dazwischen. Hier sei jedoch angemerkt, dass alle Balken unterschiedliche Größen aufweisen und somit die Staffelung der Bruchzähigkeiten auch auf Größeneffekten beruhen kann. Dieser Sachverhalt wird in Abschnitt 7.5 nochmals gesondert betrachtet.

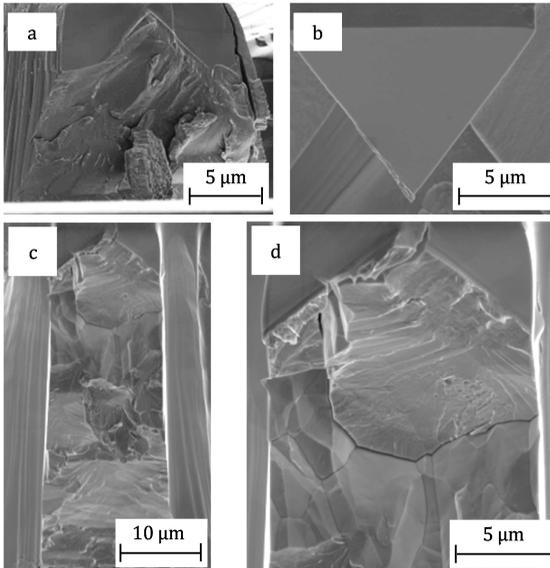
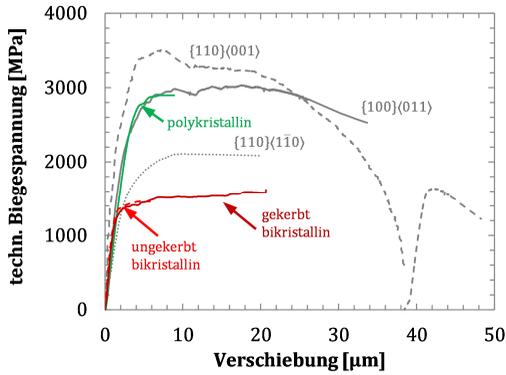


Abbildung 7.6

Vergleich der Spannungs-Verschiebungskurven und der Bruchflächen der ein-, bi- und polykristallinen Probentypen.

- REM-Aufnahme der Bruchfläche einer einkristallinen Probe mit $\{100\}\langle 011\rangle$ -Bruchsystem und Chevron-Kerbe.
- REM-Aufnahme einer Bruchfläche eines bikristallinen ungekerbten Balkens mit dreieckigem Querschnitt. Die Rissausbreitung verlief entlang der Korngrenze.
- d) REM-Aufnahme der Bruchfläche, mit interkristallinen wie auch transkristalline Bruchflächen, eines polykristallinen Balkens.

7.4.1.1 Vergleich mit Literaturwerten

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der Versuche an den polykristallinen Mikro-Balken mit denen makroskopischen Literaturwerten von Rupp [7] verglichen. Da dasselbe Ausgangsmaterial verwendet wurde, sind die Ergebnisse sehr gut vergleichbar. Im Rahmen dieser Arbeit wurden nur Versuche durchgeführt, bei denen die Rissfront senkrecht zur Walzrichtung und zu den Korngrenzen ausgerichtet war. Diese Orientierung ist in Abbildung 2.6 a als L-R Richtung schematisch verdeutlicht. Rupp [7] beobachtete für diese Orientierung bei Raumtemperatur ein rein linear-elastisches Verhalten mit anschließendem katastrophalem Versagen. Im Gegensatz dazu trat in dieser Arbeit, gemäß Abbildung 6.35 und Abbildung 6.36, ein elastisch-plastisches Verhalten vor dem katastrophalen Versagen auf. Allerdings kann der plastisch wirkende Anteil der Kraft-Verschiebungskurve auch durch die stabile Rissausbreitung im Bereich der Chevron-Kerbe entstanden sein. Doch auch wenn es zu keiner stabilen Rissausbreitung kommen würde, kann die plastische Verformung als relativ gering angesehen werden, da bei diesen Versuchen der Hebelarm deutlich größer als bei den anderen Versuchstypen war. Dementsprechend führen die eher geringen Verschiebungen von ca. 7-13 μm nur zu sehr geringen Dehnungen im gekerbten Bereich.

Bei Raumtemperatur beobachtete Rupp [7] fast ausschließlich transkristalline und nur sehr vereinzelt interkristalline Rissausbreitung. Auch in dieser Arbeit überwiegt der transkristallinen Bereich, jedoch sind auch relativ große interkristalline Gebiete zu beobachten, die bereits größer als die einzelnen Körner sind. Wie aus Abbildung 2.6 b ersichtlich liegt bei Raumtemperatur die von Rupp [7] bestimmte Bruchzähigkeit bei ungefähr $13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Die in dieser Arbeit bestimmten Durchschnittswerte liegen je nach Auswertemethode deutlich darunter oder deutlich darüber. So ergibt sich nach der LEBM Methodik, ausgehend von dem Kraftplateauwert, eine gemittelte Bruchzähigkeit von $10,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Die

EPBM führt zu einem Durchschnittswert von $21,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Wie in Abschnitt 7.2 diskutiert, werden die nach der LEBM ermittelten Werte als unterer Grenzwert angesehen, wohingegen die EPBM-Methode eher einen zu hohen Wert wiedergibt. Dementsprechend kann hier also nur eine Ober- und Untergrenze für die Bruchzähigkeit angegeben werden.

Im Vergleich mit dem Proben von Rupp [7], sind die in dieser Arbeit untersuchten Proben deutlich kleiner. Der Einfluss der Probengröße und der Herstellungsverfahren auf die Bruchzähigkeit wird in den nachfolgenden Abschnitten diskutiert.

7.5 Einfluss der Probengröße auf das mechanische Verhalten von Wolfram

Für die Versuche in dieser Arbeit wurden verschiedene Probengrößen verwendet. Die Probengröße kann auf der Mikroskala einen sehr großen Einfluss auf das Materialverhalten haben, was im Folgenden diskutiert wird.

Die größten Proben wurden bei den Mikro-Zugversuchen eingesetzt. Hier waren gemäß Abschnitt 7.1 die Festigkeiten der einzelnen Orientierungen gut mit den Literaturwerten von Makroproben vergleichbar. Bei dieser Probengröße wurde kein festigkeitssteigender Größeneffekt beobachtet. Dies lässt sich zum einen darauf zurückführen, dass auf dieser Größenskala noch Versetzungsbewegung wie im Vollmaterial möglich ist [79]; zum anderen ist der Einfluss der GNDs aufgrund der einachsigen Belastung gering. Allerdings könnten sogenannte Skalierungseffekte auftreten, da die maximal mögliche Defektgröße immer von der Probengröße begrenzt ist. Dementsprechend ist davon auszugehen, dass die vergleichsweise kleinen Proben dieser Arbeit kleinere Defekte beinhalten. Der Einfluss von Defekten ist bei einem duktilen Materialverhalten normalerweise begrenzt, da Spannungsspitzen

durch plastische Verformungen abgebaut werden können. Allerdings zeigt ein Vergleich von Spannungs-Dehnungskurven aus Zugversuchen mit unpolierter und polierter Seitenfläche, dass die Oberflächenqualität einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat. Bei diesen Versuchen sind die Seitenflächen besonders kritisch da sie mittels Drahterodieren geschnitten wurden was zu Rauheit und Rissen führt. Zwar wurden diese Flächen, wie in Kapitel 4.3 erläutert, mittels Elektropolieren nachbearbeitet, jedoch bleiben, wie in Abbildung 7.7 d dargestellt, eine gewisse Restrauheit und einige größere Vertiefungen bestehen. Von diesen Vertiefungen gingen Rissbildung und Bruch aus. Damit stellen sie auch die größten Defekte im Material dar. Da demnach die größten Defekte auf das Herstellungsverfahren zurückzuführen sind, ist es nicht möglich Skalierungseffekte auf Basis unterschiedlicher Defektgrößen mit diesem Verfahren zu untersuchen. Wie stark sich in diesem Fall jedoch Defekte auf das mechanische Verhalten auswirken, wird in Abbildung 7.7 verdeutlicht, in der eine unpolierte Probe mit einer seitlich elektropolierten Zugprobe der gleichen Orientierung verglichen wird. Die Zugrichtung lag dabei nahe der $[001]$ -Richtung. Deutlich ist der große Einfluss der Oberflächenqualität auf das mechanische Verhalten zu beobachten. Obwohl die Streckgrenzen bei fast derselben Spannung auftreten, sind die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung der polierten Probe deutlich höher. Die Zugfestigkeiten der elektropolierten Proben liegen im oberen Bereich der Literaturwerte der makroskopischen Zugversuche, obwohl auch an diesen Proben Restdefekte nach dem Polieren vorhanden waren. Demnach ist nicht auszuschließen, dass auf der hier betrachteten Größenskala Festigkeitssteigerungen möglich wären, da Einschnürungen ohne das Vorhandensein von Defekten bei höheren Spannungen auftreten würden. Dies kann jedoch anhand der vorliegenden Ergebnisse nicht belegt werden.

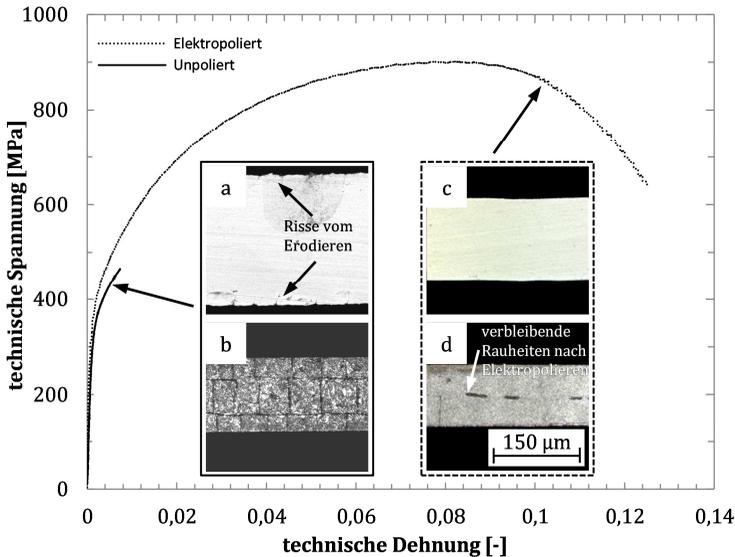


Abbildung 7.7

Einfluss der unpolierten und elektropolierten Seitenfläche der Mikro-Zugproben, auf das mechanische Verhalten von Wolfram im Zugversuch. Die Zugrichtung lag nahe der [001]-Richtung.

- Mikroskopische Aufnahme der Oberfläche der Mikro-Zugprobe nach dem Erodieren und dem mechanischem Polieren.
- Mikroskopische Aufnahme der Seitenfläche der Mikro-Zugprobe nach dem Erodieren.
- Mikroskopische Aufnahme der Oberfläche der Mikro-Zugprobe nach dem Erodieren, Elektropolieren und mechanischem Polieren.
- Mikroskopische Aufnahme der Seitenfläche der Mikro-Zugprobe nach dem Erodieren und Elektropolieren.

Bei den Mikro-Biegeversuchen wurden deutlich kleinere Probengrößen eingesetzt. Diese stellt wahrscheinlich den kritischsten Faktor bei der Bestimmung der Brucheigenschaften in dieser Arbeit dar. Wegen der kleinen Abmessungen dominiert nicht zwangsläufig der ebene Dehnungszustand, sondern es kann ein ebener Spannungszustand vorherrschen. Aufgrund der geringeren Fließbehinderung können sich die Versetzungen dabei leichter bewegen und folglich Spannungen besser abbauen. Dadurch steigt die gemessene Bruchzähigkeit an. Der bestimmte Wert entspricht

Tabelle 7.3

Abgeschätzte Größen der plastischen Zonen im Vergleich zu den mittleren Balkenhöhen der jeweiligen Balkentypen für die verschiedenen Rissysteme. Zusätzlich sind die verwendeten Bruchkennwerte sowie die verwendeten $R_{p,02}$ Werte angegeben. Die Berechnung der plastischen Zone erfolgt über Gleichung (7.9) mit Annahme eines ebenen Dehnungszustands.

Bruchsyste- m	$K_{Q,LEBM,PL}$ [MPa \sqrt{m}]	Streck- grenze $R_{p,02}$ [MPa]	Radius der plastischen Zone [μm]	Restligament ($W-a$) [μm]
{110}<001> <i>in situ</i>	11,6*	362,3	57,7	5,5
{110}< $\bar{1}\bar{1}0$ > <i>ex situ</i>	9,1 \pm 0,2	784,6	7,6	26,1 \pm 0,8
{100}<011> <i>in situ</i>	9,8 \pm 2,2	784,6	8,8	8 \pm 0,6

Der Vergleich des Restligaments $W-a$ mit dem berechneten Radius der plastischen Zone macht deutlich, dass diese in den kleineren *in situ* Balken eindeutig zu groß ist. So nimmt die plastische Zone im Falle der *in situ* Versuche das komplette Restligament ein. Auch nach dem Kriterium aus Gleichung (2.7), welches die Mindestmaße der Proben im Vergleich zur plastischen Zone für die LEBM beschreibt, sind die *in situ* Proben für einen gültigen Wert zu klein. Dementsprechend kann davon ausgegangen werden, dass bei den kleineren *in situ* Balken kein reiner, ebener Dehnungszustand vorliegt. Folglich müssen sich höhere Bruchzähigkeiten als auf der Makroskala einstellen. Allerdings ist die Streckgrenze aus den Zugversuchen an relativ großen Proben, im Vergleich zu den Mikro-Biegebalken, gemessen worden. Die tatsächliche Streckgrenze der Biegebalken könnte daher höher sein als angenommen, was wiederum eine kleinere plastische Zone zur Folge hätte. Die Belastungsart selbst stellt einen weiteren Einflussfaktor dar. Im Zugversuche herrscht bis zur Einschnürung ein einachsiger Spannungszustand, im Biegeversuch dagegen von Beginn an ein mehrachsiger. Daher werden nach der Dehnungsgradienten

Theorie im Biegeversuch GNDs erzeugt, was die Streckgrenze zusätzlich erhöht und die plastische Zone verkleinert. Dieser Effekt ist in den kleinen Balken größer, da die Anzahl der GNDs gemäß Gleichung (2.19) und (2.20) linear mit dem Dehnungsgradienten und somit auch mit der Balkenhöhe skaliert. Auch der Aufstau von Versetzungen an der neutralen Faser könnte einen Einfluss auf die Streckgrenze haben. In Abschnitt 2.3.1 ist dies genauer erläutert. Aus diesen Gründen ist es möglich, dass die plastischen Zonen in den Balken kleiner sind, als die Abschätzungen, die in Tabelle 7.3 angegeben sind. Die in Kapitel 2.3.1 in Abbildung 2.7 dargestellten Ergebnisse an Mikro-Kupferbalken [83] zeigten, dass ab einer Balkenhöhe von ungefähr $6\ \mu\text{m}$ ein starker Größeneffekt in der Fließspannung zu erkennen ist. Da die kleinsten Balken aus der vorliegenden Arbeit ebenfalls in diesen Größenbereich fallen, sind auch hier solche Größeneffekte nicht auszuschließen. Jedoch würden all diese festigkeitssteigernden und somit auch versprödenden Effekte stärker bei den kleineren Balken zum Tragen kommen, was in den Ergebnissen nicht beobachtet werden konnte. Da es aufgrund des vorherrschenden ESZ jedoch auch einen duktilisierenden Effekt gibt, kommt es hier wohlmöglich zu einem Wechselspiel der festigkeitssteigernden und der duktilisierenden Effekte.

Für die größeren *ex situ* Balken ist der von Bohnert [1] mit der EPBM berechnete Wert von $12,9\ \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ nach Gleichung (2.16) gültig. Zusätzlich wurde die Gültigkeit des verwendeten lokalen, phänomenologischen Kristallplastizitätsmodells in [138] für die Größenordnung der *ex situ* Balken erläutert. Eine Plastizitätstheorie, welche Versetzungsflüsse berücksichtigt, würde nur benötigt werden, wenn die Abgleitlänge einer Versetzung größer als das Finite-Elemente-Netz wäre, oder die Versetzungen die Probe verlassen könnten und es dabei z.B. zu einer Verarmung an Versetzungen kommen würde, oder komplexe mehrachsige Spannungszustände das System dominieren, wobei statistisch verteilte

Versetzungen und GNDs ineinander umgewandelt werden würden [139], [140]. Dies ist aufgrund der Balkendimension und der relativ einfachen Deformationsart nicht gegeben. Auch ist es nicht nötig eine größenabhängige Verfestigung in die Simulationen zu integrieren. Eine größenabhängige Verfestigung kann mit Hilfe von Dehnungsgradienten Theorien berechnet werden, jedoch müssen hierzu die internen Material-Längenskalen genau bestimmt werden. In [138] wurde ein ungefährender Wert von $11\ \mu\text{m}$ für die interne Längenskala l_{in} nach der Dehnungsgradienten Theorie [141] mit:

$$l_{in} = 3b\alpha_T^2 \left(\frac{G_{Schub}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (7.10)$$

berechnet. Dabei ist die Fließspannung $\sigma_y = 410\ \text{MPa}$, der Verfestigungsfaktor nach Taylor $\alpha_T = 0,3$, der Schubmodul $G_{Schub} = 160\ \text{GPa}$ und der Betrag des Burgers-Vektors $b = 0,27\ \text{nm}$. Der Wert von l_{in} ist deutlich kleiner als die Abmessungen der *ex situ* Balken. Daher wird einem größenabhängigen Verhalten nur ein vernachlässigbarer Einfluss zugeschrieben. Dies steht auch im Einklang mit der Literatur [80], [142] in welcher von nur sehr geringem größenabhängigen Verhalten bei Systemen oberhalb von ca. $30\ \mu\text{m}$ berichtet wird.

Wie in Tabelle 7.3 zu sehen, sind für die kleineren *in situ* Biegebalken hingegen wichtige Abmessungen, wie beispielsweise das Restligament *W-a*, kleiner als $11\ \mu\text{m}$. Daher können Größeneffekte hier durchaus eine Rolle spielen. Das in Kapitel 4.6.2 vorgestellte Auswerteverfahren nach Bohnert [1] ist somit nicht einfach auf kleinere Balken übertragbar, was auch in Abbildung 6.13 und Abbildung 6.20 f zu sehen ist.

Größeneffekte, die auf der vom Probenvolumen begrenzten Defektgröße beruhen, werden hier nicht in Betracht gezogen, da die Kerbe in allen Proben den wahrscheinlich größten Defekt darstellt.

7.6 Einfluss der Probenherstellung auf die ermittelten Kennwerte

Auch das Herstellungsverfahren könnte einen Einfluss auf das mechanische Verhalten der Proben haben, insbesondere die Bearbeitung mit dem FIB. In mehreren Arbeiten [143]–[146] wurde gezeigt, dass die Gallium-Ionen des FIB-Strahls eine Veränderung des bearbeiteten Materials hervorrufen können. Beispielsweise wurde von der Ausbildung einer amorphen Schädigungsschicht in Silizium [147] oder der Bildung von Ausscheidungen an der Oberfläche von Kupfer und von Mischkristallen an der Oberfläche von Aluminium [148] berichtet. Bei Versuchen an Kupferproben, welche unter verschiedenen Strahlbedingungen mit Gallium-Ionen beschossen wurden, konnten Galliumkonzentrationen von bis zu 20 at.-% in mehreren Nanometern Tiefe unterhalb der Oberfläche gefunden werden. Selbst in einer Tiefe von 50 nm konnten noch 2 at.-% Gallium nachgewiesen werden [145]. Eine weitere Studie beschäftigte sich mit einer einkristallinen Molybdän-Legierung. Dabei wurden jeweils mit und ohne FIB behandelte Flächen indentiert. Die bestimmten mechanischen Eigenschaften der beiden Flächen unterschieden sich deutlich. So zeigte die behandelte Fläche zum einen eine höhere Härte, zum anderen traten im Gegensatz zur unbehandelten Fläche keine Dehnungssprünge mehr auf. Dehnungssprünge korrelieren mit dem Übergang von elastischer zu plastischer Verformung. Aufgrund dieses Verhaltens wurde angenommen, dass die FIB-Bearbeitung Versetzungen in das Material einbringt und diese folglich nicht erst in den Dehnungssprüngen nukleiert werden müssen [143]. Vergleichbare Ergebnisse zeigten auch Druckversuche an Mikro-Säulen [149]. Ohne FIB-Bearbeitung hergestellte Säulen kamen sehr nahe an die theoretische Festigkeit, während mittels FIB hergestellte Säulen deutlich niedrigere Druckfestigkeit

ten aufwiesen. Dieses Verhalten wurde auch auf durch Galliumbeschuss eingebrachte Versetzungen zurückgeführt.

Generell zeigten alle Studien, dass die Schädigung stark vom verwendeten Material und den Strahlparametern des FIBs - Beschleunigungsspannung, Ionendosis und Einstrahlwinkel - abhängt. Wobei die Ionendosis für die Stärke der Schädigung und die Beschleunigungsspannung für die Tiefe verantwortlich ist. Über den Einstrahlwinkel können beide Schädigungsparameter beeinflusst werden, wobei bei senkrechter Bestrahlung beide Parameter erwartungsgemäß am größten sind. Alle berichteten Schäden hatten eine maximale Tiefe von ca. 100 nm. Folglich sollten sie nur das Materialverhalten von Proben im Submikrometerbereich beeinflussen. Zu Wolfram selbst wurden bisher jedoch noch keine Untersuchungen veröffentlicht. Eine Beeinflussung des mechanischen Verhaltens der Mikro-Biegebalken dieser Arbeit, kann daher aufgrund der bisher unerforschten Auswirkungen der FIB-Präparation auf Wolfram nicht ausgeschlossen werden. Eine grobe Abschätzung der Ionendosis D kann mit:

$$D = \frac{I t}{e A} \quad (7.11)$$

ermittelt werden [150], dabei steht I für den Strahlstrom, t für die Strahlzeit, e für die Elementarladung und A für die bestrahlte Fläche. Alleine die Freistellung der auskragenden Platte, aus der die einkristallinen Biegebalken der *in situ* Versuche herausgeschnitten wurden, benötigt eine Bearbeitungsdauer von ca. 15 h bei einem Strahlstrom von 65 nA und einer Beschleunigungsspannung von 30 kV. Dementsprechend wurde eine Galliumionendosis von $3,25 \times 10^{20} \text{ cm}^{-2}$ in das Material eingebracht. Da der Einfall jedoch streifend war, stellt diese Ionendosis eine Obergrenze dar. Allerdings liegt diese Dosis bereits um zwei Größenordnungen über der Dosis der Schädigungsuntersuchungen an

Kupfer [145], die $7,5E18 \text{ cm}^{-2}$ betrug. Dieser Wert gibt zwar zunächst nur an, welche Ionendosis pro Flächeneinheit benötigt wurde um dieses Material zu entfernen, jedoch lag die Unterseite der Balken dabei direkt an der Schneidezzone. Daher ist davon auszugehen, dass die Unterseite der Balken einer extremen Galliumbelastung ausgesetzt war. Dasselbe gilt natürlich auch für die danach bearbeiteten Seitenflächen. In Abbildung 7.9 sind die Ergebnisse einer im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Monte Carlo Simulation mit TRIM [151] zur Eindringtiefe von Gallium-Ionen in eine Wolframmatrix dargestellt. Ein Schnitt durch die Probe mit der Ionenverteilung ist in Abbildung 7.9 a gezeigt. Die y-Achse ist hierbei die Oberfläche mit dem exakt mittig positionierten Gallium-beschuss, die x-Achse stellt die Tiefe der Probe dar.

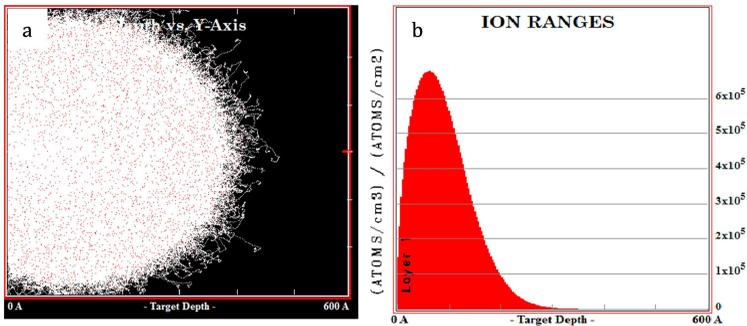


Abbildung 7.9

Monte Carlo Simulation mit TRIM [151] zur Eindringtiefe der Gallium-Ionen in Wolfram während des Schneidvorgangs mit dem FIB. Die Beschleunigungsspannung betrug 30 kV, der Einstrahlwinkel war senkrecht zur Oberfläche.

- Schnitt durch die Probe nach Galliumeintrag. Die x-Achse ist die Oberfläche der Probe, die y-Achse die Tiefe. Die Eindringtiefe erreicht nur ca. $0,04 \mu\text{m}$.
- Verteilung der Ionen über die Eindringtiefe. Das Maximum befindet sich in einer Tiefe von ca. $0,008 \mu\text{m}$.

Die maximale Eindringtiefe der Gallium-Ionen geht nicht über ca. $0,04 \mu\text{m}$ hinaus. Bei der Simulation wurde von einer Ionenenergie von 30 kV und einem senkrechten Einstrahlwinkel ausgegangen. Abbildung 7.9 b gibt die Menge der Ionen über die Tiefe an, das Maximum liegt dabei in nur ca. $0,008 \mu\text{m}$ Tiefe. Die simulierte

Eindringtiefe ist in Relation zu den Probenabmessungen gering und die FIB-Bearbeitung sollte keinen Einfluss auf das mechanische Verhalten der Mikro-Balken haben. Allerdings sollte dieses Ergebnis kritisch betrachtet werden, da die Simulation von einem amorphen Material ausgeht und sogenannte Gitterführungseffekte (engl.: channeling) vernachlässigt. Insbesondere bei einkristallinen Materialien kann es zu diesen Gitterführungseffekten kommen, die die Eindringtiefe der Ionen in das Material deutlich erhöhen [152]. Dabei kommt zum Tragen, dass niedriginduzierte Kristallebenen eine hohe atomare Dichte aufweisen, wodurch der Abstand zur nächsten Ebene relativ groß ist. Wird nun ein Ion unter einem flachen Winkel zwischen solche Ebenen geschossen, zwingen die hohen Wechselwirkungspotentiale der beiden Ebenen das Ion auf eine oszillierende Bahn. Dieses Phänomen heißt planare Gitterführung, während axiale Gitterführung die Ausbreitung entlang einer niedriginduzierten Richtung mit hoher Atomdichte bezeichnet [152]. Bei der Probenherstellung mittels FIB erfolgte das grobe Zuschneiden immer senkrecht zu niedrig induzierten Ebenen und Richtungen, und folglich könnte die Eindringtiefe des Galliums durch solche Gitterführungseffekte deutlich größer sein als in der Simulation. Ein weiterer Effekt, welcher größere Eindringtiefen der Gallium-Ionen hervorrufen kann, ist die Diffusion. Bislang sind jedoch weder Daten zur Diffusion von Gallium in Wolfram noch Phasendiagramme, die die Löslichkeit beschreibt verfügbar. Folglich kann nicht ausgeschlossen werden, dass Diffusionsvorgänge zu einem tieferen Eindringen des Galliums in den Wolframbalken geführt haben.

Neben dem eigentlichen Zuschnitt der Balken, wurden auch alle Kerben mittels FIB eingebracht. Zwar waren dafür die Bearbeitungszeit und die Stromstärke sehr niedrig, jedoch zeigten die meisten Bruchflächen, vor allem im Bereich der Chevron-Kerbe, ein sehr duktiler Verhalten. In Abbildung 7.10 sind beispielhaft einige *in situ* Aufnahmen eines Versuchs am $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem dargestellt. Plastische Verformung ist sehr deutlich

im Kerbgrund zu sehen. Bei genauerer Betrachtung des mit der roten Linie markierten Übergangs vom Kerbsteg zur Kerbflanke, kann beobachtet werden, wie sich der Steg mit zunehmender Kerböffnung nach unten absenkt. Dabei bewegt er sich jedoch nicht von der Kerbflanke weg, wie es vermutlich bei Risswachstum zu beobachten wäre. Vielmehr macht es den Anschein, als würde die Kerböffnung nur durch die plastische Verformung des Stegs von statten gehen und nicht auf Rissfortschritt basieren.

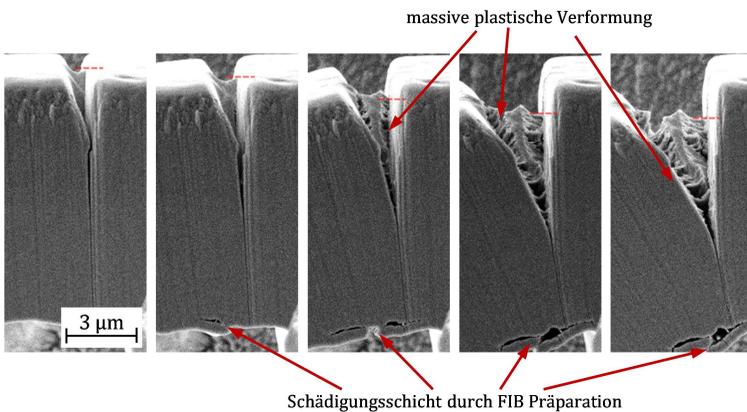


Abbildung 7.10

Plastisches Verhalten im Bereich der Kerbe bei einem Biegeversuch an *in situ* Balken mit $\{110\}<001>$ -Bruchsystem. An der Unterseite des Balkens ist eine Schädigungsschicht erkennbar die im Laufe des Versuches aufbricht.

Das ausgewählte Beispielbild zeigt sehr extremes Verhalten, da der zugehörige Balken die duktilste der drei untersuchten Orientierungen aufweist. Jedoch wurde auch bei den anderen, spröderen Orientierungen (Abbildung 6.2 und Abbildung 6.17) sowie bei den polykristallinen (Abbildung 6.36) und gekerbten bikristallinen Proben (Abbildung 6.30) sehr duktilen Verhalten im Bereich der Kerbe beobachtet. Im Falle der bikristallinen Balken kommt hinzu, dass die Kerbe im Bereich der Korngrenze eingebracht wurde. Da sich dort in der Regel eine hohe Anzahl von Leerstellen und Gitterfehlern sammelt, ist hier mit größeren Eindringtiefen zu

rechnen. Insbesondere da hier eine geradlinige Kerbform verwendet wurde, bei deren Herstellung der Ionenstrahl senkrecht auf die Oberfläche trifft. Gleichzeitig ist die Diffusion entlang Korngrenzen im Vergleich zum Korninneren begünstigt. Dass Gallium einen großen Einfluss auf die Eigenschaften von Korngrenzen haben kann, ist beispielsweise von Aluminium wohlbekannt. So tritt die sogenannte Flüssigmetall-Versprödung auf, wenn Aluminium unter mechanischer Belastung mit flüssigem Gallium in Kontakt kommt, was ein sprödes interkristallines Versagen zur Folge hat [153]–[157]. Da der Schmelzpunkt von Gallium bei 29,8°C liegt und sich im Zusammenspiel mit Aluminium nochmals verringert, kann dieser Mechanismus bereits bei Raumtemperatur stattfinden [157], [158]. Bei bestimmten Systemen kann die Flüssigmetall-Versprödung auch ohne das Vorhandensein einer mechanischen Spannung erfolgen. Grund dafür sind hochenergetische Korngrenzen, die im Vergleich zu niederenergetischen Korngrenzen deutlich einfacher angegriffen werden können [157], [159], [160]. Als treibende Kraft wird dabei die Reduzierung der Korngrenzenergie angesehen, da eine Ga-Al Grenzfläche energetisch günstiger als eine Al-Al Grenzfläche ist [157], [161]. Dass auch FIB Bearbeitungen zu Galliumansammlungen an Korngrenzen von Aluminium führen können, wurde in der Arbeit [157] gezeigt. Hierbei wurden dünne Folien aus unterschiedlichen Aluminiumlegierungen wie auch aus reinem Aluminium mittels FIB bearbeitet. Untersuchungen zeigten dass sich Gallium an der Oberfläche, den Korngrenzen oder Grenzflächen konzentriert. Ausscheidungsfreie Korngrenzen wurden dabei mit einem durchgehenden Galliumfilm bedeckt. Auch konnte gezeigt werden, dass Gallium eine hohe Mobilität entlang der Korngrenzen wie der Oberfläche hat [157]. Die Wirkung von Galliumionen auf die Korngrenzen von Wolfram wurde bislang nicht genauer untersucht, daher ist ein möglicher Einfluss nicht auszuschließen. Anders als bei Aluminium könnte in diesem Fall ein duktilisierender Effekt zum Tragen kommen und so das unterschiedliche

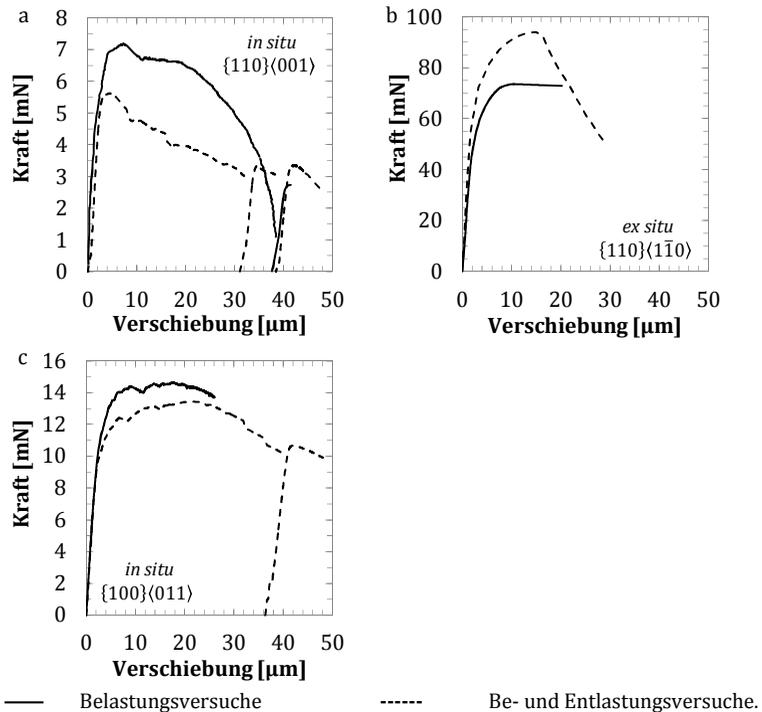
Verhalten der gekerbten und ungekerbten bikristallinen Balken erklären.

7.7 Einfluss der Testmethoden auf die Rissausbreitung

In Abbildung 7.11 ist von jedem Bruchsystem der einkristallinen Balken jeweils eine einhüllende Kurve aus einem Be- und Entlastungsversuch und eine Kurve aus einem reinen Belastungsversuch aufgetragen. Dabei wird deutlich, dass die unterschiedlichen Testmethoden einen Einfluss auf das Bruchverhalten haben. Die Dimensionen sowie die Hebelarme der Balken einer Orientierung sind immer vergleichbar, daher kann das veränderte mechanische Verhalten nicht auf die geometrischen Unterschiede zurückgeführt werden. Der markanteste Unterschied ist, dass bei allen Bruchsystemen für die Be- und Entlastungsversuche wesentlich mehr Verschiebung zum Brechen der Balken benötigt wird. Für das $\{110\}\langle 001\rangle$ -Bruchsystem sieht der Unterschied zunächst nicht so groß aus, jedoch lag der Balken bei den Be- und Entlastungsversuchen auf. Auch für das $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Bruchsystem würde der Unterschied größer ausfallen, da auch hier der Balken aus den Be- und Entlastungsversuch nicht gebrochen ist. Folglich scheinen die Entlastungssegmente das Risswachstum zu stabilisieren und somit den Beginn des instabilen Risswachstums hinauszuzögern. Ein möglicher Effekt der hier zum Tragen kommt, ist der aus der Werkstoffermüdung bekannte Riss-schließeffekt. Dabei bilden sich nach Zugüberlastung mit anschließender Entlastung Druckeigen-spannungen im Bereich des Risspfades und der plastischen Zone aus, welche den Riss zusammendrücken. Zusätzlich stumpft die Riss-spitze dabei ab. Beide Effekte stabilisieren die Rissausbreitung [18]. Besonders auffällig an dem Vergleich aus Abbildung 7.11 ist, dass im Falle des $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ - und des $\{100\}\langle 011\rangle$ -Bruchsystem, Abbildung 7.11 b und c, der Bruch ungefähr dann

einsetzt, wenn bei den Be- und Entlastungsversuchen der Riss, gemäß den Simulationen von Bohnert [1], gerade die Chevron-Kerbe durchlaufen hat. Die Chevron-Kerbe stabilisiert zunächst das Risswachstum, da durch ihre Form der Widerstand gegen Rissausbreitung mit zunehmender Risslänge zunimmt. Nach Durchlaufen der Kerbe fällt dieser stabilisierende Faktor weg, daher tritt bei den reinen Belastungsversuchen vermutlich direkt im Anschluss das instabile Risswachstum ein. Dafür spricht, dass die Bruchflächen der *ex situ* Belastungsversuche aus Abbildung 6.4 nach der Chevron-Kerbe ein stark verändertes und deutlich spröder wirkendes Bruchbild zeigen. Jedoch zeigt sich sowohl in Abbildung 6.16, als auch in Abbildung 6.18 der *in situ* Versuche ein stabiler Rissfortschritt nach dem Durchlaufen der Chevron-Kerbe. Allerdings brach der Balken aus Abbildung 6.16 nur kurz unterhalb der Chevron-Kerbe und der Balken aus Abbildung 6.18 lag auf.

Beim $\{110\}\{001\}$ -Bruchsystem zeigt sich ein anderes Verhalten. Wie aus Abbildung 6.9 und Abbildung 6.12 ersichtlich, wuchs der Riss noch weit nach der Kerbe stabil weiter. Da dieses Bruchsystem jedoch makroskopisch eine weitaus höhere Bruchfestigkeit besitzt, kann dies vermutlich darauf zurückgeführt werden, dass Spannungen in diesem System besser durch plastische Verformungen abgebaut werden können. Dies führt zu einer stabileren Rissausbreitung.

**Abbildung 7.11**

Einfluss der Testmethode. Von jeder Orientierung wurden für die einkristallinen Biegebalken jeweils eine einhüllende Kurve aus Be- und Entlastungsversuchen und eine einfache Belastungskurve aufgetragen.

- Kraft-Verschiebungskurven des $\{110\}\langle 001 \rangle$ -Bruchsystems. Die Mikro-Balken wurden *in situ* getestet.
- Kraft-Verschiebungskurven des $\{110\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ -Bruchsystems. Die Mikro-Balken wurden *ex situ* getestet.
- Kraft-Verschiebungskurven des $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Bruchsystems. Die Mikro-Balken wurden *in situ* getestet.

Bei den bikristallinen Balken zeigt der Vergleich der reinen Belastungsversuche mit den Be- und Entlastungsversuchen aus Abbildung 6.23 und Abbildung 6.29, dass die Versuchsführung offenbar keinen Einfluss auf das Bruchverhalten hat. Bei den ungekerbten Balken erfolgte der Bruch entlang der Korngrenze spröde, und die Rissinitiierung ging vermutlich direkt in das instabile Risswachs-

tum über, ohne das Auftreten von Risssschließeffekten. Bei den gekerbten Balken wurde bereits bei den reinen Belastungsversuchen sehr viel plastische Verformung, bei sehr wenig Rissfortschritt beobachtet, und demnach spielen auch hier Risssschließeffekte keine Rolle.

Die Kraft-Verschiebungs-Kurven der polykristallinen Balken aus Abbildung 6.35 und Abbildung 6.36 fallen für beide Versuchsführungen sehr ähnlich aus. Da die Balkendimensionen aber sehr unterschiedlich waren, kann hier keine genaue Aussage zum Einfluss der Testmethode getroffen werden.

7.8 Schlussfolgerung und Ausblick

Das Ziel dieser Arbeit ist den Einfluss der Mikrostruktur auf das Verformungs- und Bruchverhalten zu untersuchen. Dazu wurden mechanische Versuche auf der dafür relevanten Größenskala, der Mikroskala durchgeführt.

Das Verformungsverhalten wurde dabei mittels Zugversuchen an einkristallinen Mikro-Flachzugproben mit einem Querschnitt von $120\ \mu\text{m} \times 250\ \mu\text{m}$ (Breite \times Höhe) untersucht. Daraus konnten die folgenden Erkenntnisse abgeleitet werden:

- Das Fließverhalten der [001]-, [011]- und [111]-Richtung ähnelt dem der aus Literatur bekannten makroskopischen Proben.
- Die Spannungs-Dehnungskurven der [011]-Richtung zeigen eine ausgeprägte Streckgrenze.
- Die Spannungs-Dehnungskurven der [001]-, [111]-, [123]-Richtung zeigen einen fließenden Übergang vom elastischen in den elastisch-plastischen Bereich.

- Zugfestigkeit und Dehngrenze sind orientierungsabhängig, wobei gilt:
 $R_m [001] > R_m [123] > R_m [111] > R_m [011]$
 $R_{p0,2} [011] > R_{p0,2} [123] > R_{p0,2} [111] > R_{p0,2} [001]$.
- Es waren keine Größeneffekte ersichtlich.

Das Bruchverhalten wurde durch Mikrobiegeexperimente an ein-, bi- und polykristallinen Balken mit einem Querschnitt von $15\ \mu\text{m} \times 15\ \mu\text{m}$ bzw. $20\ \text{mm} \times 40\ \mu\text{m}$ (Breite \times Höhe) charakterisiert. Aus experimenteller Sicht konnte gezeigt werden, dass Biegeversuche auf dieser Größenskala möglich sind, da bei allen untersuchten Systemen Rissfortschritt und Bruch beobachtet werden konnten. Jedoch wurde deutlich, dass gegenüber der Makroskala einige Schwierigkeiten hinzukommen. So haben insbesondere die Probengröße und Geometrie, sowie die verwendete Präparationstechnik und Belastungsart einen entscheidenden Einfluss auf das mechanische Verhalten.

Die Bruchversuche zeigten, dass bei einem sehr duktilen Materialverhalten, wie beispielsweise bei den einkristallinen Proben dieser Arbeit, die Reduktion der Probengröße in den Mikrometerbereich zu erheblichen Problemen führt. Insbesondere die *in situ* Proben, in denen aufgrund der sehr geringen Probenabmessungen kein reiner ebener Dehnungszustand vorliegt, zeigten ein sehr plastisches Materialverhalten. Dies erschwert das Brechen der Balken und führt dazu, dass experimentell kein gültiger K_{IC} Wert im Sinne der Norm gemessen werden kann. Auch bei den größeren einkristallinen *ex situ* Balken kam es noch zu viel plastischer Verformung. Allerdings konnte hier mit aufwendigen Simulationen von Bohnert [1], welche anhand eines Kohäsivzonenmodells plastische Verformung und Bruchvorgang trennen, ähnliche Bruchzähigkeiten wie auf der Makroskala berechnet werden. Bei einem spröderen Materialverhalten, wie es beispielsweise die

ungekerbten bikristallinen Balken mit der normal zur Balkenlängsachse orientierten Korngrenze gezeigt haben, ist die Proben dimension hingegen nicht so kritisch. Hier konnte bei allen Balken ein spröder Bruch beobachtet werden. Neben der Probengröße hat auch die verwendete Probengeometrie einen Einfluss auf das Bruchverhalten. So kam es bei allen Balkenarten zu plastischen Verformungen an der Balkenschulter. Dies führt zu einer Verzerrung der Kraft-Verschiebungskurve und somit zu einer Verfälschung der berechneten Bruchkennwerte. Für gültige K_{IC} Werte im Sinne der Norm eignen sich daher die Mikrobiegebalken nicht. In diesem Falle sollte besser auf die Standards für Geometrie und Abmessung zurückgegriffen werden. Für die Untersuchung von mikrostrukturellen Einflussgrößen, wie beispielsweise Korngrenzen oder Kristallorientierungen, können mikromechanische Tests aber einen wichtigen Beitrag leisten. Vor allem im Zusammenspiel mit Simulationen ist so ein Einblick in die bruchmechanischen Prozesse möglich. Allerdings sollte darauf geachtet werden, dass eine bestimmte Probengröße nicht unterschritten wird. So sollte darauf geachtet werden, dass die plastische Zone nach Gleichung (7.9) nicht größer als die Balkenabmessung ist. Des Weiteren muss nach Gleichung (7.10) ab einer Probenabmessung von weniger als 11 μm mit Größeneffekten gerechnet werden, welche die Komplexität der begleitenden Simulationen und das Ableiten von Bruchkennwerten erhöhen würden. Zusätzlich sollte die Probengeometrie optimiert werden, indem die Kerbe bzw. Korngrenze so nahe wie möglich an die Balkenschulter gelegt wird, um Verformungen außerhalb der Kerbe zu vermeiden.

Des Weiteren erwecken die Ergebnisse dieser Arbeit den Anschein, dass die Probenpräparation mittels FIB die Duktilität des Materials erhöht, was im Rahmen dieser Arbeit jedoch nicht eindeutig nachgewiesen werden konnte. Quantitativ kann der Einfluss auf die Ergebnisse daher nur schwer bewertet werden. Allerdings kann davon ausgegangen werden, dass dieser mit steigendem Präparationsaufwand und sinkendem Balkenquer-

schnitt steigt. Daher sind die vollständig mit dem FIB hergestellten einkristallinen *in situ* Balken sowie die gekerbten bikristallinen Balken als am kritischsten anzusehen. Bei letzteren kommt hinzu, dass die Kerbeinbringung senkrecht zur Probenoberfläche in die Korngrenze hinein erfolgte. Sollte sich dieser Effekt bestätigen, eignet sich die Probenpräparation mittels Galliumionen nur bedingt um das mechanische Verhalten von Wolfram zu studieren. Für weiterführende Versuche sollte daher zunächst der Einfluss der implantierten Galliumionen auf das Materialverhalten von Wolfram gezielt untersucht werden. Gegebenenfalls sollte dann der Präparationsaufwand mittels FIB möglichst gering gehalten werden, beispielsweise durch kombinierte Präparationstechniken, wie hier bei den einkristallinen *ex situ* Balken verwendet. Auch sollten alternative Präparationstechniken geprüft werden. So könnten für die Einbringung der Kerben weniger schädigende Ionen, wie beispielsweise He-Ionen eingesetzt werden.

Als weiterer kritischer Punkt geht aus dieser Arbeit die Bestimmung der Risslänge über die Probensteifigkeit hervor. So zeigte sich bei allen drei untersuchten Bruchsystemen der einkristallinen Balken, dass die dafür benötigte Be- und Entlastungstechnik zu weitaus höheren Bruchauslenkungen als bei reiner Belastung führt. Dies lässt darauf schließen, dass das Be- und Entlastungsschema das Risswachstum durch Riss-schließeffekte stabilisiert, was die berechnete R-Kurve beeinträchtigt und somit letztendlich zu überhöhten K-Werten führt.

Aufgrund der beschriebenen Schwierigkeiten können für die Versuche an Einkristallen ohne Simulationshilfe nur die in Tabelle 7.1 angegebenen Ober- ($K_{Q,EPBM}$) und Untergrenzen ($K_{Q,LEBM}$) der Bruchkennwerte angegeben werden. Da deren Spannweite jedoch beträchtlich ist, ist die Aussagekraft dieser Ergebnisse limitiert. Trotzdem lassen sich aber einige qualitativ Trends aus den Ergebnissen ableiten:

Mikro-Biegeversuche an einkristallinem Wolfram:

- Die Orientierungsabhängigkeit der Bruchzähigkeit bleibt auf der Mikroskala erhalten, jedoch nimmt die Spannweite zwischen den sprödesten und duktilsten Bruchkennwerten auf der Mikroskala ab.
- Bei allen Bruchsystemen konnte ein stabiles Risswachstum im Anschluss an die Chevron-Kerbe beobachtet werden, wobei das duktilste System mehr stabilen Rissfortschritt als das sprödeste zeigte.
- Alle Orientierungen zeigten ein R-Kurvenverhalten.
- Bei allen Versuchen konnte im Vergleich zur Makroskala ein sehr duktileres Verhalten beobachtet werden.
- Einfluss der Belastungsart auf den Rissfortschritt ersichtlich, wobei Be- und Entlastungen den Rissfortschritt stabilisieren.
- Für die *ex situ* Balken mit dem $\{110\}\{1\bar{1}0\}$ -Bruchsystem konnte simulativ eine Bruchzähigkeit von $12,9 \text{ MPa}\sqrt{m}$ und experimentell (mittels Steifigkeitsmethode) von $13,3 \text{ MPa}\sqrt{m}$ von Bohnert [1] bestimmt werden. Damit wurde gezeigt, dass bei ausreichender Probengröße die Bruchzähigkeiten von der mikroskopischen und makroskopischen Ebene vergleichbar sind.
- Bei den kleineren *in situ* Balken kann im Vergleich zur Makroskala ein duktileres Verhalten beobachtet werden, was auf Größeneffekte schließen lässt.

Mikro-Biegeversuche an bikristallinem Wolfram:

Ungekerbte Balken mit Korngrenze normal zur Balkenlängsachse:

- Alle Balken zeigten einen sehr spröden Bruch entlang der Korngrenze.
- Sehr niedrige Bruchzähigkeit von $1,1 \pm 0,3 \text{ MPa}\sqrt{m}$ für eine angenommene Anfangsriszlänge von $0,1 \mu\text{m}$.
- Damit ist die Bruchzähigkeit deutlich geringer als beim sprödesten einkristallinen Bruchsystem sowie bei polykristallinem Material.
- Kein Einfluss der Belastungsart auf die Bruchzähigkeit ersichtlich.

Gekerbte Balken mit Korngrenze normal zur Balkenlängsachse:

- Keiner der Balken konnte gebrochen werden.
- Alle Balken zeigten ein sehr duktilen Verhalten.
- Die Ursache für dieses Verhalten ist nicht endgültig geklärt. Mögliche Einflussfaktoren sind
 - Duktilisierender Effekt des Galliumeintrags
 - Leichter Versatz zwischen Kerbgrund und Korngrenze

Gekerbte Balken mit Korngrenze parallel zur Balkenlängsachse:

- Keiner der Balken konnte gebrochen werden, allerdings war Rissbildung entlang der Korngrenze zu beobachten.
- Plastische Verformung der Kerbe, jedoch keine Rissbildung im Kerbgrund.

- Unterschiedliches plastisches Verhalten der verschieden orientierten Balkenhälften anhand der unterschiedlich plastisch verformten Kerbe ersichtlich.
- Sehr duktilen Verhalten über den gesamten Balken.

Mikro-Biegeversuche an polykristallinem Wolfram:

- Die Bruchflächen zeigten Anzeichen von interkristallinem und transkristallinem Versagen, wobei der transkristalline Anteil überwiegt.
- Ein als Untergrenze anzusehender Wert von $10,8 \text{ MPa}\sqrt{m}$ konnte mit Hilfe der LEBM für die Bruchzähigkeit bestimmt werden.

8 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Versuche zum Verformungs- und Bruchverhalten von Wolfram auf der Mikroskala durchgeführt.

Das Verformungsverhalten wurde an einkristallinen Mikro-Zugproben mit einem Querschnitt von $250\ \mu\text{m} \times 120\ \mu\text{m}$ (Breite \times Höhe) untersucht. Dabei wurden die $\langle 001 \rangle$ -, $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 111 \rangle$ - und erstmals die $\langle 123 \rangle$ -Richtung getestet. Die Festigkeiten sowie das Verformungsverhalten waren für die $\langle 001 \rangle$ -, $\langle 011 \rangle$ -, und $\langle 111 \rangle$ -Richtung vergleichbar mit Literaturwerten für makroskopisch große Proben. Dementsprechend konnte kein Einfluss der Mikro-Probengröße auf das mechanische Verhalten beobachtet werden. Allerdings zeigten die Versuche deutlich, dass die unterschiedlichen Einkristall-Orientierungen einen großen Einfluss auf das Verformungsverhalten haben.

Das Bruchverhalten wurde anhand einer eigens entwickelten, freistehenden Mikro-Balkengeometrie untersucht. Die Auslenkung der Balken erfolgte mit Hilfe eines Nanoindenters. An einkristallinen Balken wurde das $\{110\}\langle 001 \rangle$ -, $\{110\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ - und $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Rissssystem getestet, wobei zwei unterschiedliche Probengrößen zum Einsatz kamen. Das $\{110\}\langle 0\bar{1}1 \rangle$ -Rissssystem wurde mit $20\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$ (Breite \times Höhe) großen Balken, das $\{110\}\langle 001 \rangle$ - und $\{100\}\langle 011 \rangle$ -Rissssystem mit $15\ \mu\text{m} \times 15\ \mu\text{m}$ (Breite \times Höhe) großen Balken getestet. In beide Balkentypen wurde eine Chevron-Kerbe eingebracht, um ein anfänglich stabiles Risswachstum herbeizuführen. Die Auswertung der Bruchkennwerte konnte nicht mit Standardmethoden durchgeführt werden, da zum einen die Bedingungen der linear-elastischen Bruchmechanik für die kleinen Probeabmessungen nicht gegeben waren und zum anderen die Auswertung nach der elastisch-plastischen Bruchmechanik durch plastische Verformung außerhalb der

Kerbe verfälscht wurden. Für die größeren Balken mit $\{110\}\{1\bar{1}0\}$ -Rissystem konnten allerdings mit Hilfe von Simulationen von Bohnert [1] eine mit makroskopisch großen Proben vergleichbare Bruchzähigkeit berechnet werden. Die kleineren Balken verhielten sich verglichen mit makroskopischen Proben sehr duktil, was auf einen stärker ausgeprägten Größeneffekt in den kleineren Balken schließen lässt. Des Weiteren führte auch der in den kleineren Proben vorherrschende ebene Spannungszustand zu einem ausgeprägten plastischen Verhalten. Zusätzlich ist ein Einfluss des implantierten Galliums durch die FIB-Bearbeitung, welche bei der Herstellung der kleineren Balken vermehrt zum Einsatz kam, möglich.

Die Balkengeometrie für die Untersuchung am bikristallinen Material basierte herstellungsbedingt auf einem dreieckigen Querschnitt. Die Korngrenze lag zum einen senkrecht und zum anderen parallel zur Längsachse. Während die ungekerbten Balken mit senkrecht zur Längsachse orientierter Korngrenze absolut spröde entlang dieser brachen, konnten die gekerbten Balken mit der parallel zur Längsachse orientierten Korngrenze trotz massiver Auslenkung nicht gebrochen werden. Jedoch konnte auch hier ein feiner Riss entlang der Korngrenze beobachtet werden. Daraus wird deutlich, dass die Korngrenze generell eine große Schwachstelle im Material darstellt, wobei jedoch ihre Orientierung zur Rissausbreitungsrichtung von großer Bedeutung ist. Eine Besonderheit ergab sich bei Balken mit Korngrenzen senkrecht zur Längsachse, in welche zusätzlich eine FIB-Kerbe entlang der Korngrenze eingebracht wurde. Diese Balken konnten trotz hoher Auslenkung nicht zum Bruch gebracht werden. Dabei lag der Kerbgrund allerdings nicht exakt an der Korngrenze, die jedoch durchaus noch im spannungsüberhöhten Bereich war. Daraus wird der große Einfluss der Lage der Korngrenze deutlich. Darüber hinaus spricht dieses Verhalten ebenfalls für eine duktilisierende Wirkung der mittels FIB implantierten Gallium-Ionen.

Die polykristallinen Balken waren mit einem rechteckigen Quer-

schnitt von ca. $16\ \mu\text{m}$ x $70\ \mu\text{m}$ (Breite x Höhe) die größten Balken. Hier konnten alle getesteten Balken zum Bruch gebracht werden. Analog zu makroskopischen Proben waren auf der Bruchfläche Anteile von inter- und transkristallinem Risswachstum zu sehen.

9 Literaturverzeichnis

- [1] C. Bohnert, „Numerische Untersuchung des Verformungs- und Bruchverhaltens von einkristallinem Wolfram auf mikroskopischer Ebene“, Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2015.
- [2] M. Asif und T. Muneer, „Energy supply, its demand and security issues for developed and emerging economies“, *Renew. Sustain. Energy Rev.*, Bd. 11, Nr. 7, S. 1388–1413, Sep. 2007.
- [3] N. Lior, „Energy resources and use: The present (2008) situation and possible sustainable paths to the future“, *Energy*, Bd. 35, Nr. 6, S. 2631–2638, Juni 2010.
- [4] P. Norajitra, S. I. Abdel-Khalik, L. M. Giancarli, T. Ihli, G. Janeschitz, S. Malang, I. V. Mazul, und P. Sardain, „Divertor conceptual designs for a fusion power plant“, *Fusion Eng. Des.*, Bd. 83, Nr. 7–9, S. 893–902, Dez. 2008.
- [5] J. Riedle, *Bruchwiderstand in Wolfram-Einkristallen: Einfluß der kristallographischen Orientierung, der Temperatur und der Lastrate*. VDI-Verlag, 1995.
- [6] J. Riedle, P. Gumbsch, und H. F. Fischmeister, „Cleavage anisotropy in tungsten single crystals“, *Phys. Rev. Lett.*, Bd. 76, Nr. 19, S. 3594–3597, Mai 1996.
- [7] D. Rupp, „Bruch und Spröd-duktil-Übergang in polykristallinem Wolfram : Einfluss von Mikrostruktur und Lastrate“, Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2010.
- [8] D. Rupp und S. M. Weygand, „Anisotropic fracture behaviour and brittle-to-ductile transition of polycrystalline tungsten“, *Philos. Mag.*, Bd. 90, Nr. 30, S. 4055–4069, Okt. 2010.
- [9] B. P. Gludovatz, „Fracture behavior of tungsten“, Dissertation, Universität Leoben, Leoben, 2010.
- [10] B. Šesták und A. Seeger, „The Relationship between the work-hardening of b.c.c. and f.c.c. metals“, *Phys. Status Solidi B*, Bd. 43, Nr. 1, S. 433–444, Jan. 1971.

- [11] J. W. Christian, „Some surprising features of the plastic deformation of body-centered cubic metals and alloys“, *Metall. Trans. A*, Bd. 14, Nr. 7, S. 1237–1256, Juli 1983.
- [12] C. R. Weinberger, B. L. Boyce, und C. C. Battaile, „Slip planes in bcc transition metals“, *Int. Mater. Rev.*, Bd. 58, Nr. 5, S. 296–314, Juni 2013.
- [13] B. Sestak und A. Seeger, „Gleitung und Verfestigung im kubisch raumzentrierten Metallen und Legierungen (II)“, *Z Met.*, Bd. 69, Nr. 6, 1978.
- [14] D. Hull und D. J. Bacon, *Introduction to dislocations*, 5. Aufl. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2011.
- [15] B. Šesták und A. Seeger, „Gleitung und Verfestigung in kubisch-raumzentrierten Metallen und Legierungen (I)“, *Z Met.*, Bd. 69, S. 195–202, 1978.
- [16] V. Vitek, „Core structure of screw dislocations in body-centred cubic metals: relation to symmetry and interatomic bonding“, *Philos. Mag.*, Bd. 84, Nr. 3–5, S. 415–428, Jan. 2004.
- [17] A. Seeger und W. Wasserbäch, „Anomalous slip – a feature of high-purity body-centred cubic metals“, *Phys. Status Solidi A*, Bd. 189, Nr. 1, S. 27–50, Jan. 2002.
- [18] J. Rösler, H. Harders, und M. Bäker, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. Wiesbaden: Wiesbaden: Springer Fachmedien, 2012.
- [19] E. Hornbogen und H. Warlimont, „Mechanische Eigenschaften“, in *Metalle*, Springer Berlin Heidelberg, 2016, S. 119–152.
- [20] R. Gröger und V. Vitek, „Breakdown of the Schmid law in bcc molybdenum related to the effect of shear stress perpendicular to the slip direction“, *Mater. Sci. Forum*, Bd. 482, S. 123–126, 2005.
- [21] R. J. Asaro, „Micromechanics of crystals and polycrystals“, in *Advances in Applied Mechanics*, Academic Press, 1983, S. 1–115.
- [22] D. Brunner und V. Glebovsky, „Analysis of flow-stress measurements of high-purity tungsten single crystals“, *Mater. Lett.*, Bd. 44, Nr. 3–4, S. 144–152, Juni 2000.
- [23] A. Cezairliyan, „Measurement of melting point and electrical resistivity (above 3600 K) of tungsten by a pulse heating method“, *High Temp Sci.*, Bd. 4, S. 248–252, 1972.

- [24] R. Gröger und V. Vitek, „Multiscale modeling of plastic deformation of molybdenum and tungsten: III. Effects of temperature and plastic strain rate“, *Acta Mater.*, Bd. 56, Nr. 19, S. 5426–5439, 2008.
- [25] D. Brunner und V. Glebovsky, „The plastic properties of high-purity W single crystals“, *Mater. Lett.*, Bd. 42, Nr. 5, S. 290–296, Feb. 2000.
- [26] F. S. Gougher, „XXVII. On the strength of tungsten single crystals and its variation with temperature“, *Philos. Mag. Ser. 6*, Bd. 48, Nr. 284, S. 229–249, Aug. 1924.
- [27] R. M. Rose, D. P. Ferriss, und J. Wulff, „Yielding and plastic flow in single crystals of tungsten“, *Trans. Metall. Soc. AIME*, Bd. 224, S. 981, 1962.
- [28] R. G. Garlick, „Effect of orientation on ductile to brittle transition of tungsten single crystals“, *Nasa Tech. Memo.*, Bd. TM X-1252, 1966.
- [29] A. S. Argon und S. R. Maloof, „Plastic deformation of tungsten single crystals at low temperatures“, *Acta Metall.*, Bd. 14, Nr. 11, S. 1449–1462, Nov. 1966.
- [30] P. Beardmore und D. Hull, „Deformation and fracture of tungsten single crystals“, *J. Common Met.*, Bd. 9, Nr. 3, S. 168–180, Sep. 1965.
- [31] A. S. Argon und S. R. Maloof, „Fracture of tungsten single crystals at low temperatures“, *Acta Metall.*, Bd. 14, Nr. 11, S. 1463–1468, Nov. 1966.
- [32] R. G. Garlick und H. B. Probst, „Investigation of room-temperature slip in zone-melted tungsten single crystals“, *Trans AIME*, Bd. Vol: 230, Aug. 1964.
- [33] U. E. Wolff, „Twinning and fracture in tungsten single crystals at room temperature“, *Trans. Metall. Soc. AIME*, Bd. 224, Nr. 2, S. 327, 1962.
- [34] H. W. Schadler, „Mobility of edge dislocations on {110} planes in tungsten single crystals“, *Acta Metall.*, Bd. 12, Nr. 8, S. 861–870, Aug. 1964.
- [35] C.-T. Sun und J. Zhihe, *Fracture Mechanics*. Academic Press, 2012.
- [36] D. Gross und T. Seelig, *Bruchmechanik : mit einer Einführung in die Mikromechanik*, 5. Aufl. Springer Berlin Heidelberg, 2011.
- [37] K.-H. Schwalbe, *Bruchmechanik metallischer Werkstoffe*. Hanser Fachbuch, 1980.

- [38] H. M. Westergaard, „Bearing pressures and cracks“, *J. Appl. Mech.*, Nr. 6, S. 49–53, 1939.
- [39] G. R. Irwin, „Analysis of Stresses and Strain Near the End of a Crack Traversing a Plate“, *J. Appl. Mech.*, Bd. 24, S. 361–364, 1957.
- [40] American Society for Testing and Materials, „Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials“, ASTM E399-90, 1997.
- [41] American Society for Testing and Materials, „Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness“, ASTM E1820-13.
- [42] A. A. Griffith, „The phenomena of rupture and flow in solids“, *Philos. Trans. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character*, Bd. 221, S. 163–198, Jan. 1921.
- [43] J. R. Rice, „A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks“, *J. Appl. Mech.*, Bd. 35, Nr. 2, S. 379–386, Juni 1968.
- [44] J. W. Hutchinson, „Singular behaviour at the end of a tensile crack in a hardening material“, *J. Mech. Phys. Solids*, Bd. 16, Nr. 1, S. 13–31, 1968.
- [45] J. R. Rice und G. F. Rosengren, „Plane strain deformation near a crack tip in a power-law hardening material“, *J. Mech. Phys. Solids*, Bd. 16, Nr. 1, S. 1–12, 1968.
- [46] M. Nevalainen und K. Wallin, „The effect of crack depth and absolute thickness on fracture toughness of 3 PB specimens“, in *Structural Integrity: Experiments, Models and Applications*, 1994, S. 997–1006.
- [47] J. Samuels und S. G. Roberts, „The brittle-ductile transition in silicon. I. experiments“, *Proc. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci.*, Bd. 421, Nr. 1860, S. 1–23, Jan. 1989.
- [48] P. B. Hirsch, S. G. Roberts, und J. Samuels, „The brittle-ductile transition in silicon. II. interpretation“, *Proc. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci.*, Bd. 421, Nr. 1860, S. 25–53, Jan. 1989.
- [49] C. S. John, „The brittle-to-ductile transition in pre-cleaved silicon single crystals“, *Philos. Mag.*, Bd. 32, Nr. 6, S. 1193–1212, Dez. 1975.
- [50] F. C. Serbena und S. G. Roberts, „The brittle-to-ductile transition in germanium“, *Acta Metall. Mater.*, Bd. 42, Nr. 7, S. 2505–2510, Juli 1994.

- [51] M. Brede und P. Haasen, „The brittle-to-ductile transition in doped silicon as a model substance“, *Acta Metall.*, Bd. 36, Nr. 8, S. 2003–2018, Aug. 1988.
- [52] D. Hull, P. Beardmore, und A. P. Valintine, „Crack propagation in single crystals of tungsten“, *Philos. Mag.*, Bd. 12, Nr. 119, S. 1021–1041, Nov. 1965.
- [53] J. Liu und J. C. Bilello, „Effects of plastic relaxation on the semi-brittle fracture of $\langle 100 \rangle$ oriented tungsten single crystals“, *Philos. Mag.*, Bd. 35, Nr. 6, S. 1453–1472, Juni 1977.
- [54] J. E. Cordwell und D. Hull, „Effect of specimen thickness on the fracture surface energy of $\langle 100 \rangle$ axis tungsten single crystals“, *Philos. Mag.*, Bd. 27, Nr. 5, S. 1183–1192, Mai 1973.
- [55] J. E. Cordwell und D. Hull, „Observation of $\{110\}$ cleavage in $\langle 110 \rangle$ axis tungsten single crystals“, *Philos. Mag.*, Bd. 26, Nr. 1, S. 215–224, Juli 1972.
- [56] J. E. Cordwell und D. Hull, „The brittle fracture of $[100]$ axis tungsten single crystals“, *Philos. Mag.*, Bd. 19, Nr. 161, S. 951–966, Mai 1969.
- [57] P. Gumbsch, J. Riedle, A. Hartmaier, und H. F. Fischmeister, „Controlling factors for the brittle-to-ductile transition in tungsten single crystals“, *Science*, Bd. 282, Nr. 5392, S. 1293–1295, Nov. 1998.
- [58] P. Gumbsch, „Brittle fracture and the brittle-to-ductile transition of tungsten“, *J. Nucl. Mater.*, Bd. 323, Nr. 2–3, S. 304–312, Dez. 2003.
- [59] G. Bergmann und H. Vehoff, „Pre-cracking of NiAl single crystals by compression-compression fatigue and its application to fracture toughness testing“, *Scr. Metall. Mater.*, Bd. 30, Nr. 8, S. 969–974, Apr. 1994.
- [60] R. Ayres und D. F. Stein, „A dislocation dynamics approach to prediction of cleavage planes in b.c.c. metals“, *Acta Metall.*, Bd. 19, Nr. 8, S. 789–794, Aug. 1971.
- [61] S. Kohlhoff, P. Gumbsch, und H. F. Fischmeister, „Crack propagation in b.c.c. crystals studied with a combined finite-element and atomistic model“, *Philos. Mag. A*, Bd. 64, Nr. 4, S. 851–878, Okt. 1991.
- [62] A. Giannattasio und S. G. Roberts, „Strain-rate dependence of the brittle-to-ductile transition temperature in tungsten“, *Philos. Mag.*, Bd. 87, Nr. 17, S. 2589–2598, Juni 2007.

- [63] A. Giannattasio, M. Tanaka, T. D. Joseph, und S. G. Roberts, „An empirical correlation between temperature and activation energy for brittle-to-ductile transitions in single-phase materials“, *Phys. Scr.*, Bd. 2007, Nr. T128, S. 87, März 2007.
- [64] A. Giannattasio, Z. Yao, E. Tarleton, und S. G. Roberts, „Brittle–ductile transitions in polycrystalline tungsten“, *Philos. Mag.*, Bd. 90, Nr. 30, S. 3947–3959, Okt. 2010.
- [65] M. Rieth und A. Hoffmann, „Impact bending tests on selected refractory materials“, *Adv. Mater. Res.*, Bd. 59, S. 101–104, 2009.
- [66] R. W. Margevicius, J. Riedle, und P. Gumbsch, „Fracture toughness of polycrystalline tungsten under mode I and mixed mode I/II loading“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 270, Nr. 2, S. 197–209, Sep. 1999.
- [67] D. Rupp und S. M. Weygand, „Experimental investigation of the fracture toughness of polycrystalline tungsten in the brittle and semi-brittle regime“, *J. Nucl. Mater.*, Bd. 386–388, S. 591–593, Apr. 2009.
- [68] E. Gaganidze, D. Rupp, und J. Aktaa, „Fracture behaviour of polycrystalline tungsten“, *J. Nucl. Mater.*, Bd. 446, Nr. 1–3, S. 240–245, März 2014.
- [69] D. Rupp, R. Mönig, P. Gruber, und S. M. Weygand, „Fracture toughness and microstructural characterization of polycrystalline rolled tungsten“, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, Bd. 28, Nr. 6, S. 669–673, Nov. 2010.
- [70] Tran-Huu-Loi, J. P. Morniroli, M. Gantois, und M. Lahaye, „Brittle fracture of polycrystalline tungsten“, *J. Mater. Sci.*, Nr. 20, S. 199, 1985.
- [71] B. Gludovatz, S. Wurster, T. Weingärtner, A. Hoffmann, und R. Pippan, „Influence of impurities on the fracture behaviour of tungsten“, *Philos. Mag.*, Bd. 91, Nr. 22, S. 3006–3020, Aug. 2011.
- [72] Q. Wei, T. Jiao, K. T. Ramesh, E. Ma, L. J. Kecskes, L. Magness, R. Dowding, V. U. Kazykhanov, und R. Z. Valiev, „Mechanical behavior and dynamic failure of high-strength ultrafine grained tungsten under uniaxial compression“, *Acta Mater.*, Bd. 54, Nr. 1, S. 77–87, Jan. 2006.
- [73] R. J. Stokes und C. H. Li, „The notch impact behaviour of tungsten“, *Trans Met. Soc AIME*, Nr. 230, S. 1104, 1964.

- [74] M. Rieth und B. Dafferner, „Limitations of W and W-1%La₂O₃ for use as structural materials“, *J. Nucl. Mater.*, Bd. 342, Nr. 1–3, S. 20–25, Juni 2005.
- [75] B. Gludovatz, S. Wurster, A. Hoffmann, und R. Pippan, „A study into the crack propagation resistance of pure tungsten“, *Eng. Fract. Mech.*, Bd. 100, S. 76–85, März 2013.
- [76] B. Gludovatz, S. Wurster, A. Hoffmann, und R. Pippan, „Fracture toughness of polycrystalline tungsten alloys“, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, Bd. 28, Nr. 6, S. 674–678, Nov. 2010.
- [77] Y. Mutoh, K. Ichikawa, K. Nagata, und M. Takeuchi, „Effect of rhenium addition on fracture toughness of tungsten at elevated temperatures“, *J. Mater. Sci.*, Bd. 30, Nr. 3, S. 770–775, Jan. 1995.
- [78] M. Faleschini, H. Kreuzer, D. Kiener, und R. Pippan, „Fracture toughness investigations of tungsten alloys and SPD tungsten alloys“, *J. Nucl. Mater.*, Bd. 367–370, Part A, S. 800–805, Aug. 2007.
- [79] O. Kraft, P. A. Gruber, R. Mönig, und D. Weygand, „Plasticity in confined dimensions“, *Annu. Rev. Mater. Res.*, Bd. 40, Nr. 1, S. 293–317, 2010.
- [80] N. A. Fleck und J. W. Hutchinson, „Strain gradient plasticity“, *Adv. Appl. Mech.*, Bd. 33, S. 295–361, 1997.
- [81] G. I. Taylor, „The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I. Theoretical“, *Proc. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character*, Bd. 145, Nr. 855, S. 362–387, Juli 1934.
- [82] N. A. Fleck, G. M. Muller, M. F. Ashby, und J. W. Hutchinson, „Strain gradient plasticity: Theory and experiment“, *Acta Metall. Mater.*, Bd. 42, Nr. 2, S. 475–487, Feb. 1994.
- [83] C. Motz, T. Schöberl, und R. Pippan, „Mechanical properties of micro-sized copper bending beams machined by the focused ion beam technique“, *Acta Mater.*, Bd. 53, Nr. 15, S. 4269–4279, Sep. 2005.
- [84] D. M. Dimiduk, M. D. Uchic, und T. A. Parthasarathy, „Size-affected single-slip behavior of pure nickel microcrystals“, *Acta Mater.*, Bd. 53, Nr. 15, S. 4065–4077, Sep. 2005.
- [85] C. A. Volkert und E. T. Lilleodden, „Size effects in the deformation of sub-micron Au columns“, *Philos. Mag.*, Bd. 86, Nr. 33–35, S. 5567–5579, Nov. 2006.

- [86] J. R. Greer, W. C. Oliver, und W. D. Nix, „Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients“, *Acta Mater.*, Bd. 53, Nr. 6, S. 1821–1830, Apr. 2005.
- [87] D. Kiener, C. Motz, T. Schöbert, M. Jenko, und G. Dehm, „Determination of mechanical properties of copper at the micron scale“, *Adv. Eng. Mater.*, Bd. 8, Nr. 11, S. 1119–1125, 2006.
- [88] T. T. Zhu, A. J. Bushby, und D. J. Dunstan, „Materials mechanical size effects: a review“, *Mater. Technol.*, Bd. 23, Nr. 4, S. 193–209, Dez. 2008.
- [89] L. P. H. D. Espinosa, „Mechanical characterization of materials at small length scales.“, *J. Mech. Sci. Technol.*, Bd. 26, Nr. 2, S. 545–561, 2012.
- [90] G. Dehm, C. Motz, C. Scheu, H. Clemens, P. H. Mayrhofer, und C. Mitterer, „Mechanical size-effects in miniaturized and bulk materials“, *Adv. Eng. Mater.*, Bd. 8, Nr. 11, S. 1033–1045, Nov. 2006.
- [91] M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando, und W. D. Nix, „Sample dimensions influence strength and crystal plasticity“, *Science*, Bd. 305, Nr. 5686, S. 986–989, Aug. 2004.
- [92] E. Arzt, „Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review“, *Acta Mater.*, Bd. 46, Nr. 16, S. 5611–5626, Okt. 1998.
- [93] M. P. Echlin, W. C. Lenthe, und T. M. Pollock, „Three-dimensional sampling of material structure for property modeling and design“, *Integrating Mater Manuf Innov*, Bd. 3, Nr. 1, S. 1–14, 2014.
- [94] K. Wallin, „The size effect in K_{IC} results“, *Eng. Fract. Mech.*, Bd. 22, Nr. 1, S. 149–163, 1985.
- [95] M. Vater und A. Lienhart, *Über die Abhängigkeit des Formänderungsvermögens metallischer Werkstoffe vom Spannungszustand bei unterschiedlich hoher Temperatur und Formänderungsgeschwindigkeit*. Wiesbaden: VS Verlag für Sozialwissenschaften, 1973.
- [96] A. A. N. Németh, J. Reiser, D. E. J. Armstrong, und M. Rieth, „The nature of the brittle-to-ductile transition of ultra fine grained tungsten (W) foil“, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, Bd. 50, S. 9–15, Mai 2015.

- [97] Y. Zhang, A. V. Ganeev, J. T. Wang, J. Q. Liu, und I. V. Alexandrov, „Observations on the ductile-to-brittle transition in ultrafine-grained tungsten of commercial purity“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 503, Nr. 1–2, S. 37–40, März 2009.
- [98] J. Reiser, „Duktilisierung von Wolfram : Synthese, Analyse und Charakterisierung von Wolframlaminaten aus Wolframfolie“, Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2012.
- [99] J.-Y. Kim, D. Jang, und J. R. Greer, „Tensile and compressive behavior of tungsten, molybdenum, tantalum and niobium at the nanoscale“, *Acta Mater.*, Bd. 58, Nr. 7, S. 2355–2363, Apr. 2010.
- [100] S.-W. Lee, Y. Cheng, I. Ryu, und J. R. Greer, „Cold-temperature deformation of nano-sized tungsten and niobium as revealed by in-situ nano-mechanical experiments“, *Sci. China Technol. Sci.*, Bd. 57, Nr. 4, S. 652–662, Apr. 2014.
- [101] D. E. J. Armstrong, C. D. Hardie, J. S. K. L. Gibson, A. J. Bushby, P. D. Edmondson, und S. G. Roberts, „Small-scale characterisation of irradiated nuclear materials: Part II nanoindentation and micro-cantilever testing of ion irradiated nuclear materials“, *J. Nucl. Mater.*, Bd. 462, S. 374–381, Juli 2015.
- [102] V. Cimalla, C.-C. Röhlig, J. Pezoldt, M. Niebelschütz, O. Ambacher, K. Brückner, M. Hein, J. Weber, S. Milenkovic, A. J. Smith, und A. W. Hassel, „Nanomechanics of single crystalline tungsten nanowires“, *J. Nanomater.*, Bd. 2008, S. 44:16–44:16, Jan. 2008.
- [103] S. Wurster, C. Motz, und R. Pippan, „Characterization of the fracture toughness of micro-sized tungsten single crystal notched specimens“, *Philos. Mag.*, Bd. 92, Nr. 14, S. 1803–1825, Mai 2012.
- [104] J. Reiser, M. Rieth, B. Dafferner, und A. Hoffmann, „Tungsten foil laminate for structural divertor applications – Basics and outlook“, *J. Nucl. Mater.*, Bd. 423, Nr. 1–3, S. 1–8, Apr. 2012.
- [105] J. Reiser, M. Rieth, A. Möslang, B. Dafferner, A. Hoffmann, X. Yi, und D. E. J. Armstrong, „Tungsten foil laminate for structural divertor applications – Tensile test properties of tungsten foil“, *J. Nucl. Mater.*, Bd. 434, Nr. 1–3, S. 357–366, März 2013.
- [106] J. Reiser, M. Rieth, A. Möslang, B. Dafferner, J. Hoffmann, T. Mrotzek, A. Hoffmann, D. E. J. Armstrong, und X. Yi, „Tungsten foil laminate for structural divertor applications – Joining of tungsten foils“, *J. Nucl. Mater.*, Bd. 436, Nr. 1–3, S. 47–55, Mai 2013.

- [107] J. Reiser, P. Franke, T. Weingärtner, J. Hoffmann, A. Hoffmann, und M. Rieth, „Tungsten laminates made of ultrafine-grained (UFG) tungsten foil — Ageing of tungsten–titanium (W–Ti) laminates“, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, Bd. 51, S. 264–274, Juli 2015.
- [108] J. Reiser, M. Rieth, A. Möslang, H. Greuner, D. E. J. Armstrong, T. Denk, T. Gräning, W. Hering, A. Hoffmann, J. Hoffmann, H. Leiste, T. Mrotzek, R. Pippan, W. Schulmeyer, T. Weingärtner, und A. Zabernig, „Tungsten (W) laminate pipes for innovative high temperature energy conversion systems“, *Adv. Eng. Mater.*, Bd. 17, Nr. 4, S. 491–501, Apr. 2015.
- [109] O. Kraft und C. A. Volkert, „Mechanical testing of thin films and small structures“, *Adv. Eng. Mater.*, Bd. 3, Nr. 3, S. 99–110, März 2001.
- [110] K. J. Hemker und W. N. Sharpe, „Microscale characterization of mechanical properties“, *Annu. Rev. Mater. Res.*, Bd. 37, Nr. 1, S. 93–126, 2007.
- [111] N. B. Jaya und M. Z. Alam, „Small-scale mechanical testing of materials“, *Curr. Sci.*, Bd. 105, Nr. 8, S. 1073–1099, 2013.
- [112] H. S. Cho, K. J. Hemker, K. Lian, J. Goettert, und G. Dirras, „Measured mechanical properties of LIGA Ni structures“, *Sens. Actuators Phys.*, Bd. 103, Nr. 1–2, S. 59–63, Jan. 2003.
- [113] W. N. Sharpe, B. Yuan, R. Vaidyanathan, und R. L. Edwards, „Measurements of Young’s modulus, Poisson’s ratio, and tensile strength of polysilicon“, in *Tenth Annual International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems, 1997. MEMS ’97, Proceedings, IEEE*, 1997, S. 424–429.
- [114] T. Kennerknecht, „Fatigue of micro molded materials - aluminum bronze and yttria stabilized zirconia“, Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2014.
- [115] N. J. Briot, T. Kennerknecht, C. Eberl, und T. J. Balk, „Mechanical properties of bulk single crystalline nanoporous gold investigated by millimetre-scale tension and compression testing“, *Philos. Mag.*, Bd. 94, Nr. 8, S. 847–866, März 2014.
- [116] T. J. Balk, C. Eberl, Y. Sun, K. J. Hemker, und D. S. Gianola, „Tensile and compressive microspecimen testing of bulk nanoporous gold“, *JOM*, Bd. 61, Nr. 12, S. 26–31, Dez. 2009.

- [117] S. A. Slaby, „Charakterisierung und Bewertung der Zug- und Ermüdungseigenschaften von Mikrobauteilen aus 17-4PH Edelstahl : ein Vergleich mikropulverspritzgegossenem und konventionell hergestelltem Material“, Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2015.
- [118] T. P. Weihs, S. Hong, J. C. Bravman, und W. D. Nix, „Mechanical deflection of cantilever microbeams: A new technique for testing the mechanical properties of thin films“, *J. Mater. Res.*, Bd. 3, Nr. 5, S. 931–942, 1988.
- [119] J. N. Florando und W. D. Nix, „A microbeam bending method for studying stress–strain relations for metal thin films on silicon substrates“, *J. Mech. Phys. Solids*, Bd. 53, Nr. 3, S. 619–638, März 2005.
- [120] C. J. Wilson, A. Ormeggi, und M. Narbutovskih, „Fracture testing of silicon microcantilever beams“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 79, Nr. 5, S. 2386–2393, März 1996.
- [121] F. Iqbal, J. Ast, M. Göken, und K. Durst, „In situ micro-cantilever tests to study fracture properties of NiAl single crystals“, *Acta Mater.*, Bd. 60, Nr. 3, S. 1193–1200, Feb. 2012.
- [122] J. Ast, T. Przybilla, V. Maier, K. Durst, und M. Göken, „Microcantilever bending experiments in NiAl – Evaluation, size effects, and crack tip plasticity“, *J. Mater. Res.*, Bd. 29, Nr. 18, S. 2129–2140, 2014.
- [123] D. Kupka, N. Huber, und E. T. Lilleodden, „A combined experimental-numerical approach for elasto-plastic fracture of individual grain boundaries“, *J. Mech. Phys. Solids*, Bd. 64, S. 455–467, März 2014.
- [124] D. Kupka und E. T. Lilleodden, „Mechanical testing of solid–solid interfaces at the microscale“, *Exp. Mech.*, Bd. 52, Nr. 6, S. 649–658, Sep. 2011.
- [125] W. C. Oliver und G. M. Pharr, „An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments“, *J. Mater. Res.*, Bd. 7, Nr. 6, S. 1564–1583, 1992.
- [126] V. G. Glebovsky, V. N. Semenov, und V. V. Lomeyko, „Influence of the crystallization conditions on the structural perfection of molybdenum and tungsten single crystals“, *J. Cryst. Growth*, Bd. 87, Nr. 1, S. 142–150, Jan. 1988.

- [127] V. G. Glebovsky, V. V. Lomeyko, und V. N. Semenov, „Unit for electron-beam zone melting of refractory materials“, *J. Common Met.*, Bd. 117, Nr. 1–2, S. 385–389, März 1986.
- [128] V. G. Glebovsky, I. V. Kapchenko, und B. M. Shipilevsky, „Kinetics of interaction of carbon and oxygen in niobium during vacuum levitation melting“, *J. Alloys Compd.*, Bd. 184, Nr. 2, S. 305–313, 1992.
- [129] V. G. Glebovsky, B. M. Shipilevsky, I. V. Kapchenko, und V. V. Kireiko, „Kinetics of oxygen and carbon removal from liquid molybdenum in the process of high-frequency levitation in vacuum“, *J. Alloys Compd.*, 1992.
- [130] S. I. Bozhko, V. G. Glebovsky, V. N. Semenov, und I. Smirnova, „On the growth of tungsten single crystals of high structural quality“, *J. Cryst. Growth*, Bd. 311, Nr. 1, S. 1–6, Dez. 2008.
- [131] Deutsche Norm, „Prüfung metallischer Werkstoffe - Zugproben“, DIN 50125, 2009.
- [132] C. Mattheck, *Verborgene Gestaltgesetze der Natur : Optimalformen ohne Computer*, 1. Aufl. Karlsruhe: Karlsruher Institut für Technologie, 2006.
- [133] S. Bechtle, H. Özcoşan, E. D. Yilmaz, T. Fett, G. Rizzi, E. T. Lilleodden, N. Huber, A. Schreyer, M. V. Swain, und G. A. Schneider, „A method to determine site-specific, anisotropic fracture toughness in biological materials“, *Scr. Mater.*, Bd. 66, Nr. 8, S. 515–518, Apr. 2012.
- [134] C. Eberl, „Digital image correlation and tracking“, 05-Feb-2015. [Online]. Verfügbar unter: http://www.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/file_info_s/12413-digital-image-correlation-and-tracking.
- [135] Y. Murakami, *Stress Intensity Factors Handbook*. Oxford: Pergamon Press, 1986.
- [136] D. Munz, R. T. Bubsey, und J. E. Srawley, „Compliance and stress intensity coefficients for short bar specimens with chevron notches“, *Int. J. Fract.*, Bd. 16, Nr. 4, S. 359–374, Aug. 1980.
- [137] W. Dax, N. Drozd, D. Gläser, H. Itschner, G. Kotsch, J. Slaby, und A. Weiß, *Tabellenbuch für Metalltechnik 11., überarbeitete und erweiterte Auflage*. Hamburg: Handwerk und Technik, 2005.

- [138] C. Bohnert, N. J. Schmitt, S. M. Weygand, O. Kraft, und R. Schwaiger, „Fracture toughness characterization of single-crystalline tungsten using notched micro-cantilever specimens“, *Int. J. Plast.*, Bd. 81, S. 1–17, Juni 2016.
- [139] S. Sandfeld, M. Monavari, und M. Zaiser, „From systems of discrete dislocations to a continuous field description: stresses and averaging aspects“, *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, Bd. 21, Nr. 8, S. 85006, 2013.
- [140] C. Reuber, P. Eisenlohr, F. Roters, und D. Raabe, „Dislocation density distribution around an indent in single-crystalline nickel: Comparing nonlocal crystal plasticity finite-element predictions with experiments“, *Acta Mater.*, Bd. 71, S. 333–348, Juni 2014.
- [141] N. A. Fleck und J. W. Hutchinson, „A phenomenological theory for strain gradient effects in plasticity“, *J. Mech. Phys. Solids*, Bd. 41, Nr. 12, S. 1825–1857, Dez. 1993.
- [142] H. Gao, Y. Huang, W. D. Nix, und J. W. Hutchinson, „Mechanism-based strain gradient plasticity— I. Theory“, *J. Mech. Phys. Solids*, Bd. 47, Nr. 6, S. 1239–1263, Apr. 1999.
- [143] H. Bei, S. Shim, M. K. Miller, G. M. Pharr, und E. P. George, „Effects of focused ion beam milling on the nanomechanical behavior of a molybdenum-alloy single crystal“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 91, Nr. 11, S. 111915, Sep. 2007.
- [144] W. Brezna, H. Wanzenböck, A. Lugstein, E. Bertagnolli, E. Gornik, und J. Smoliner, „Focussed ion beam induced damage in silicon studied by scanning capacitance microscopy“, *Semicond. Sci. Technol.*, Bd. 18, Nr. 4, S. 195, 2003.
- [145] D. Kiener, C. Motz, M. Rester, M. Jenko, und G. Dehm, „FIB damage of Cu and possible consequences for miniaturized mechanical tests“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 459, Nr. 1–2, S. 262–272, Juni 2007.
- [146] J. P. McCaffrey, M. W. Phaneuf, und L. D. Madsen, „Surface damage formation during ion-beam thinning of samples for transmission electron microscopy“, *Ultramicroscopy*, Bd. 87, Nr. 3, S. 97–104, Apr. 2001.
- [147] S. Rubanov und P. R. Munroe, „FIB-induced damage in silicon“, *J. Microsc.*, Bd. 214, Nr. 3, S. 213–221, Juni 2004.

- [148] J. Marien, J. M. Plitzko, R. Spolenak, R.-M. Keller, und J. Mayer, „Quantitative electron spectroscopic imaging studies of microelectronic metallization layers“, *J. Microsc.*, Bd. 194, Nr. 1, S. 71–78, 1999.
- [149] S. Shim, H. Bei, M. K. Miller, G. M. Pharr, und E. P. George, „Effects of focused ion beam milling on the compressive behavior of directionally solidified micropillars and the nanoindentation response of an electropolished surface“, *Acta Mater.*, Bd. 57, Nr. 2, S. 503–510, Jan. 2009.
- [150] P. W. Nebiker, „Strukturierung von Silizium mit niederenergetischen fokussierten Ionenstrahlen“, ETH Zürich, Zürich, 1997.
- [151] J. F. Ziegler, M. D. Ziegler, und J. P. Biersack, „SRIM-The stopping and range of ions in matter (2010)“, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, Bd. 268, Nr. 11–12, S. 1818–1823, Juni-2010.
- [152] H. Ryssel und I. Ruge, *Ionenimplantation*. Springer-Verlag, 2013.
- [153] W. Rostoker, H. Markus, und J. M. McCaughey, *Embrittlement by liquid metals*. New York: Reinhold Publishing /Chapman & Hall, 1960.
- [154] M. Nicholas und C. Old, „Liquid-metal embrittlement“, *J. Mater. Sci.*, Bd. 14, Nr. 1, S. 1–18, 1979.
- [155] R. C. Hugo und R. G. Hoagland, „Gallium penetration of aluminum: In-situ TEM observations at the penetration front“, *Scr. Mater.*, Bd. 41, Nr. 12, S. 1341–1346, Nov. 1999.
- [156] W. Ludwig und D. Bellet, „Penetration of liquid gallium into the grain boundaries of aluminium: a synchrotron radiation microtomographic investigation“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 281, Nr. 1–2, S. 198–203, Apr. 2000.
- [157] K. A. Unocic, M. J. Mills, und G. s. Daehn, „Effect of gallium focused ion beam milling on preparation of aluminium thin foils“, *J. Microsc.*, Bd. 240, Nr. 3, S. 227–238, Dez. 2010.
- [158] J. Hagström und B. Hutchinson, „Recrystallisation processes in aluminium revealed by gallium treatment“, *Mater Sci Forum*, Bd. 396–402, S. 539–544, 2002.
- [159] R. C. Hugo und R. G. Hoagland, „In-situ TEM observation of aluminum embrittlement by liquid gallium“, *Scr. Mater.*, Bd. 38, Nr. 3, S. 523–529, Jan. 1998.

- [160] R. C. Hugo und R. G. Hoagland, „The kinetics of gallium penetration into aluminum grain boundaries - In situ TEM observations and atomistic models“, *Acta Mater.*, Bd. 48, Nr. 8, S. 1949–1957, Mai 2000.
- [161] R. Stumpf und P. J. Feibelman, „Towards an understanding of liquid-metal embrittlement: Energetics of Ga on Al surfaces“, *Phys. Rev. B*, Bd. 54, Nr. 7, S. 5145–5150, Aug. 1996.

Anhang

A. Charakterisierung des Probenmaterials

Die Verunreinigungen des einkristallinen Probenmaterials aus dem Institute of Solid State Physics sind in Tabelle A.1 aufgeführt.

Tabelle A.1

Chemische Analyse des einkristallinen Probenmaterials aus dem Institute of Solid State Physics. Die Analyse wurde von Gelbovsky et. al [128], [129] durchgeführt.

Element	Verunreinigung [1E-04 at. %]	Auflösungsgrenze [1E-04 at. %]
O	0,5	0,1
C	1	0,1
N	0,6	0,01
Si	0,3	0,01
Al	0,1	0,01
K	0,1	0,01
Ca	0,1	0,01
Na	0,3	0,01
P	0,3	0,01
S	0,3	0,01
Mn	0,3	0,01
Nb	0,1	0,01
Ta	0,1	0,01
Re	0,1	0,01
V	0,3	0,01
Fe	0,1	0,01
Ni	0,06	0,001
Co	0,3	0,001
Cr	0,05	0,001
Cu	0,05	0,001
Pb	0,1	0,001

Die Herstellerangaben zum Höchstgehalt an nicht-metallischen Verunreinigungen des polykristallinen Probenmaterials der Plansee Metall GmbH sind in Tabelle A.2 aufgeführt.

Tabelle A.2

Herstellerangaben der Gehalte an nicht-metallischen Verunreinigungen des polykristallinen Probenmaterials von der Plansee Metall GmbH.

Element	Garantierte Analyse	
	max. [µg/g]	Typische Analyse [µg/g]
C	30	10
H	5	2
N	5	<2
O	20	5
P	20	<10
S	5	<2
Si	20	5

B. Probengeometrie

In den folgenden Tabellen sind die Abmessungen der getesteten Flachzugproben wie auch Mikro-Biegebalken aufgeführt. Dabei sind in Tabelle B.1 die Abmessungen der Flachzugproben, in Tabelle B.2 die der einkristallinen Mikro-Biegebalken, in Tabelle B.3 die der bikristallinen Mikro-Biegebalken mit dreieckigen Querschnitt und in Tabelle B.4 die der polykristallinen Mikro-Biegebalken.

Tabelle B.1

Probenabmessungen der Flachzugproben nach unterschiedlicher Kristallorientierung (KO) aufgelistet.

KO	Proben	Dicke [μm]	Breite [μm]	Länge [μm]
[001]	Z301	141,1	147,8	815,9
[001]	Z303	138,2	202,3	945,0
[001]	Z304	126,9	203,1	906,8
[001]	Z305	149,2	192,4	957,1
[011]	Z401	60,9	261,8	713,6
[011]	Z402	119,3	269,3	1012,9
[011]	Z403	101,2	216,9	837,3
[011]	Z404	127,8	223,1	953,9
[011]	Z405	101,7	243,8	889,8
[111]	Z201	119,7	227,3	932,0
[111]	Z202	130,0	231,9	981,1
[111]	Z203	114,5	208,8	873,6
[111]	Z204	114,5	198,8	852,5
[111]	Z205	116,4	203,8	870,2
[123]	Z502	113,6	203,6	859,5
[123]	Z504	108,7	220,4	874,5
[123]	Z505	91,3	137,4	632,9
[123]	Z506	53,9	196,2	580,8

Tabelle B2
 Probenabmessungen der einkristallinen Mikro-Biegebalken.

Bruchsystem	Probe Einkr.	Abstand Hebelarm-Kerbe [μm]	Breite [μm]	Höhe [μm]	Kerbtiefe [μm]	Abstand Kerbe-Balkenschulter [μm]
{110}{1̄10}	B1	120,0	20,0	48,0	7,0	47,5
{110}{1̄10}	B2	120,0	30,0	47,0	8,4	51
{110}{1̄10}	B3	110,0	21,1	39,0	12,4	28,7
{110}{1̄10}	B4	110,0	23,8	37,2	10,6	30,2
{110}{1̄10}	B5	110,0	24,6	36,0	11,0	30,3
{110}{1̄10}	B6	110,0	21,0	44,2	8,8	29,8
{110}{001}	B7	80,0	13,6	11,5	6,0	3
{110}{001}	B8	66,0	12,2	10,3	5,6	2,6
{100}{011}	B9	90,0	19,6	14,5	6,0	6,3
{100}{011}	B10	62,0	16,2	15,0	7,6	5,4
{100}{011}	B11	72,7	16,0	13,8	4,3	5,7

Tabelle B.3

Probenabmessungen der bikristallinen Mikro-Biegebalken mit dreieckigem Querschnitt: Bei alle Balken lagen für die beiden unterschiedlichen Körner zum einen die (001)-Richtung zum anderen die die (112)-Richtung senkrecht zur Probenoberfläche.

Probe Bikr.	Abstand Hebelarm-Kerbe [μm]	Breite [μm]	Höhe [μm]	Winkel [$^{\circ}$]	Abstand Korngrenze (Kerbe)- Balkenschulter [μm]
B1	38,0	10,9	11,5	55,7	14,2
B2	36,0	12,7	12,9	55,8	14,9
B3	38,0	13,1	12,8	55,2	15,5
B4	36,0	12,2	12,7	54,1	13,1
B5	42,0	14,4	14,8	55,2	14,8
B6	42,0	15,3	15,0	54,5	11,7
B7	38,0	11,0	11,5	55,8	10,6
B8	31,0	12,7	12,7	52,9	-

Tabelle B.4

Probenabmessungen der polykristallinen Mikro-Biegebalken.

Probe Polykr.	Abstand Hebelarm-Kerbe [µm]	Breite [µm]	Höhe [µm]	Kerbtiefe [µm]	Abstand Kerbe-Balkenschulter [µm]
B1	160,0	14,8	65,4	9,0	5,9
B2	180,0	10,7	72,4	6,0	3,9
B3	180,0	23,3	77,2	8,3	18,3
B4	175,0	15,3	60,2	9,1	4,2

C. Versuchsmatrix Biegeversuche

Tabelle C.1

Übersicht zu den durchgeführten Mikro-Biegeversuchen

Probennummer	Art & Bruchsystem					Proben-geometrie			Kerb-geometrie		Belastungs-art				
	Einkristallin {110}{110}	Einkristallin {110}{001}	Einkristallin {100}{011}	Bikristallin Korngrenze normal	Bikristallin Korngrenze parallel	Polykristallin L-R	<i>Ex situ</i> (Abb. 4.2)	<i>Ex situ</i> Dreiecksgeometrie (Abb. 4.3)	<i>In situ</i> (Abb. 4.4)	Ungekerbt	Gerade Kerbe	Chevron Kerbe	Kontinuierlich Kraftkontrolliert	Kontinuierlich Verschiebungskontrolliert	Be- und Entlastungsversuche
Einkr. B1	x						x				x		x		
Einkr. B2	x						x				x		x		
Einkr. B3	x						x				x			x	
Einkr. B4	x						x				x			x	
Einkr. B5	x						x				x			x	
Einkr. B6	x						x				x				x
Einkr. B7		x						x			x			x	
Einkr. B8		x						x			x				x
Einkr. B9			x					x			x			x	
Einkr. B10			x					x			x			x	
Einkr. B11			x					x			x				x
Bikr. B1				x			x		x					x	
Bikr. B2				x			x		x					x	
Bikr. B3				x			x		x						x
Bikr. B4				x			x		x						x
Bikr. B5				x			x			x				x	
Bikr. B6				x			x			x					x
Bikr. B7				x			x			x					x
Bikr. B8					x		x			x					x
Polykr. B1						x	x			x				x	
Polykr. B2						x	x			x				x	
Polykr. B3						x	x			x					x
Polykr. B4						x	x			x					x

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen des kooperativen Promotionskollegs „Gefügestrukturanalyse und Prozessbewertung“ am Institut für angewandte Materialien – Werkstoff- und Biomechanik des Karlsruher Instituts für Technologie. Für die Finanzierung bedanke ich mich bei dem Karlsruher House of Young Scientists (KHYS) und der Ladesgraduiertenförderung Baden-Württemberg.

Zu Beginn bedanke ich mich bei Prof. Dr. Oliver Kraft für das Angebot an seinem Institut diese Arbeit durchzuführen sowie für die Übernahme des Hauptreferats. Die konstruktiven Diskussionen und Anregungen zu dieser Arbeit haben mir sehr geholfen. Darüber hinaus bedanke ich mich sehr für die Möglichkeit an zahlreichen Konferenzen teilzunehmen.

Bei Prof. Dr. Sabine M. Weygand bedanke ich für die Übernahme des Koreferats. Ihre Hilfsbereitschaft und Interesse an der Arbeit gaben wichtige Impulse.

Ruth Schwaiger möchte ich besonders für die Betreuung danken. Die vielen fachlichen Diskussionen und Anregungen sowie ihre Unterstützung haben wesentlich zum Gelingen beigetragen. Vor allem möchte ich mich auch für das umfangreiche Korrekturlesen bedanken.

Als meinem dualen Partner für dieses Projekt danke ich besonders Christoph Bohnert für die erfolgreiche Zusammenarbeit. Seine numerischen Untersuchungen zu den experimentellen Versuchen wie auch die Entwicklung einer experimentellen Auswertemethode für die Bruchzähigkeit der Mikrobalken haben diese Arbeit sehr bereichert.

Christoph Ruhs und Boris Matuschka vom WBK möchte ich für die Herstellung meiner Mikrobalken mittels μ -EDM bedanken.

Besonderer Dank gilt Stefan Slaby für die umfangreiche Hilfe bei den Zugversuchen, sowie Moritz Wenk für die Einführung und die stetige Hilfe bei den EBSD-Messungen. Herrn Ewald Ernst gilt mein besonderer Dank für vielerlei handwerkliche Hilfe.

Ganz herzlich bedanke ich mich bei allen Mitarbeitern des IAM-WBM für die tolle Arbeitsatmosphäre, für die konstruktiven Diskussionen und Ihrer Unterstützung während meiner Zeit am IAM-WBM.

Zum Schluss bedanke ich mich ganz herzlich bei meiner Familie für den Rückhalt und der Unterstützung während meines Studiums und meiner Zeit als Doktorand. Ein ganz besonderer Dank geht an meinen Freund Stefan für seine große moralische Unterstützung und den Rückhalt während der ganzen Zeit sowie für das sehr ausführliche Korrekturlesen.