

# **Tribologisch induzierte Verformungsmechanismen und Reibung in Abhängigkeit von der Kristallorientierung in Kupfer**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
**Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)**  
von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des  
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

angenommene

**Dissertation**

von

Christian Haug M.Sc.

aus Stuttgart

Tag der mündlichen Prüfung: 03. August 2022

Hauptreferent: Prof. Dr. rer. nat. Peter Gumbsch

Korreferenten: Prof. Dr. rer. nat. Gerhard Dehm

Prof. Dr. rer. nat. Christian Greiner



# Vorwort

In meiner wunderbaren Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Angewandte Materialien (IAM-ZM) konnte ich stets auf vielfältige Unterstützung und Hilfe zählen. Dafür gilt mein Dank allen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Zuallererst möchte ich meinem Doktorvater Prof. Dr. Peter Gumbsch ganz herzlich für die hervorragende Betreuung, die vielen fruchtbaren Diskussionen und entscheidende Hinweise über die Jahre danken. Seine inspirierende Begeisterung für die Wissenschaft, den beeindruckenden Überblick bei gleichzeitig messerscharfem Blick für Details und die Gabe, immer zielsicher genau die richtige Frage zu stellen, bewundere ich zutiefst.

Einen großen Dank möchte ich Prof. Dr. Gerhard Dehm für die Übernahme des Korreferats und das Interesse an meiner Arbeit aussprechen. Sein immenser Wissens- und Erfahrungsschatz ist für mich eine echte Bereicherung.

Ein ganz besonderes Dankeschön gilt meinem Betreuer Prof. Dr. Christian Greiner, der ein tolles Arbeitsumfeld für mich geschaffen hat und von dem ich unglaublich viel lernen durfte. Nicht nur seine exzellente fachliche Betreuung, sondern auch sein stets offenes Ohr und die unkomplizierte und konstruktive Art schätze ich sehr.

Vielen Dank an Dr. Johannes Schneider, ohne den ich vermutlich nie den Weg an das Institut gefunden hätte. Seine stets unterstützende, positive Art und Bereitschaft zu hilfreicher Diskussion war mir vom ersten Tag an eine sichere Bank.

Ohne meine tollen Tribo-Kolleginnen und Kollegen wäre die Zeit am ZM nicht das gleiche gewesen. Ob fachliche Diskussion, gemeinsames Mittagessen oder legendärer Mühlburg-Stammtisch - mein herzlicher Dank gilt Dr. Paul Schreiber, Dr. Daniel Kümmel, Dr. Zhilong Liu, Dr. Julia Rau, Dr. Sarah Becker, Dr. Xiang Chen, Antje Dollmann, Ines Blatter, Yulong Li, Dr. Nikolay Garabedian, Dr. Michael Seitz, Dr. Gerda Vaitkunaite, Prof. Dr. Haroldo Pinto, Dr. Qing Zhou, Ilia Bagov, Bharath Venkata und Roxane Lung. Auch sei Dr. Iviza Tesari, Dr. Klaus Bethge, Dr. Karlheinz Weber, Dr. Roland Kappel und Jürgen Schäfer für die gute Zusammenarbeit und die Einblicke in den Campus Nord gedankt. Nicht vergessen seien außerdem alle Kolleginnen und Kollegen aus den Simulationsgruppen und der der Nanotribologie - vielen Dank für den fachlichen Austausch, Gernsbach-Kegelabende und gemeinsame Spiel- oder Grillabende.

Einen besonders herzlichen Dank möchte ich auch an meine langjährige Bürokollegin Dr. Friederike Ruebeling richten. Unsere fachlichen Diskussionen und persönlichen Gespräche waren mir immer eine Freude - und das Büro danach einfach nicht mehr ganz das gleiche. Für die administrative, technische und IT-Unterstützung danke ich Andrea Doer, Friedbert Keller, Marcel Milich, Katja Hahn, Andra Lerghevici, Florian Hirth, und Yiyue Li.

Weiterhin bedanke ich mich bei allen studentischen und wissenschaftlichen Hilfskräften, die mich unterstützt haben; insbesondere Diego Rodriguez für seine Programmierarbeiten im Zusammenhang mit der automatischen Auswertung von 3D-Profilometriemessungen, Maya Neyhouser und Lena Seigner für ihre Arbeit an der Studie zum Finden optimaler Elektropolierparameter sowie Franziska Meyer für ihre Unterstützung beim Kalibrieren des Tribometers und die weitere Zusammenarbeit. Besonderen Dank auch an Chantal Kurpiers und Ines Blatter für das Anfertigen ihrer Masterarbeiten und die Erkenntnisse aus den OFE-Kupfer-Versuchen.

Bei Prof. Dr. Dmitri Molodov bedanke ich mich vielmals für die Bereitstellung des Bikristalls. Ebenso vielen Dank an Dr. Dominic Linsler für die gute Zusammenarbeit über Institutsgrenzen hinweg sowie die Hilfe bei allen Fragen in Sachen Nanoindentation. Dr. Rüdiger Kilian und Prof. Dr. Ralf Hielscher möchte ich für ihre stete Unterstützung und Hilfe in allen MTEX-Belangen danken, sei es auf dem MTEX-Workshop oder in Online-Diskussionen. In meiner Funktion als FIB- / Rasterelektronenmikroskop-Verantwortlicher ferner vielen Dank an Michael Germann und Michal Tomec, die mir rund um unsere Helios all die Jahre stets eine zuverlässige Hilfe waren. Auch Dr. Laurie Palasse sei für Ihre Unterstützung in Sachen EBSD gedankt.

Ein nicht in Worten aufzuwiegender, herzlicher Dank gebührt meinen Eltern und meinem Bruder - ohne Euren steten und bedingungslosen Rückhalt wäre ich nicht die Person, die ich heute bin, und die vorliegende Arbeit würde es so wohl nicht geben. Eurer kompromisslosen Unterstützung und Förderung verdanke ich alles.

Abschließend möchte ich meiner Verlobten und meiner Schwiegerfamilie in spe herzlich danken, durch die ich erst so richtig in Karlsruhe angekommen bin. Liebe Anouschka, ohne Deine tagtägliche Unterstützung, Fürsorge, Anteilnahme, das geduldige Zuhören und Rückenfreihalten sowie Deine positive Energie hätte ich es niemals geschafft.

## Kurzfassung

In Anbetracht der fortschreitenden Klimakatastrophe erschien die Minimierung von Reibung und Verschleiß technischer Systeme mit dem Ziel geringerer Energiedissipation nie dringlicher als heute. Hierzu ist ein grundlegendes Verständnis der in tribologisch belasteten Metalloberflächen ablaufenden Verformungsmechanismen sowie deren Verknüpfung mit der Reibung unabdingbar. Es ist bekannt, dass tribologisch induzierte Mikrostrukturentwicklung auf Basis versetzungsbasierter Plastizität die Entwicklung von Reibung und Verschleiß entscheidend beeinflusst. Zwar steht fest, dass die kristallographische Orientierung einkristalliner Metalle die Ausrichtung der Gleitsysteme hinsichtlich der tribologischen Belastung beeinflusst, also eine Anisotropie von Mikrostrukturentwicklung und Reibung zu erwarten ist. Dabei ist jedoch insbesondere die anfängliche und langfristige *Entwicklung* der Zusammenhänge zwischen *Verformungsmechanismen* und *Reibung* in Abhängigkeit von der *Kristallorientierung* noch unzureichend verstanden.

Unidirektionale, tribologische Modellversuche mit Saphirkugeln an hochreinen Kupferproben (Ein- und Bikristalle) erlaubten durch gezielte Variation von Kristallorientierung, Übergleitungsanzahl und Belastungsbedingungen in diesem Kontext eine detaillierte Analyse der folgenden Fragestellung: Welche Verformungsmechanismen wirken anfänglich und im Laufe wiederholter Übergleitung in Abhängigkeit von der Kristallorientierung? Welche langfristige Bedeutung besitzt dabei die initiale Kristallorientierung? Und: Wie entwickelt sich die Interdependenz von anisotroper Verformung und Reibung? Auf Basis detaillierter elektronenmikroskopischer und 3D-profilometrischer Analysen der plastischen Verformung in Kombination mit präziser Tribometrie wurden hierzu folgende neue Erkenntnisse gewonnen:

Im Hinblick auf die Mikrostrukturentwicklung im Frühstadium zeigt diese Arbeit die überragende Bedeutung tribologisch induzierter Kristallrotation um die transversale Richtung (TD) als integralen Bestandteil dreier charakteristischer Rotationsprozesse - unabhängig von Kristallorientierung, Gleitrichtung und Last. Diese beeinflussten nur Ausprägung und mikrostrukturelle Akkommodation dieser Rotationsprozesse, nicht jedoch deren grundlegenden Charakter. Die quantitative Analyse erfolgte bei einzelner Übergleitung auf Basis eines vollkommen zerstörungsfreien Messansatzes mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD). Mit zunehmender Übergleitungsanzahl nahm die Rotationsrate ab.

Ferner zeigte eine Analyse tribologisch induzierter Gleitstufen auf, dass sich die anisotrope Reibspurtopographie selbst nach 1000 unidirektionalen Übergleitungen noch eindeutig auf die initiale Einkristall-Orientierung zurückführen lässt. Im Gegensatz dazu ging in einer sich langfristig auf Basis versetzungsbasierter Plastizität und Faltenbildung oberflächennah ausbildenden, nanokristallinen Schicht der Bezug zur Ursprungsorientierung zunehmend verloren - infolgedessen also auch elastisch-plastische Anisotropie. Starke Schichtbildung war mit einsetzendem, mildem Kupferübertrag und Verschleiß assoziiert. Hohe Normallast bei großer Kugelgröße sowie bestimmte Kristallorientierungen schienen Ausmaß und Geschwindigkeit dieser Vorgänge zu steigern, sodass initiale Kristallorientierungen wohl trotz zunehmender, oberflächlicher Isotropie im Sinne einer Hysterese langfristig nachwirkten. Eine Reibungsreduktion infolge Korngrenzengleitens wurde hingegen nicht beobachtet.

Hinsichtlich der Verknüpfung von Verformung und Reibung belegt die Arbeit für das Frühstadium eine Reibungsanisotropie aufgrund anisotroper Mikrostrukturmodifikation sowie - nachgeordnet - anisotropen Pflügens. Auch langfristig konnte eine Korrelation zwischen anisotroper plastischer Verformung, Reibspurtopographie und Reibung aufgedeckt werden, wobei Beiträge zur Reibung auf Basis etablierter Reibungstheorien diskutiert wurden.

Zusammengenommen zeigt die Arbeit nicht nur einen neuartigen Ansatz zur zerstörungsfreien, quantitativen EBSD-Kristallorientierungsanalyse mild verformter Reibspuren auf, sondern liefert auch einen wichtigen Beitrag zum grundlegenden Verständnis des Kristallorientierungseinflusses auf die (langfristige) Entwicklung von Reibung und Verformung metallischer Werkstoffe am Beispiel Kupfer.

## Abstract

In light of the constantly progressing climate catastrophe, minimizing friction and wear in technical systems with the aim of reduced energy dissipation never seemed more urgent than today. In order to achieve this, a fundamental understanding of the deformation mechanisms occurring in tribologically loaded metal surfaces, as well as their relationship with friction, is paramount. It is known that tribologically induced microstructure evolution due to dislocation-mediated plasticity decidedly influences the evolution of friction and wear. It is clear that crystallographic orientation of single crystalline metals influences the alignment of slip systems with regard to tribological loading, which is why an anisotropy of microstructure evolution and friction is expected. Especially the initial and long-term *evolution* of interconnections between *deformation mechanisms* and *friction* as a function of *crystal orientation*, however, is still insufficiently understood.

In this context, unidirectional tribological model experiments with sapphire spheres on high-purity copper samples (single- and bi-crystals) permitted a detailed analysis of the following questions by means of a systematic variation of crystal orientation, number of traces and loading conditions: Which deformation mechanisms act incipiently and during continued unidirectional sliding as a function of crystal orientation? Which long-term significance does the initial crystal orientation possess in this regard? And: How does the interdependence of anisotropic deformation and friction evolve? The following, novel insights concerning this were gained by performing detailed electron-microscopic and 3D-profilometric analyses in conjunction with precise tribometry:

Regarding early-stage microstructural evolution, the present work shows the fundamental significance of tribologically induced crystal rotation around the transverse direction (TD) as an integral part of three characteristic rotation processes - independent of crystal orientation, sliding direction and load. These merely influenced the microstructural occurrence and accommodation of these rotation processes, but not their fundamental character. Quantitative investigation was carried out using an entirely nondestructive electron backscatter diffraction (EBSD) measurement approach. The rate of rotation declined during continued unidirectional sliding.

In addition, an analysis of tribologically induced slip traces attested to the fact that anisotropic wear track topography may be unequivocally explained in terms of the initial single crystal

orientation even after 1000 unidirectional traces. In contrast, relations to the initial crystal orientation increasingly vanished inside a nanocrystalline subsurface layer developing as a consequence of dislocation-mediated plasticity and surface folding - and thus, so did elastic-plastic anisotropy. Pronounced layer formation was associated with the onset of mild copper transfer and wear. High normal load in conjunction with a large sphere size as well as certain crystal orientations appeared to augment the degree and speed of these processes taking place. Thus, the initial crystal orientation apparently continued to have an effect in the sense of a hysteresis, despite increasing subsurface isotropy. Friction reduction as a consequence of grain boundary sliding, however, was not observed.

With regard to the interconnection of deformation and friction, the present work establishes early-stage friction anisotropy due to anisotropic microstructure modification as well as - to a smaller extent - anisotropic ploughing. It was also possible to reveal a long-term correlation between anisotropic deformation, wear track topography and friction, including a discussion of friction contributions on the basis of established friction theories.

All in all, this work not only demonstrates a novel approach for the nondestructive, quantitative EBSD crystal orientation analysis of mildly deformed wear tracks, but also provides an important contribution to the fundamental understanding of crystal orientation influence on the (long-term) development of friction and deformation of metallic materials, here in terms of copper.

# Veröffentlichungen

## Vorarbeiten

Einige Teile der vorliegenden Arbeit wurden bereits im Rahmen meiner Tätigkeit am Institut für Angewandte Materialien (IAM-ZM, ehem. IAM-CMS) veröffentlicht. Die folgenden Publikationen stellen somit Vorarbeiten für diese Dissertationsschrift dar.

**C. Haug**, D. Molodov, P. Gumbsch und C. Greiner. Tribologically induced crystal rotation kinematics revealed by electron backscatter diffraction. *Acta Materialia* 225, 117566 (2022), doi: 10.1016/j.actamat.2021.117566.

**C. Haug**, F. Ruebeling, A. Kashiwar, P. Gumbsch, C. Kübel und C. Greiner. Early deformation mechanisms in the shear affected region underneath a copper sliding contact. *Nature Communications* 11, 839 (2020), doi: 10.1038/s41467-020-14640-2.

## Weitere Veröffentlichungen

N. Garabedian, P. Schreiber, N. Brandt, P. Zschumme, I. Blatter, A. Dollmann, **C. Haug**, D. Kümmel, Y. Li, F. Meyer, C. Morstein, J. Rau, M. Weber, J. Schneider, P. Gumbsch, M. Selzer und C. Greiner. Generating FAIR research data in experimental tribology. *Scientific Data* 9, 315 (2022), doi: 10.1038/s41597-022-01429-9.

A. Dollmann, A. Kauffmann, M. Heilmaier, **C. Haug** und C. Greiner. Microstructural changes in CoCrFeMnNi under mild tribological load. *Journal of Materials Science* 55, S. 12353 - 12372 (2020), doi: 10.1007/s10853-020-04806-0.

## Forschungsdaten

**C. Haug**. Raw data to the paper „Tribologically induced crystal rotation kinematics revealed by electron backscatter diffraction“. *KITOpen* (2021), doi: 10.5445/IR/1000136498.

**C. Haug**, A. Kashiwar und F. Ruebeling. Raw Data and images for publication Haug et al, November 2019. *KITOpen* (2019), doi: 10.5445/IR/1000100117.



# Inhaltsverzeichnis

<b>Kurzfassung</b>	<b>iii</b>
<b>Abkürzungs- und Symbolverzeichnis</b>	<b>xi</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen und Stand der Forschung</b>	<b>3</b>
2.1 Grundlegende Konzepte und Begriffsklärungen . . . . .	3
2.1.1 Tribologie und Materialtribologie . . . . .	3
2.1.2 Materialtribologischer Modellwerkstoff Kupfer . . . . .	5
2.2 Von Indentation zu Gleiten: Elastisch-plastische Anisotropie . . . . .	8
2.3 Tribologisch induzierte Mikrostrukturentwicklung . . . . .	11
2.4 Reibung und Verformung . . . . .	17
2.5 Zusammenfassung und Zielsetzung dieser Arbeit . . . . .	23
<b>3 Experimentelles und Methoden</b>	<b>25</b>
3.1 Probenmaterial und Probenvorbereitung . . . . .	25
3.2 Tribologische Versuche . . . . .	27
3.2.1 Tribologischer Modellprüfstand und Tribometrie . . . . .	27
3.2.2 Versuchsmodalitäten . . . . .	29
3.3 Mikrostrukturcharakterisierung . . . . .	33
3.3.1 Elektronenmikroskopische Mikrostrukturcharakterisierung . . . . .	34
3.3.2 Messung der kristallographischen Orientierung . . . . .	36
3.4 Profilometrische Charakterisierung der plastischen Verformung . . . . .	39
<b>4 Ergebnisse</b>	<b>42</b>
4.1 Reibung . . . . .	42
4.1.1 Frühstadium: Reibung im Bereich der Korngrenze . . . . .	42
4.1.2 Langfristige Reibungsentwicklung . . . . .	45
4.2 Reibspurtopographie . . . . .	47
4.2.1 Frühstadium: Reibspurtopographie im Bereich der Korngrenze . . . . .	47

4.2.2	Langfristige Entwicklung der Reibspurtopographie . . . . .	48
4.3	Mikrostrukturentwicklung . . . . .	51
4.3.1	Gleitstufen und Gleitebenen . . . . .	52
4.3.2	Tribologisch induzierte Kristallrotation im Frühstadium . . . . .	55
4.3.3	Langfristige Mikrostrukturentwicklung im Querschnitt . . . . .	64
4.3.4	Hochauflösende Raster-Transmissionselektronenmikroskopie . . . . .	70
<b>5</b>	<b>Diskussion</b>	<b>77</b>
5.1	Mechanismen tribologisch induzierter Verformung im Frühstadium . . . . .	77
5.1.1	Kristallrotation und Zwillingsbildung . . . . .	77
5.1.2	Scherung . . . . .	88
5.2	Verformungsentwicklung in Abhängigkeit von Kristallorientierung und Laststufe	90
5.2.1	Physikalische Bedeutung der Laststufen für die Verformung . . . . .	90
5.2.2	Gleitsystemgeometrie und Reibspurtopographie . . . . .	96
5.2.3	Mechanismen mikrostruktureller Transformation . . . . .	103
5.2.4	Die Bedeutung elastischer Anisotropie . . . . .	111
5.3	Reibungsanisotropie in Abhängigkeit von der Verformung . . . . .	113
5.3.1	Physikalische Bedeutung der Reibkraft: Energiedissipation und Struktur	114
5.3.2	Konkrete Ausprägung und Ursachen der Reibungsanisotropie . . . . .	119
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>128</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>a</b>
<b>A</b>	<b>Anhang</b>	<b>o</b>
A.1	Theorie und Methodisches . . . . .	o
A.2	Zur Länge neugebildeter Korngrenzen $L_{KG}$ . . . . .	q
A.3	Reibung . . . . .	t
A.4	Reibspurtopographie . . . . .	w
A.5	Gleitstufen . . . . .	y
A.6	Vorhersage der Aktivierung von Gleitsystemen . . . . .	aa
A.7	Kristallrotation im Frühstadium . . . . .	ac
A.8	Langfristige Mikrostrukturentwicklung . . . . .	al
A.9	Energiedispersive Röntgenspektroskopie und Gegenkörper . . . . .	an

# Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

## Abkürzungen

---

<i>Abkürzung</i>	<i>Erklärung</i>
BK	<u>B</u> ikristall
C1 / C2 / C3	EBSD- <u>C</u> luster Typ 1 / 2 / 3 (Kristallrotationen)
DTL	Versetzungsstreifen (engl. <i>d</i> islocation <i>t</i> race <i>l</i> ine)
EBSD	Elektronenrückstreubeugung (engl. <i>e</i> lectron <i>b</i> ackscatter <i>d</i> iffraction)
FIB	Fokussierter Ionenstrahl (engl. <i>f</i> ocused <i>i</i> on <i>b</i> eam)
FK	<u>F</u> einkörnig (Mikrostruktur)
GE / GS	<u>G</u> leitebene / <u>G</u> leitsystem
H	<u>H</u> ohe Laststufe ( $d_K = 10 \text{ mm}$ , $F_N = 8 \text{ N}$ )
SH	<u>S</u> ehr <u>h</u> ohe Laststufe ( $d_K = 5 \text{ mm}$ , $F_N = 8 \text{ N}$ )
kfz	<u>k</u> ubisch- <u>f</u> lächen <u>z</u> entriert
N	<u>N</u> iedrige Laststufe ( $d_K = 5 \text{ mm}$ , $F_N = 2 \text{ N}$ )
ND	Normalenrichtung (engl. <i>n</i> ormal <i>d</i> irection)
SD	Gleitrichtung (engl. <i>s</i> liding <i>d</i> irection)
STEM	Raster-Transmissionselektronenmikroskopie (engl. <i>s</i> canning <i>t</i> ransmission <i>e</i> lectron <i>m</i> icroscopy)
TD	Transversalrichtung (engl. <i>t</i> ransverse <i>d</i> irection)
TKD	Transmissions-Kikuchi-Beugung (enlg. <i>t</i> ransmission <i>K</i> ikuchi <i>d</i> iffraction)
UfK	<u>U</u> ltra- <u>f</u> einkörnig (Mikrostruktur)

---

## Symbole und physikalische Größen

<i>Symbol</i>	<i>Erklärung</i>	<i>Einheit</i>
A / LA / RA	Region <u>a</u> ußerhalb Reibspur (EBSD): gesamt / <u>li.</u> / <u>re.</u> Korn	-
$C_{ind}$	Anteil <u>C</u> luster an <u>i</u> ndizierten Elternregion-Datenpunkten	%
$C_{ind,t}$	Anteil <u>C</u> luster an allen Elternregion-Datenpunkten ( <u>t</u> otal)	%
$d_K$	Saphirk <u>u</u> g <u>e</u> ld <u>u</u> rchm <u>e</u> sser	mm
$E / E_{uvw}$	<u>E</u> lastizitätsmodul / in Richtung $uvw$ (Kristallkoordinaten)	GPa
$E_R (n_i)$	Gesamte <u>R</u> eib <u>e</u> ng <u>e</u> nergie nach <u>Ü</u> berg <u>l</u> eitung $n_i$	J
$ER_{ind}$	Anteil <u>i</u> ndizierter Datenpunkte in EBSD- <u>E</u> ltern <u>r</u> e <u>g</u> i <u>o</u> n	%
F / F <sub>L</sub> / F <sub>R</sub>	Orientierung <u>f</u> aser (Rotation um TD): allg. / <u>li.</u> / <u>re.</u> Korn	-
$F_N / \bar{F}_N$	<u>N</u> ormalkraft / kalibrierte Normalkraft	N
$F_R$	<u>R</u> eibkraft	N
I / LI / RI	Region <u>i</u> nn <u>e</u> rhalb Reibspur (EBSD): gesamt / <u>li.</u> / <u>re.</u> Korn	-
$I_{ODF}$	<u>I</u> ntensität <u>O</u> rientierung <u>d</u> ichte <u>v</u> erteilung <u>s</u> f <u>u</u> nk <u>t</u> i <u>o</u> n	-
$L_{KG}$	<u>L</u> änge neugebildeter <u>K</u> orn <u>g</u> renzen (Querschnitt)	μm
$M_Z$	$\Sigma 3$ - <u>Z</u> willings <u>m</u> issorientierung (kfz): 60° um $\langle 111 \rangle$	-
$\mu / \bar{\mu}$	Reibungskoeffizient allg. / gemittelt (bestimmte <u>Ü</u> berg <u>l</u> eitung)	-
ON / OF	<u>O</u> berfläch <u>e</u> nn <u>a</u> her / <u>o</u> berfläch <u>e</u> nf <u>e</u> rner Bereich (TKD)	
$n / n_i$	Anzahl <u>Ü</u> berg <u>l</u> eitungen / bestimmte <u>Ü</u> berg <u>l</u> eitung (z.B. $n_1$ )	-
$pA_a / pA_t / pA_{tot}$	<u>A</u> ufwurf- / <u>T</u> al- / Gesamtfläche (Reibspur <u>p</u> rofil)	μm <sup>2</sup>
$pb$	<u>B</u> reite (Reibspur <u>p</u> rofil)	μm
$ph_o / ph_u$	<u>H</u> öhe oberer / unterer Reibspur <u>p</u> rofil-Aufwurf (+TD / -TD)	μm
$pt$	<u>T</u> iefe (Reibspur <u>p</u> rofil)	μm
P / S	<u>P</u> flügen- / <u>S</u> cheren-Term (Reibkraft-Anteile, Bowden & Tabor)	N
$\sigma_H$	<u>H</u> amilton-Spannungstensor	MPa
$t_{CS}$	<u>T</u> iefe Korngrößenübergang (im Querschnitt)	μm
$t_{ob}$	<u>T</u> iefe unter Proben <u>o</u> berfläche (im Querschnitt)	μm
$t_{ON} / t_{ON,L} / t_{ON,R}$	<u>T</u> iefenausdehnung ON-Bereich (TKD): gesamt / <u>li.</u> / <u>re.</u> Korn	μm
$t_{UFK,max}$	Maximale <u>T</u> iefenausdehnung UFK-Schicht	μm

# 1 Einleitung

Jahr für Jahr zeigen sich die verheerenden Auswirkungen des anthropogenen Klimawandels auf Umwelt und Gesellschaft immer deutlicher: Unwetterereignisse wie anhaltende Dürre- und Hitzeperioden, Stürme und Überflutungen werden immer häufiger und drastischer.

Ein nicht zu unterschätzender Faktor für diese katastrophale Entwicklung ist der global unaufhaltsam wachsende Energiehunger. Glücklicherweise steigt im öffentlichen Bewusstsein zunehmend die Akzeptanz von Maßnahmen zur Energieeffizienzsteigerung und der Vermeidung von Abfall und Verschwendung. Neben der Entwicklung grüner Technologien und nachhaltiger Energieproduktion stellt die Optimierung von Reibung und Verschleiß mechanischer Systeme einen wichtigen Hebel zur Linderung dieser Problematik dar.

Außer im Fall von Friktionssystemen wie Bremsen und Kupplungen ist dabei Ziel, Reibung und Verschleiß so weit wie möglich zu verringern - beispielsweise zur Einsparung von Kraftstoff. Dies gilt natürlich auch für vermeintlich saubere Technologien wie Elektroautomobile. Das Einsparpotential durch Reibungsreduktion alleine im Transportsektor ist immens, entfällt doch bis zu einem Drittel der dort umgesetzten Energie auf Reibung [1]. Bis heute spielen Metalle und Legierungen eine zentrale Rolle in vielen technischen und tribologischen Anwendungen. Dies betrifft sowohl Konstruktionswerkstoffe wie Stahl, Gusseisen oder Aluminiumlegierungen, als auch Funktionswerkstoffe wie Kupfer oder Nickel, die wegen ihrer elektrischen oder magnetischen Eigenschaften für viele Anwendungen unverzichtbar sind, zum Beispiel der Fertigung von Elektroautomobilen [2]. Eine Trendwende ist nicht abzusehen, insbesondere seit moderne Methoden der additiven Fertigung zunehmend auch für industriell relevante, metallische Werkstoffe ihre Anwendung finden [3, 4]. Kupfer ist wegen seiner Duktilität und hochsymmetrischen kubisch-flächenzentrierten Kristallstruktur auch besonders gut als tribologischer Modellwerkstoff geeignet.

Die rein ingenieurmäßige Optimierung konkreter Systeme stößt dort an ihre Grenzen, wo Reibungs- und Verschleißvorgängen zugrunde liegende Prinzipien noch nicht hinreichend verstanden sind. Um das volle Potential der Reibungs- und Verschleißminimierung metallischer Gleitkontakte zu heben, ist daher ein genaues Verständnis der grundlegenden, im Material ablaufenden Reibungs- und Verformungsmechanismen unverzichtbar.

Einen Meilenstein auf diesem Weg stellen die Arbeiten von Frank Philip Bowden und David Tabor ab den Vierzigerjahren des letzten Jahrhunderts dar [5, 6], in welchen diese erstmals eine direkte Verknüpfung zwischen den mechanischen Eigenschaften metallischer Reibpartner und der Reibung herstellten. Heute ist bekannt, dass tribologische Belastung von Metallen zu bleibenden Verformungen und Modifikationen der Mikrostruktur infolge versetzungsbasierter Plastizität führt, welche wiederum Reibung und Verschleiß determinieren. Dabei ablaufende Verformungsmechanismen wie Kristallrotation, Scherung oder die Ausbildung feinkörniger Oberflächenschichten und Texturen werden durch die Ausrichtung des metallischen Kristallgitters hinsichtlich der tribologischen Belastung beeinflusst. Aus den Überlegungen von Bowden und Tabor folgt in diesem Zusammenhang, dass die Kristallorientierung auch die Reibung beeinflussen sollte, metallische Reibung also einer *Anisotropie* unterliegt.

Bisherige Arbeiten zur Anisotropie tribologisch induzierter Verformung und Reibung konzentrierten sich zumeist entweder auf den unmittelbar anfänglichen Zustand (oft nach nur einer einzelnen Übergleitung) [7–9], oder aber das sehr viel spätere Stadium eines (angenommenen) Gleichgewichtszustands [10–12], in welchem die entscheidende Mikrostrukturmodifikation bereits weitgehend abgeschlossen ist. Wie genau sich jedoch dazwischen die Interdependenz von Verformung und Reibung in Abhängigkeit von der anfänglichen Kristallorientierung entwickelt, ist bisher nur unzureichend verstanden. Insbesondere ist unklar, wie genau sich eine ursprünglich bekannte Kristallorientierung im Zuge fortschreitender Materialmodifikation in späteren Stadien eines Reibkontakts noch auf weitere Verformung und Reibung auswirkt.

In der *vorliegenden Arbeit* wird deswegen zunächst die im Frühstadium ablaufende Verformung analysiert, insbesondere am Beispiel des grundlegenden Mechanismus der Kristallrotation. Dazu werden hochreine Kupferproben bekannter Kristallorientierung (Bi- und Einkristalle) mit Hilfe eines speziell hierfür konstruierten Präzisions-Mikrotribometers durch Saphirkugeln in verschiedene Gleitrichtungen tribologisch belastet. Kontinuierliche Reibungsmessung erlaubt eine Untersuchung der Frage, ob eine Reibungsanisotropie besteht und wie diese sich fortentwickelt. Mit Hilfe hochauflösender Elektronenmikroskopie und 3D-Profilometrie wird anschließend untersucht, wie sich ablaufende Verformungsmechanismen in Abhängigkeit von der initialen Kristallorientierung bei wiederholter Übergleitung langfristig weiterentwickeln.

Zusammengenommen ermöglicht dieser Ansatz eine detaillierte Betrachtung der Entwicklung von Zusammenhängen zwischen anisotroper Verformung und Reibung - vom Frühstadium bis hin zu tausendfacher Übergleitung (vgl. Zielsetzung der Arbeit in Absch. 2.5).

## 2 Grundlagen und Stand der Forschung

### 2.1 Grundlegende Konzepte und Begriffsklärungen

Dieser Abschnitt fasst einige für diese Arbeit besonders wichtige Grundkonzepte zusammen und klärt zentrale Begrifflichkeiten, die für das Verständnis der vorliegenden Arbeit unerlässlich sind. Ausgewählte materialwissenschaftliche Konzepte werden dabei im Rahmen einer Übersichtsdarstellung von Kupfer als materialtribologischem Modellwerkstoff kurz aufgegriffen.

#### 2.1.1 Tribologie und Materialtribologie

Der auf dem griechischen Wort *tribein* (Deutsch: reiben) basierende Begriff *Tribologie* lässt sich nach Czichos mit „Reibungslehre“ übersetzen und als „[...] die Wissenschaft und Technik von Wirkflächen in Relativbewegung und zugehöriger Technologien und Verfahren“ definieren [13, S. 5 – 7]. Als multidisziplinäre Disziplin ist die Tribologie dabei mit Reibung, Verschleiß und Schmierung befasst [13–15], und verwendet unter anderem Methoden und Erkenntnisse der Konstruktionslehre, Mechanik, Chemie und Werkstoffwissenschaften. Vor dem Hintergrund der immensen volkswirtschaftlichen und ökologischen Bedeutung, die mit dem globalen Potential zur Reduktion unerwünschter Reibung und Verschleiß in realen, technischen Systemen einhergeht (siehe z.B. [1, 16]), lässt sich die Bedeutung und Motivation tribologischer Forschung leicht nachvollziehen. Diese reicht von einer sehr anwendungsnahen und ingenieurmäßigen Tribologie, welche häufig auf den Methoden der Systemtheorie fußt [13, S. 13ff.] bis hin zu reiner Grundlagenforschung. Dabei variieren sowohl die betrachteten Längenskalen um viele Größenordnungen (von der Makrotribologie auf der Ebene vollständiger Systeme bis zu Betrachtungen im Mikro- und Nanometerbereich), als auch die eingesetzten Methoden - experimentelle Ansätze sind ebenso üblich wie computergestützte Simulation und Modellbildung (s. z.B. [17–19]). Die vorliegende Arbeit ist dabei primär dem Kontext der sog. *Materialtribologie* zuzurechnen. Wie der Name vermuten lässt, ist dieser eine Sichtweise zu eigen, bei der die Frage nach grundlegenden, in tribologisch belasteten Materialien ablaufenden Verformungsprozessen im Mittelpunkt steht. Ziel ist es, mit Hilfe materialwissenschaftlicher Methoden tribologische Fragestellungen vornehmlich im Bereich von Reibung und Verschleiß aufzuklären.

## Reibung und Verschleiß

*Reibung* ist Menschen seit jeher als Phänomen alltäglicher Erfahrung ein Begriff. Möchte man beispielsweise einen Tisch auf dem Boden verrücken, so muss dafür (abseits der Massenträgheit) eine Kraft  $F_R$  ausgeübt (bzw. mechanische Arbeit verrichtet) werden. Zunächst, um den Tisch initial in Bewegung zu versetzen (*statische Reibung* oder *Haftreibung*) sowie eine - oft etwas geringere - Kraft, um die Bewegung aufrecht zu erhalten (*kinetische Reibung* oder *Gleitreibung*), siehe z.B. [20, S. 156f.]. Der Quotient aus Reibkraft  $F_R$  und Normalkraft  $F_N$  (Gewichtskraft des Tisches) wird als Reibungskoeffizient  $\mu$  bezeichnet. Erste Untersuchungen zu diesem Thema stellte bereits Leonardo da Vinci um das Jahr 1492 an; zentrale, historische Bedeutung haben jedoch die frühen Arbeiten von Amontons (1699) und Coulomb (1785) [13, 20]. Zwei zentrale Erkenntnisse, die diesen Arbeiten (stark vereinfachend) zugeschrieben werden, sind eben jene Proportionalität von  $F_R$  zu  $F_N$  (bzw. dem Druck), sowie die Unabhängigkeit der Reibkraft von der Größe der Kontaktfläche [13, 21]. Heute ist klar, dass die Realität sehr viel komplexer ist [22]. Eine detaillierte Übersicht zum heutigen Verständnis von Reibung findet sich in Absch. 2.4. Eng - aber häufig auf nichttriviale Weise - mit Reibung verknüpft ist der Begriff *Verschleiß* [23]. Im engeren Sinne werden damit durch tribologische Beanspruchung hervorgerufene Vorgänge bezeichnet, bei denen ein „[...] fortschreitender Materialverlust aus der Oberfläche eines festen Körpers [...]“ auftritt [15][13, S. 127]. Insbesondere stellt eine rein plastische Verformung (z.B. Kompression) eines Körpers ohne Materialverlust demnach keinen Verschleiß dar. Klassisch werden verschiedene *Verschleißmechanismen* unterschieden: *Abrasion* (Pflügen oder Spanen eines weicheren durch einen härteren Werkstoff), *Adhäsion* (lokale Ausbildung und Scherung von Bindungen, „Kaltverschweißung“ bei Metallen), *Oberflächenzerrüttung* durch Ermüdungsprozesse sowie *tribochemische Reaktionen* wie z.B. Tribooxidation [15][13, S. 132ff.].

Es wurden viele Ansätze zur (quantitativen) Modellierung von Verschleißvorgängen unternommen, beispielsweise die weitverbreitete (und aufgrund ihrer starken Vereinfachungen viel kritisierte) Theorie von Archard [24] oder die Delaminations-Theorie von Suh [25]. Wichtige Beiträge zum Verständnis adhäsiven Verschleißes (metallischer) Materialien lieferten unter anderem Rabinowicz [26, 27] und Rigney, der die Wichtigkeit der Ausbildung von Materialtransfer und Transferschichten hervorhob [28–30]. Ein weitergehender Überblick findet sich beispielsweise bei Blau, Kato und Sawyer et. al [18, 23, 31].

## Kontaktmechanik und reale Kontaktfläche

In der Tribologie stellt sich häufig die Frage nach dem mechanischen Verhalten der Materialien in Kontakt, beispielsweise den Spannungen in einem tribologisch belasteten Probekörper. Heinrich Hertz behandelte bereits 1882 mit seiner berühmten Arbeit den stationären, rein (isotrop) elastischen, adhäsionsfreien Kontakt ideal glatter Körper einfacher Geometrie (Kugel auf Ebene, Zylinder auf Zylinder, etc.) [32]. Diese Betrachtungen wurden seither um eine Vielzahl von Einflussgrößen erweitert (vgl. [20]), beispielsweise die Aspekte Oberflächenrauheit (Greenwood und Williamson [33]) und Adhäsion (Johnson, Kendall und Roberts [34]), sowie deren Zusammenhänge über viele Längenskalen (Pastewka und Robbins, [35, 36]). Im tribologischen Kontext ist naturgemäß die Spannungsverteilung innerhalb eines Kontakts in Relativbewegung von besonderem Interesse. Hamilton erweiterte die Theorie von Hertz für den hier relevanten Fall des Reibkontakts zwischen Kugel und Fläche [37, 38]. Allerdings ist die praktische Anwendbarkeit dieser Betrachtung limitiert, da ausschließlich elastische Verformungen berücksichtigt werden. Wie die Abschnitte 2.3 und 2.4 zeigen, ist jedoch gerade die plastische Verformung bestimmend für die Ausbildung der realen Kontaktfläche rauher Reibpartner und die sich einstellenden Systemgrößen Reibung und Verschleiß.

### 2.1.2 Materialtribologischer Modellwerkstoff Kupfer

#### Aufbau, wichtige Eigenschaften und Charakterisierung

Reines Kupfer (Cu) ist ein Übergangsmetall mit der Ordnungszahl 29 und einer Dichte von ungefähr  $8,960 \text{ kg m}^{-3}$  [39, S. 61]. Es besitzt eine hohe elektrische und thermische Leitfähigkeit sowie Duktilität, ist also gut umformbar [2, 39, 40]. Kupfer und Kupferlegierungen - beispielsweise Bronzen (mit Zinn) und Messinge (mit Zink) - besitzen daher eine große historische und technische Bedeutung, u.a. in der Elektroindustrie [40]. Reinkupfer wiederum eignet sich u.a. wegen seines im Vergleich zu technischen Legierungen verhältnismäßig einfachen Aufbaus gut als Modellwerkstoff: Es liegt bei Raumtemperatur einphasig im hochsymmetrischen, kubisch-flächenzentrierten (kfz) Kristallsystem mit Raumgruppe  $Fm\bar{3}m$  (Nr. 225) und Gitterkonstante  $a = 3,6149 \text{ \AA}$  vor [39, S. 60].

Die sog. (intrinsische) *Stapelfehlerenergie*  $\gamma$  ist ein Maß für die Energie pro Fläche, die zur Ausbildung eines Stapelfehlers nötig ist [41]. Obwohl Kupfer mit  $\gamma_{\text{Cu}} \approx 40 \text{ mJ m}^{-2}$  [42, S. 264] im Vergleich zu anderen Metallen und Legierungen keine besonders niedrige Stapelfehlerenergie

besitzt, neigt es bei Rekristallisation zur Ausbildung charakteristisch geradlinig geformter Anlasszwillinge [41, 43, 44].

Um die Orientierungsbeziehung von Bereichen (Körnern) mit unterschiedlicher Ausrichtung des Kristallgitters zu charakterisieren, ist die Verwendung von sog. *Missorientierungen* üblich. Die Missorientierung zwischen zwei Kristallen entspricht gerade der räumlichen Transformation (Rotation), die unter Berücksichtigung der Kristallsymmetrie das eine in das andere Kristallgitter überführt. Diese Orientierungsbeziehung kann im einfachsten Fall als eine Kombination aus Rotationswinkel und Rotationsachse ausgedrückt werden [45]. Für kfz-Kristalle entspricht eine charakteristische  $\Sigma 3$ -Zwillingsmissorientierung  $M_Z$  beispielsweise gerade einer Rotation von  $60^\circ$  um  $\langle 111 \rangle$  (vgl. z.B. [46]).

Schließlich gilt Reinkupfer zwar allgemein als gut korrosionsbeständig [2, 40], es kommt allerdings in Luftatmosphäre sogar bei Raumtemperatur (langsam und oberflächennah) zu sog. *nativer Oxidation*, also einer Reaktion mit Sauerstoff unter Bildung von CuO und / oder Cu<sub>2</sub>O [47, 48]. Tribologische Belastung kann die Oxidation von Kupfer stark beschleunigen (sog. *Tribooxidation*) und sich auf Mikrostrukturentwicklung und Reibung auswirken [49–51].

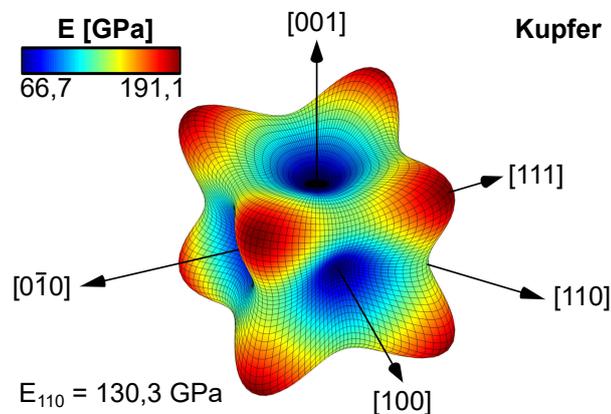
### **Mechanisches Verhalten und Anisotropie**

Ein weiterer Vorteil von Kupfer als materialtribologischem Modellwerkstoff ist das Vorliegen umfangreicher Daten zu Eigenschaften und mechanischem Verhalten (vgl. z.B. [2]).

So weist Reinkupfer eine starke, elastische Anisotropie auf, also eine Richtungsabhängigkeit der elastischen Verformung bezüglich des Kristallgitters. Während sich dieser Effekt bei der makroskopischen Betrachtung polykristalliner Aggregate ausmittelt und üblicherweise vernachlässigbar ist, hat das skalare, isotrope *Hooke'sche Gesetz*  $\sigma = E\varepsilon$  bei der Betrachtung von (Kupfer-)Einkristallen keine Gültigkeit mehr. Es gibt also keine richtungsunabhängige Proportionalitätskonstante  $E$  (Elastizitätsmodul), welche die Spannung  $\sigma$  mit der Dehnung  $\varepsilon$  verknüpft. Vielmehr sind in der allgemeinen Form  $\sigma$  und  $\varepsilon$  über einen Tensor vierter Stufe mit 81 elastischen Steifigkeiten  $C_{ijkl}$  oder Nachgiebigkeiten  $S_{ijkl}$  verknüpft. Von diesen sind im Fall kubischer Symmetrie jedoch nur  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  und  $C_{44}$  bzw.  $S_{11}$ ,  $S_{12}$  und  $S_{44}$  unabhängig. Eine entsprechende, klassische Darstellung der allgemeinen Elastizitätstheorie findet sich beispielsweise bei Nye [52]. Mit deren Hilfe lässt sich der Elastizitätsmodul  $E_{uvw}$  für eine Zug- oder Druckbelastung in eine bestimmte Richtung des (kubischen) Kristallgitters nach Gleichung (kurz: Gl.) 2.1 berechnen, wobei  $l_1$ ,  $l_2$  und  $l_3$  den Cosinus des Winkels zwischen den Einheitsvektoren  $e_i$  und dem betrachteten Richtungsvektor  $uvw$  bezeichnen [52, 53].

$$\frac{1}{E_{uvw}} = S_{11} - 2(S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2}S_{44})(l_1^2 l_2^2 + l_2^2 l_3^2 + l_3^2 l_1^2) \quad (2.1)$$

Abb. 2.1 stellt  $E$  in Abhängigkeit von den Kristallkoordinaten dar. Es ist klar ersichtlich, dass  $E_{111} > E_{110} > E_{100}$ , wobei das Verhältnis  $\frac{E_{111}}{E_{100}}$  mit ca. 2,87 am größten ist, und auch  $\frac{E_{111}}{E_{110}}$  noch ca. 1,47 beträgt (nach Gl. 2.1 mit Werten entsprechend Abb. 2.1). Ein Maß für die elastische Anisotropie eines Materials ist der Quotient  $\frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}}$ , welcher auf eine Arbeit von Zener [54] zurückgeht und heute als sog. *Zener-Verhältnis* bekannt ist. Es ist mit 3,21 für Kupfer bedeutend höher als für andere kfz-Metalle wie z.B. Nickel (2,45) oder Aluminium (1,22) [55, S. 43].



**Abbildung 2.1:** Elastische Anisotropie von Kupfer: Elastizitätsmodul in Abhängigkeit von der Richtung (Kristallkoordinaten). Quelle: Eigene Arbeit, unter Verwendung von [56] (adaptiert) und [57]. Mit elastischen Steifigkeiten:  $C_{11} = 169,0 \text{ GPa}$ ,  $C_{12} = 122,0 \text{ GPa}$  und  $C_{44} = 75,3 \text{ GPa}$  nach [39, S. 61]

Wird die Fließgrenze von Kupfer überschritten, kommt es zu bleibender, plastischer Verformung. In vielen Fällen ist der wichtigste Verformungsmechanismus von Kupfer dabei die versetzungsbaasierte Plastizität. Diese findet bei Kupfer als kfz-Kristall primär auf zwölf möglichen Gleitsystemen statt, die sich aus vier dichtest gepackten  $\{111\}$ -Ebenen mit jeweils drei dichtest gepackten  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen zusammensetzen. Häufig beobachtet wird in Kupfer die Aufspaltung von perfekten Versetzungen mit  $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ -Burgersvektor in zwei sog. *Shockley-Partialversetzungen* mit  $\frac{a}{6}\langle 1\bar{2}1 \rangle$ -Burgersvektoren, die von einem Stapelfehler getrennt sind [58, S. 306ff.]. Die Bildung von Stapelfehlern wird durch eine niedrige Stapelfehlerenergie begünstigt, und spielt auch bei der Verformung durch mechanische Zwillingsbildung eine wichtige Rolle [59–61].

## 2.2 Von Indentation zu Gleiten: Elastisch-plastische Anisotropie

Jeder tribologische (Modell-)Kontakt entsteht erst durch das in Kontakt bringen mindestens zweier (oft fester) Körper. In Modellversuchen wird üblicherweise zunächst ein sog. *Gegenkörper* (beispielsweise Kugel, Platte oder Stift) mit einer definierten Normallast auf einen sog. *Grundkörper* aufgesetzt (vgl. z.B. [15, S. 6]). Erst anschließend wird eine Relativbewegung zwischen den beiden aneinander gepressten Körpern erzeugt, der Gleitvorgang beginnt.

### Statischer Kontakt: Indentation, Härte und Verfestigung

Bereits während der initialen Annäherung ohne Gleitbewegung kommt es - je nach Material, Geometrie, Belastung usw. - zu elastischer und / oder plastischer Verformung einer oder beider Prüfkörper. Im Rahmen standardisierter Verfahren wie *Härteprüfung* und (*Nano*)*indentation* macht man sich dies zu Nutze, um Rückschlüsse auf mechanische Eigenschaften und elastisch-plastische Verformung der intendierten Materialien zu ziehen. Mit Hilfe definierter Eindringkörper (z.B. Kugeln oder Vickers- und Berkovich-Pyramiden) können so neben der Bestimmung (makroskopischer) *Eindruckhärten* [62, 63] beispielsweise auch dünne Schichten oder kleine Gefügebestandteile charakterisiert werden [64–67].

Ein - auch materialtribologisch - wichtiger Aspekt bei der Analyse von Indentations- und Gleitversuchen (s. unten), ist die sog. *elastische Erholung* (engl. *elastic recovery*). Beim Entlasten des Kontakts gehen elastischen Verformungen zurück, wodurch sich die Eindruckgeometrie gegenüber dem belasteten Zustand ändert [68]. Nimmt man hingegen ein voll verfestigtes, ideal plastisches, isotropes Material an, ist nach den klassischen Arbeiten von David Tabor [69, 70] der mittlere Kontaktdruck  $p_M$  bei Kugelindentation nach  $p_M \approx 2,8Y$  (sog. *Tabor-Beziehung*) linear mit der einachsigen Fließgrenze  $Y$  verknüpft [62, 63, 71]. Um die Indentation herum wird ein symmetrischer *Aufwurf* (engl. *pile-up*) verdrängten Materials beobachtet [71].

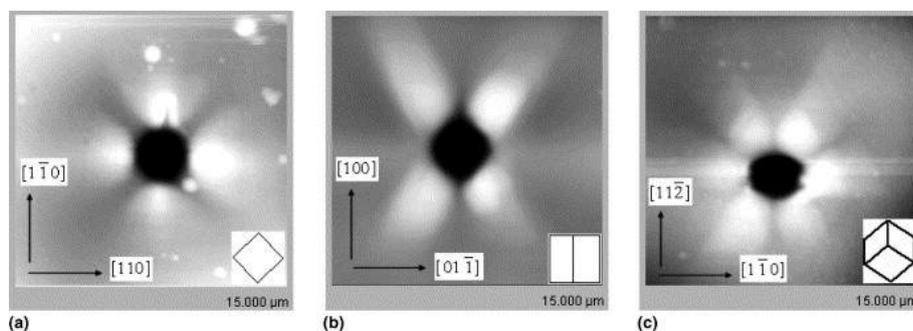
Für den Fall *verfestigender* Metalle wiederum zeigte Tabor, dass die Eindruckhärte von Kugeldurchmesser und Last abhängt: Je größer der Durchmesser der Indentation, umso größer die gemessene Eindruckhärte [71]. Dies gilt für geometrisch nicht-selbstähnliche Indenter auch bei Nanoindentation [71, 72]. Kupfer mit initial niedriger Versetzungsdichte (z.B. nach entsprechender Wärmebehandlung) zeigt bei plastischer Verformung eine ausgeprägte Verfestigung. Zur Beschreibung des Zusammenhangs zwischen Spannung und Dehnung kann dabei z.B. eine Arbeit von *Voce* herangezogen werden [73–75].

### Statischer Kontakt: Anisotropie

Wie Tabor bereits 1970 schrieb, verkompliziert sich die Analyse von Indentation und Eindruckhärte bei einkristallinen Materialien aufgrund elastischer und plastischer Anisotropie erheblich [71]. Auch die Verfestigung von kfz-Kristallen wie Kupfer ist bei einkristallinen oder stark kristallographisch texturierten Proben anisotrop (vgl. z.B. [76–78]). Beispielsweise verfestigen Kupfer-Einkristalle nach Takeuchi wegen unterschiedlicher Aktivierung und Interaktion von Gleitsystemen bei einachsiger Zug- / Druckbelastung in Richtung  $[100]$  am stärksten (parabolisch), weniger in  $[111]$  (linear) und kaum in  $[110]$  [77].

Für die elastische Indentation von Kupfer wiederum zeigten beispielsweise Vlassak und Nix in einer Untersuchung mit Berkovich-Indenter, dass der Indentationsmodul richtungsabhängig ist, wobei gilt:  $[111] > [110] > [100]$  [79]. Atomistische Simulationen von Tsuru und Shibusaki [80] mit kugelförmigen Indentern verschiedener Radien in Kupfer und Aluminium ergaben ähnliche Ergebnisse: Anders als Aluminium zeigt Kupfer deutliche Anisotropie, wobei in  $[111]$  wegen der unterschiedlichen Indentationsmodule eine deutlich größere Last als in  $[100]$  angelegt werden muss, um einen für Versetzungsnukleation ausreichenden, mittleren Druck zu erzeugen. Für  $[110]$  waren die Ergebnisse abhängig vom Kugelradius [80]. Auch in elastisch-plastischen Kristallplastizität-Simulationen mit sphärischem Indenter an  $(111)$ ,  $(110)$  und  $(100)$ -Kupfer-Einkristallen wurden bei gleicher Eindringtiefe für  $(111)$  maximaler, für  $(100)$  minimaler Kontaktdruck und Normallast ermittelt [81].

Anders als bei (angenommener) Isotropie (s. oben), ist auch der durch das elastisch-plastische Eindringen eines Indenters um die Eintrittsstelle gebildete Materialaufwurf anisotrop: Wang et. al zeigten beispielsweise sowohl experimentell als auch mittels Kristallplastizität, dass der Aufwurf um Kegel-Indents an  $(111)$ -,  $(110)$ - und  $(100)$ -Einkristallen jeweils charakteristische Muster besitzt [82].



**Abbildung 2.2:** Rasterkraftmikroskopische Messung der Aufwürfe (weiß zu schwarz: 250 nm, linear) um Indentation von  $(100)$ -,  $(110)$ - und  $(111)$ -Kupfer-Einkristallen (von links nach rechts) mit einem Kegelindenter. Quelle: [82], Nachdruck mit Erlaubnis von Elsevier.

Wie Abb. 2.2 [82] zeigt, weist der Aufwurf in diesen Fällen sechsfache, zweifache und vierfache Symmetrie auf. Wang et al. erklären dies geometrisch durch die selektive Aktivierung von Gleitsystemen je nach Orientierung, wobei die Materialaufwürfe mit den Schnittlinien aktiver Gleitsysteme mit der Oberfläche zusammenfallen (sog. *Gleitstufen*) [82]. Xia et al. erklären die Aufwurfbildung bei der Indentation von austenitischem Stahl (kfz) mit Hilfe des Winkels zwischen aktiven Gleitebenen und Oberfläche [83]. Eine experimentelle Arbeit von Liu et al. zeigt für einen sphärischen Indenter zu der Arbeit von Wang et al. vergleichbare Ergebnisse: Dreifache, zweifache und vierfache Symmetrie der Aufwürfe bei Indentation von (111)-, (110)- und (100)-Kupfer-Einkristallen [84]. Eine ältere Arbeit der Gruppe zeigt für (110), dass große Indentationstiefen und kleine Indenterradien die Aufwurfbildung fördern [85]. Über die Bestimmung mechanischer Kenngrößen und Topographieeffekte hinaus, belegen weitere experimentelle und simulative Arbeiten, dass Indentation und Aufwurfbildung mit der Entstehung komplexer Versetzungsstrukturen und Rotationen des Kristallgitters assoziiert sind [86, 87]. Wie der nächste Abschnitt zeigt, sind Anisotropieeffekte auch bei einer Gleitbewegung relevant.

### **Kontakt in Relativbewegung: Gleiten**

Wird der Normalkontakt zwischen zwei Körpern zusätzlich mit einer Relativbewegung beaufschlagt (Gleiten), nimmt die kontaktmechanische Komplexität aufgrund der zusätzlichen Scherkräfte an der Schnittstelle deutlich zu, und die erzeugte Verformung verändert sich - beispielsweise Richtung und Größe von (elastischen) Kristallrotationen [88]. Auch die Kontaktfläche zwischen Grundkörper und Indenter verändert sich [89]. Neben der Orientierung der Oberfläche spielt bei einkristallinen Materialien nun auch die mit der Richtung des Gleit- oder Kratzvorgangs (engl. *scratching*) zusammenfallende, kristallographische Richtung des Kristallgitters eine wichtige Rolle [90].

Bei duktilen Materialien (z.B. vielen Metallen und Legierungen) wird in Versuchen und Simulationen an Einkristallen ein von Normalen- und Gleitrichtung abhängiger - in manchen Fällen asymmetrischer - Aufwurf auf beiden Seiten der plastisch verformten Reibspur beobachtet. Dieser tritt häufig zusammen mit einer charakteristischen Anordnung von Gleitstufen auf, welche zur Bestimmung aktiver Gleitsysteme und Erklärung der Reibspurtopographie in Abhängigkeit von der Orientierung herangezogen werden [91–94]. So fanden Kobayashi et al. auf (111)-Einkristallen einer Aluminium-Kupferlegierung eine Zunahme der Reibspurbreite bei Umkehr der Gleitrichtung von  $[2\bar{1}\bar{1}]$  zu  $[\bar{2}11]$  [95]. Barquins und Courtel stellten für hexagonale Metalle wie Beryllium und Zink fest, dass sich breitere Reibspuren ergeben, wenn Gleitstufen

parallel zur Gleitrichtung liegen, im Vergleich zu Gleitstufen orthogonal zur Gleitrichtung [96]. Flom und Komanduri zeigten dies u.a. auch für kfz-Metalle [8]. Auch an Kupfer-Einkristallen mit (111)-Orientierung untersuchten Barquins et al. [91] die Gleitrichtungsabhängigkeit von Gleitstufen und Aufwürfen, die sowohl neben als auch vor der darauf gleitenden Saphirkugel beobachtet wurden. Der Aufwurf vor der Kugel war in  $[11\bar{2}]$ -Richtung ungefähr eineinhalbmal so hoch wie in entgegengesetzter Richtung [91]. Dieser frontale Aufwurf kann mit der Größe des Reibungskoeffizienten in Verbindung gebracht werden: Sowohl Barquins et al., Xia et al. als auch Flom und Komanduri folgern, dass ein hoher Aufwurf direkt in Gleitrichtung für größere Reibungskoeffizienten sorgt als kleinere oder seitlich liegende Aufwürfe [8, 91, 94]. Flom und Komanduri weisen außerdem darauf hin, dass die Richtungsabhängigkeit auf einer gegebenen Kristallfläche mit der jeweiligen Kristallsymmetrie bezüglich dieser Fläche verknüpft ist (z.B. dreizählig: (111), kfz) [8]. Simulationen und Kratzversuche von Zhu et al. bestätigen den Zusammenhang zwischen Aufwürfen, Kratztiefe und Kristallsymmetrie phänomenologisch [97]. Diskrete Versetzungsdynamiksimulationen von Gagel et al. zeigen, dass auch die Länge des Transports von Versetzungen mit dem Spannungsfeld eines gleitenden, kugelförmigen Indenters auf einem kfz-Einkristall u.a. von der Ausrichtung der Gleitebenen bezüglich der Gleitrichtung abhängt, also von der Orientierung des Kristalls [98]. Dabei liegen die Gleitrichtung enthaltende Gleitebenen für weitreichenden Versetzungstransport besonders günstig [98].

Insgesamt zeigt sich, dass Gleiten im Hinblick auf den Einfluss der kristallographischen Orientierung auf die elastisch-plastische Verformung und Reibspurtopographie deutlich weniger gut untersucht und verstanden ist als statische Indentation. Insbesondere behandeln fast alle der genannten Arbeiten nur eine einzelne Übergleitung - die Reibspurtopographieentwicklung im Rahmen von Mehrfachübergleitung wird nicht näher untersucht.

## 2.3 Tribologisch induzierte Mikrostrukturentwicklung

Die vorhergehenden Abschnitte haben gezeigt, dass tribologisch induzierte, elastisch-plastische Verformung (makroskopisch) stark von der Kristallorientierung beeinflusst wird. Nun rücken die auf kleinerer Skala im Material ablaufenden Mikrostrukturänderungen und Verformungsmechanismen in den Fokus. Zusammenhänge mit der Reibung werden nur vereinzelt kurz aufgegriffen - eine dedizierte Auseinandersetzung hiermit erfolgt in Absch. 2.4.

## Überblick: Ausprägungen und Einflussfaktoren

Die durch tribologische Belastung einer Festkörperoberfläche hervorgerufene Mikrostrukturänderungen und damit assoziierte Reibung hängen von einer Vielzahl von Faktoren ab: Neben Grundsätzlichem wie Materialklasse und Paarung (Metall-Metall, Metall-Keramik, usw.), Belastungsbedingungen sowie betrachteter Skala [18, 19], spielen auch die Umgebungsbedingungen (Luftfeuchtigkeit, Gase) [99, 100], Kontaktgeometrie und Oberflächenzustand [101, 102] oder das Vorliegen oder Fehlen von Schmierstoffen [103, 104] eine wichtige Rolle.

Typisch für viele Gleitkontakte sind auch das Auftreten großer Dehnungen und Dehnungsgradienten nahe des Gleitinterfaces (Grenzfläche(n) der Körper im Gleitkontakt) [105–107], möglicher Transfer von Gegenkörpermaterial auf den Grundkörper und mechanische Vermischung [28, 30, 108–110], tribochemische Reaktionen wie Oxidation [111–113] (vgl. auch Absch. 2.1.2) oder dynamische Rekristallisation [114–116]. Zentral ist die Ausbildung einer mikrostrukturell und ggf. chemisch modifizierten Schicht (Triboschicht, „dritter Körper“ [117]), die Reibungs- und Verschleißverhalten entscheidend beeinflusst [18, 30, 110].

In den folgenden Abschnitten wird die im Rahmen dieser Arbeit besonders relevante Mikrostrukturentwicklung ungeschmierter, metallischer Gleitkontakte im Detail betrachtet. Ein besonderer Fokus liegt dabei auf elementar ablaufenden Verformungsmechanismen sowie dem Einfluss kristallographischer Orientierung und mechanischer Anisotropie.

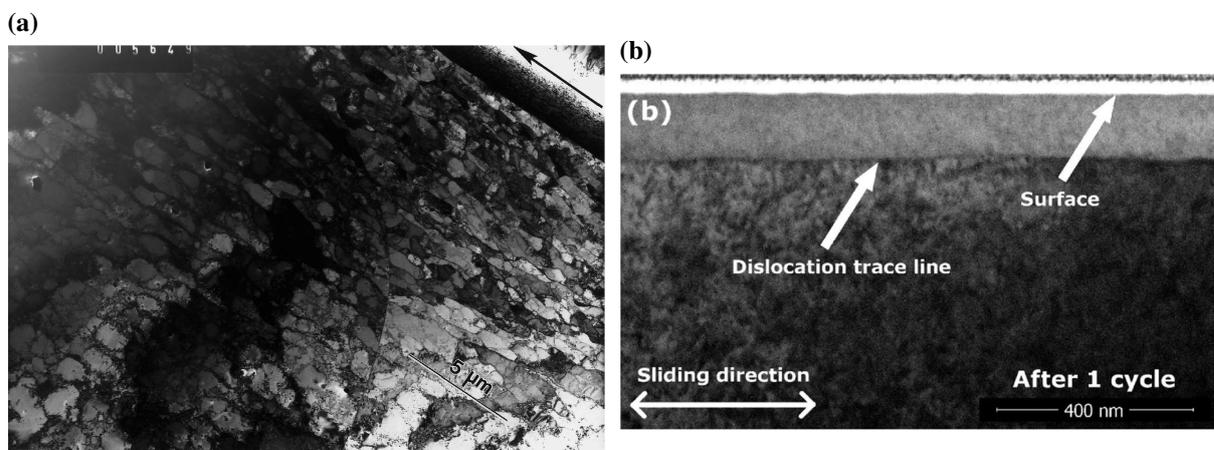
## Mikrostrukturentwicklung durch versetzungsbasierte Plastizität

Die in trockenen Reibkontakten duktiler Metalle oder Legierungen durch plastische Verformung gebildete, oberflächennahe Triboschicht besitzt meist eine vom Grundmaterial abweichende Korngröße. Abhängig von der anfänglichen Korngröße kann die Entwicklung in eine von zwei Richtungen stattfinden. Viele Arbeiten zeigen, dass initial grobkörnige (oder gar einkristalline) Metalle mit Kornfeinung auf tribologische Belastung reagieren [12, 118–122]. Extrem feinkörnige (nanokristalline) Metalle hingegen erfahren jedoch typischerweise eine Vergrößerung [123–125], sofern die Struktur nicht z.B. durch Fremdatome (Legierung) stabilisiert wird, wie etwa eine Simulationsarbeit von Chen und Chandross zeigt [123].

Im Zuge einer Abnahme der (oberflächennahen) Korngröße erwartet man klassisch auch eine (Scher-)Festigkeitssteigerung (*Hall-Petch-Effekt*) [126], was (zusätzlich zu Versetzungsverfestigung) zur Zunahme von Reibungskoeffizienten führen kann [119, 121]. Einige, insbesondere neuere Arbeiten berichten jedoch für (mindestens oberflächlich) nanokristalline Metalle unter Reibbelastung von einer (Scher-)Festigkeitsabnahme (engl. „*shear softening*“) und niedrigen

Reibungskoeffizienten [11, 127, 128]. Verschiedene Autoren erklären dies im Sinne eines *inversen Hall-Petch-Effekts* und einem Übergang von *versetzungsbasierter Plastizität* zu einer Akkomodation durch *Korngrenzengleiten* [128–133]. Diese Interpretation ist nicht unumstritten [134, S. 448ff.] und es existieren auch Hinweise auf versetzungsbasierte Plastizität bis hin zu (harten) nanokristallinen Strukturen in Metallen [135–137]. Nach Argibay et al. strebt die oberflächennahe Korngröße einer von den Reibungs- und Spannungsverhältnissen abhängigen Gleichgewichts-Korngröße zu, wobei sich Mikrostruktur, Reibung und Spannungsverhältnisse gegenseitig rückkoppelnd beeinflussen und ein Übergang zwischen den Verformungsmechanismen stattfinden kann (engl. „*feedback-loop*“) [138].

Für die vorliegende Arbeit ist ein initial grobkörniger Zustand mit Mikrostrukturentwicklung durch versetzungsbasierte Plastizität besonders relevant. Abb. 2.3a zeigt nach einer Arbeit von Rigney eine typische Kornstruktur von OFHC-Kupfer im ungeschmierten Gleitkontakt mit Stahl nach 12 m Gleitweg [105]. Klar erkennbar sind eine nanokristalline, durch Gegenkörper und Umgebungsbedingungen beeinflusste Oberflächenschicht, eine darunter zur Oberfläche hin abnehmende Korngröße sowie eine in Gleitrichtung gebogene Korngrenze [105].



**Abbildung 2.3:** Mikrostrukturentwicklung von OFHC-Kupfer unter tribologischer Belastung. **a:** Typische Kornstruktur nach 12 m im ungeschmierten Gleitkontakt mit Stahl bei Rigney [105], Nachdruck mit Erlaubnis von Taylor & Francis. **b:** Versetzungstreifen (DTL) nach nur einem Reibzyklus mit einer Saphirkugel bei Greiner et al. [118], Nachdruck mit Erlaubnis. Copyright 2016 American Chemical Society.

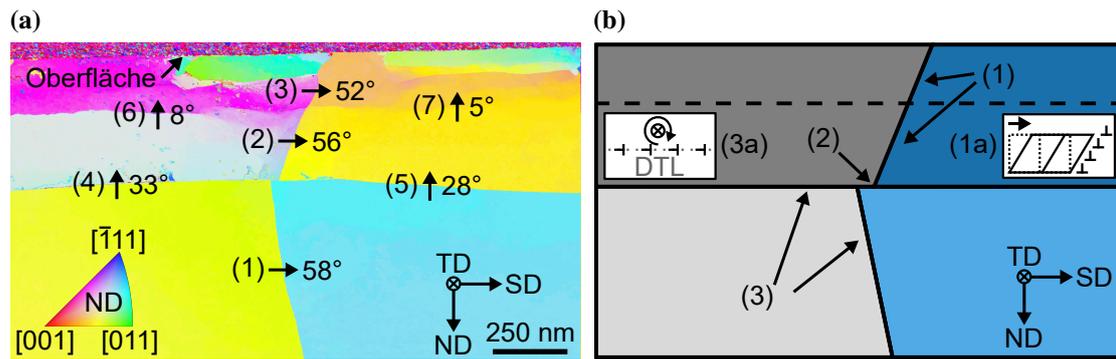
Zentrale Beiträge zum Verständnis derartiger Mikrostrukturveränderungen und Kornfeinung lieferten neben Rigney (z.B. [30, 120, 139]) insbesondere die Arbeiten von Hughes und Hansen: Sie zeigten (nicht nur für tribologisch induzierte Mikrostrukturentwicklung) die wichtige Rolle statistisch gespeicherter und geometrisch notwendiger (mit einer Gitterrotation assoziierter) Versetzungen bei der Bildung charakteristischer Zellstrukturen und Versetzungs(korn)grenzen

(sog. IDBs, engl. *incidental dislocation boundaries* und GNBs, engl. *geometrically necessary boundaries*), vgl. [140, 141]. Mit Missorientierungen assoziierte GNBs und Zellstrukturen bilden sich insbesondere parallel zum Gleitinterface, mit in Abhängigkeit von der zur Oberfläche hin exponentiell zunehmenden Dehnung immer kleineren Abständen [119, 142]. Auf Kuhlmann-Wilsdorf geht die auch von Rigney aufgegriffene Überlegung zurück, dass sich entsprechende Versetzungsanordnungen durch Prinzipien der Energieminimierung erklären lassen (sog. LEDES-Theorie, engl. *low-energy dislocation structures*) [105, 139, 143, 144]. Die oberflächennahe Mikro- und Zellstruktur beeinflusst (neben weiteren Einflussfaktoren) auch das Verschleißverhalten [25, 30, 145].

Die dargestellten Überlegungen befassten sich primär mit großen Dehnungen und fortgeschrittenen Stadien tribologisch induzierter Mikrostrukturentwicklung. Im Anfangsstadium metallischer Reibkontakte wiederum wurde für eine Reihe Pressungen und Materialien (z.B. Kupfer und Eisen) bereits nach einer einzelnen Übergleitung durch eine Saphirkugel die Bildung einer oder mehrerer linienförmiger Diskontinuitäten in einigen hundert Nanometern Tiefe parallel zur Metalloberfläche festgestellt [146–148]. Abb. 2.3b zeigt ein Beispiel dieser als Versetzungstreifen (kurz: DTL, engl. *dislocation trace line*) bezeichneten Diskontinuität, welche mit einer Missorientierung des Kristallgitters assoziiert ist [118]. Wie der nächste Abschnitt ausführt, steht dies im Zusammenhang mit elementaren Verformungsmechanismen, deren Auftreten charakteristisch für das Frühstadium metallischer Gleitkontakte ist.

### Elementare Verformungsmechanismen: Scherung und Kristallrotation

So zeigten Haug et al. wie in Abb. 2.4 dargestellt mit Hilfe einer als Marker fungierenden  $\Sigma 3$ -Kupfer-Zwillingskorngrenze drei gemeinsam auftretende und miteinander kompatible Verformungsmechanismen infolge einer einzelnen, ungeschmierten Saphirkugelübergleitung [149]. Abb. 2.4a stellt die mittels ACOM (engl. *automatic crystal orientation mapping*) im Querschnitt parallel zur Gleitrichtung (SD, engl. *sliding direction*) gemessene kristallographische Orientierung dar, welche bezüglich der Normalenrichtung (ND, engl. *normal direction*) eingefärbt ist (Pfeile markieren gemessene Missorientierungen). Abb. 2.4b zeigt die zugehörige Modellvorstellung: Einfache Scherung (1) durch Versetzungsbewegung parallel zur Gleitrichtung, lokalisierte Scherung entlang der unteren von zwei DTLs (2), sowie Kristallrotation der Bereiche überhalb dieser DTL um eine zu SD orthogonale transversale Richtung (TD, engl. *transverse direction*) infolge einer linienförmigen Anordnung stationärer Stufenversetzungen (3) [149]. Die Arbeit zeigt ferner auf, dass in direkter Umgebung von Korngrenzen die Interaktion von Versetzungen



**Abbildung 2.4:** Tribologisch induzierte Verformungsmechanismen an Kupfer bei  $F_N = 26\text{N}$  und  $d_K = 10\text{mm}$  nach Einzelübergleitung. **a:** ACOM-Messung an Zwillingskorngrenze mit Missorientierungen und zwei DTLs. **b:** Schematische Darstellung der Verformungsmechanismen: Einfache Scherung (1), Lokalisierte Scherung (2), Kristallrotation um TD (3). Adaptiert nach Haug et al. [149].

mit Korngrenzen eine wichtige Rolle für die Mikrostrukturentwicklung besitzen kann [149]. Abhängig von den Eigenschaften von Versetzung (Burgersvektor, Stufe oder Schraube usw.) und Korngrenze (Missorientierung, CSL-Typ usw.) kann es beispielsweise zur Absorption oder der (teilweisen) Transmission einer Versetzung durch eine Korngrenze kommen [150, 151]. Simulationen legen nahe, dass Versetzungstransport entlang des Gleitkontakts im Spannungsfeld der Kugel plausibel ist [98].

In fortgeschrittenen Stadien des Gleitens wurde mit Hilfe von Korngrenzen im Gegensatz zu einfacher Scherung eine in die Tiefe exponentiell abnehmende Scherung / Verschiebung unterhalb von Gleitkontakten dokumentiert [105, 121, 139] (vgl. auch Abb. 2.3a). Wie in [152] ausgeführt, wurden tribologisch induzierte Kristallrotationen um TD wiederum im Frühstadium zum Beispiel auch von Ruebeling et al., Heilmann et al. und Rigney et al. beobachtet [139, 147, 153], der Großteil entsprechender Untersuchungen konzentriert sich jedoch vor allem auf vielfache Übergleitung [10, 12, 105, 154, 155], und die Triebkraft und Kinematik dieses Rotationsprozesses ist insbesondere in frühen Stadien noch unzureichend verstanden [152].

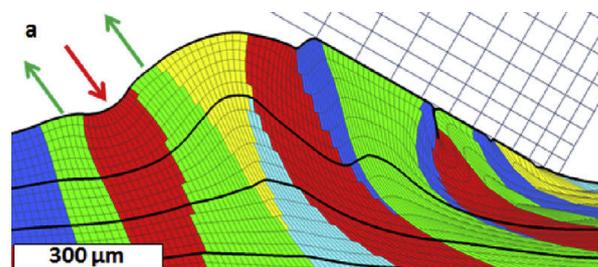
Vorwiegend in Metallen und Legierungen mit niedriger Stapelfehlerenergie (s. Absch. 2.1.2) kann neben Kristallrotation und Scherung auch mechanische Zwillingsbildung eine wichtige Rolle bei der Akkomodierung tribologisch induzierter, plastischer Dehnung spielen [156, 157].

### Anisotropie, Textur und Bildung von Vortices

Versetzungsbewegung als Träger der plastischen Verformung ist an die Ausrichtung von Gleitebenen und -richtungen bezüglich der anliegenden (Scher)spannungen gebunden. Es ist also nicht verwunderlich, dass nicht nur die Topographie von Reibspuren (vgl. Absch. 2.2), sondern

auch tribologisch induzierte Mikrostrukturänderungen anisotrop sind, sofern auf der relevanten Größenskala keine regellose Orientierungsverteilung herrscht. Dies zeigen zum Beispiel Arbeiten an Einkristallen von Prasad et al. [11, 158] für Nickel oder Tarasov et al. [159] für Kupfer. Andererseits kann die trockene Reibbelastung von Metallen auch zur Entwicklung von Vorzugsorientierungen, also kristallographischen Texturen führen [155, 160]. Rainforth zeigte etwa für rostfreien 316L-Stahl die Ausbildung einer  $\{111\}\langle 110 \rangle$ -Schertextur und hob deren Kompatibilität zu einfacher Scherung hervor [106]. Ohmae et al. hingegen fanden für Kupfer eine  $\{110\}\langle 211 \rangle$ -Textur [161]. Auch Kuhlmann-Wilsdorf schlug vor, dass Reibbelastung im oberflächennahen Bereich zur Entwicklung einer Textur führen kann, die besonders einfach Scherung in Gleitrichtung ermöglicht [162, S. 42]. Die genannten Arbeiten konzentrieren sich auf fortgeschrittene Stadien des Gleitens, Texturentwicklung im Frühstadium ist weniger gut erforscht.

Auch für die tribologisch induzierte Verformung sehr feinkörniger Triboschichten und Mehrschichtsystemen spielt anisotrope Verformung eine wichtige Rolle. In solchen Fällen wird häufig die Ausbildung von Vortices nahe der Oberfläche beobachtet [110, 163, 164]. In manchen Arbeiten werden in Analogie zur nichtlaminaren Strömung von Fluiden Kelvin-Helmholtz-Scherinstabilitäten zur Erklärung herangezogen [110, 164]. Jedoch lässt sich Vortexbildung auch überzeugender rein mit Hilfe anisotroper mechanischer Verformung erklären. Wie Beckmann et al. [165] mit Hilfe von Molekulardynamik-Simulationen zeigen, und in Abb. 2.5 beispielhaft anhand einer Finite-Elemente-Simulation von Sundaram et al. [166] illustriert, entwickeln sich Vortices durch *Faltenbildung* zwischen benachbarten Oberflächenkörnern mit unterschiedlichem Vermögen zu entsprechender plastischer Verformung [165–167].



**Abbildung 2.5:** Faltenbildung zwischen „hartem“ rotem und den „weichen“ grünen Pseudokörnern durch gleitenden, keilförmigen Indenter in einer Finite-Elemente-Simulation von Sundaram et al. [166], Nachdruck mit Erlaubnis von Elsevier.

## 2.4 Reibung und Verformung

Die vorhergehenden Abschnitte haben gezeigt, dass Reibung stark von der Mikrostruktur der Reibpartner beeinflusst werden kann. Weshalb ist dies aber genau der Fall? Wie entsteht Reibung - oder genauer: Reibkräfte - überhaupt, und wovon hängt deren Größe ab?

Auf eine primär mit plastischer Verformung befasste Arbeit von Ludwig Prandtl aus dem Jahr 1928 [168] geht das heute als *Prandtl-Tomlinson-Modell* bekannte und in der Nanotribologie grundlegende Modell zur atomaren Entstehung von Reibung zurück, in dem die Bewegung eines Ensembles elastisch gekoppelter Atome in einem periodischen Potential betrachtet wird [169]. Einen wahren Meilenstein zum Verständnis metallischer Reibung auf größerer Skala lieferten Philip Bowden und David Tabor (im Folgenden: *B&T*) mit ihrer erstmals im Jahr 1950 publizierten Monografie [170], deren grundlegende Ideen jedoch bereits in den 1940er Jahren entstanden [5, 6]: Der (Reib-)Kontakt zwischen zwei metallischen Körpern erfolgt nicht flächig, sondern aufgrund der Oberflächentopographie nur lokal an sog. *Asperitäten*, die sich plastisch verformen, bis sie unter der (stark vereinfachenden) Annahme ideal plastischen, isotropen Materialverhaltens die Normallast  $W$  tragen [6]. Die dabei gebildete, *reale Kontaktfläche*  $A$  spielt nach B&T (anders als die nominelle, vgl. Abschn. 2.1.1) eine zentrale Rolle, da es an den Verbindungsstellen (engl. *junctions*) zu Adhäsion, besonders festen Kaltverschweißungen und Abscherung kommt, weshalb die Scherfestigkeit  $s$  des weniger festen Grundmaterials bestimmend ist [6]. Neben diesem Scher-Term  $S$  (engl. *shearing term*) trägt außerdem die (lokale) Verdrängung (engl. *ploughing*) des weicheren durch das härtere Material zur Gesamtreibung bei [6]. Dieser sog. Pflügen-Term  $P$  (engl. *ploughing term*) wird nach B&T durch die (in Gleitrichtung projizierte) verdrängte Fläche  $A'$  und den Fließdruck  $p$  des verdrängten, weicheren Materials bestimmt, wobei  $p$  z.B. über die Tabor-Beziehung (vgl. Abschn. 2.2) abgeschätzt werden kann [6]. Somit ergibt die Summe von  $S$  und  $P$  nach Gl. 2.2 also die der Bewegung entgegengesetzte Reibkraft  $F$  [6].

$$F = S + P = As + A'p \quad [6] \quad (2.2)$$

Über die Beziehung  $W = pA$  folgt nach Gl. 2.3 bei Vernachlässigung von  $P$  direkt, dass der Reibungskoeffizient eine Funktion der mechanischen Eigenschaften des weniger festen der beiden metallischen Körper ist [6]. Berücksichtigt man jedoch, dass sich sowohl  $p$  als auch  $s$  infolge plastischer Verformung ändern können (z.B. Verfestigung), wird unmittelbar klar, dass  $S$  und  $P$  (auch) von im Material abgelaufenen Verformungsprozessen abhängen müssen [6]. Daraus

lässt sich wiederum schlussfolgern, dass sich Reibung infolge mikrostruktureller Veränderungen (vgl. Absch. 2.3) während der Lebenszeit eines tribologischen Kontakts entwickeln kann, und meist eben keine Konstante oder gar Materialeigenschaft darstellt.

$$\mu = \frac{F}{W} = \frac{F}{pA} = \frac{s}{p} + \frac{A'p}{W} = \frac{\text{Scherfestigkeit}}{\text{Fließdruck}} + \frac{A'p}{W} \quad [6] \quad (2.3)$$

Die hier nur in ihren Grundzügen skizzierte B&T-Theorie wurde vielfach weiterentwickelt [171, 172]; aber auch kritisiert - z.B. bezüglich der Vernachlässigung elastischer Effekte [63] oder der Rolle von Adhäsion (vgl. [173]).

Eine für die vorliegende Arbeit zentrale Erkenntnis und Motivation ist jedoch, dass trotz aller Vereinfachungen bereits aus Gl. 2.2 für den Fall anisotroper Verformung implizit auch die Erwartung anisotroper Reibung abgeleitet werden kann.

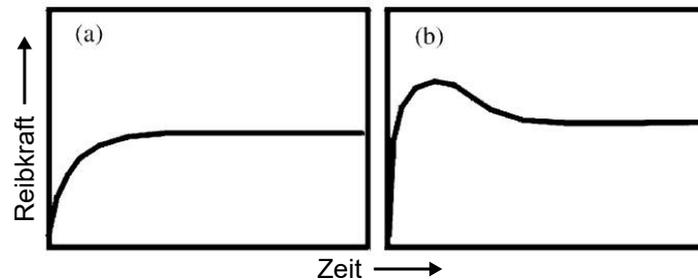
### Weitere Einflussgrößen und Reibungsentwicklung

Wie in Absch. 2.3 dargestellt, beeinflussen auch abseits der B&T-Theorie eine Vielzahl weiterer Faktoren Mikrostruktur- und Reibungsentwicklung.

Beispielsweise können Härte und Härtegradienten eine wichtige Rolle für Reibung und Verschleiß spielen, wobei deren Entwicklung wiederum von Prozessen wie Transfer und mechanischer Vermischung beeinflusst werden, also im Verlauf eines Gleitkontakts veränderlich sein können [174]. Weitere wichtige Einflussfaktoren hinsichtlich der Zusammenhänge zwischen Reibung und Verformung sind Normallast und Kontaktgeometrie (z.B. Form und Größe des Gegenkörpers) [147, 175], Gleitgeschwindigkeit [176, 177], Oberflächenbeschaffenheit [178], (Tribo-)Oxidation [113, 179] und kristallographische Textur [160, 180]. Beispielsweise analysiert eine Arbeit von Gao und Liu [175] für Kratzversuche auf Basis geometrischer Betrachtungen der Gegenkörper-Kugelform das komplexe Zusammenspiel aus Normallast, Eindringtiefe, elastischer Erholung und durch Pflügen bedingter Reibung, wobei die Autoren für eine Erhöhung der Normallast größere Reibung und eine relative Zunahme elastischer Verformungsanteile konstatierten.

Einen wichtigen Beitrag zur Systematisierung der häufig als „Einlaufen“ (engl. u.a. *running-in*, *breaking-in* oder *wearing-in*) bezeichneten Mikrostruktur-, Verschleiß- und insbesondere Reibungsentwicklung tribologischer Systeme im Anfangsstadium hin zu einem Gleitgewichtszustand (engl. *steady-state*) leisten die Arbeiten von Peter Blau [181–184]. Wie Abb. 2.6 beispielhaft zeigt, identifizierte Blau eine Reihe typischer Reibungsverläufe als Funktion der Zeit (bzw. Gleitweg / Übergleitungsanzahl) für metallische Reibkontakte und hob hervor, dass sich diese

vermutlich aus einer Überlagerung der Beiträge verschiedener Prozesse zusammensetzen [181]. Nach [184] kann der linke Verlauf in Abb. 2.6 beispielsweise mit dem anfängliche Durchbrechen von Oberflächenschichten wie Oxiden oder Adsorbaten und einer Zunahme der Reibung infolge erhöhter Adhäsion assoziiert sein.



**Abbildung 2.6:** Typische Zeit-Reibungsverläufe im Anfangsstadium eines tribologischen Kontakts. Quelle (Achsen annotiert): [184], Nachdruck mit Erlaubnis von Elsevier.

Die Komplexität des Phänomens Reibung wird deutlich - diese hängt neben einer Vielzahl anderer Faktoren insbesondere stark von den in Reibkontakten ablaufenden Verformungsprozessen ab. Außerdem ist Reibung keine Konstante, sondern entwickelt sich während der Lebenszeit eines Tribokontaktes meist auf nicht einfach vorhersehbare Weise, wenn auch in einigen Fällen charakteristische Zusammenhänge identifiziert werden können. Die B&T-Theorie legt implizit eine Anisotropie von Reibung nahe, also eine Abhängigkeit derselben von der metallischen Kristallorientierung im Reibkontakt. Dieser Frage geht der nächste Abschnitt nach.

### Reibungsanisotropie und ihre Entwicklung

Im Zuge der Darstellung der Anisotropie von Reibspurtopographie- und Mikrostrukturentwicklung wurde in den Abschnitten 2.2 und 2.3 bereits knapp auf deren Verknüpfung mit Reibungsanisotropie hingewiesen. Es lohnt sich jedoch ein näherer Blick auf weitere Arbeiten, die ebenjene wechselseitige Abhängigkeit fokussieren. In diesem Abschnitt werden zunächst zentrale Ergebnisse zu anisotroper, trockener Reibung und Verformung zusammengefasst, die von einigen Autoren vorgeschlagene Erklärung im Sinne von Reibungsmodellen wird gesondert im nächsten Abschnitt besprochen.

Insbesondere in den 1960er-Jahren erhielt die Frage nach Reibungsanisotropie bereits einige Aufmerksamkeit. Dyer untersuchte Rollreibung an (001)-Kupfer-Einkristallen und führte Reibungsunterschiede ( $\mu$  in [110] größer als in [100]) auf anisotrope, topographische Effekte (Aufwurfbildung, Reibspurbreite) und Verfestigung in Abhängigkeit von der Gleitsystemausrichtung zurück [185].

Bailey und Gwathmey [7] führten umfangreiche Versuche zum Einfluss von Oberflächen- und Gleitrichtung, Temperatur, Gegenkörpergeometrie und Atmosphäre u.a. an (100)- und (111)-Kupfer-Einkristallen durch. Sie erklärten ihre Ergebnisse ähnlich wie Dyer mit Topographie- und Verfestigungsargumenten [7]. Zentrale Erkenntnis der Versuche bei Raumtemperatur an Luft mit kugelförmigen Indentern ist die Abhängigkeit der Reibspurbreite und Reibung von der Gleitrichtung, wobei große Reibung (auf (111) z.B. maximal in  $\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  und minimal in  $\langle 11\bar{2} \rangle$ ) mit kleiner Reibspurbreite zusammenfallen und umgekehrt [7]. Mit abnehmendem Kugelradius ( $d_K = 22$  statt  $63 \mu\text{m}$ ) stellten die Autoren bei gleicher Last (25 g) außerdem größere Reibung und stärkere Anisotropie fest [7].

Steijn führte ähnliche Versuche an einer Reihe Kristalle verschiedener Struktur durch (kubisch-raumzentriert und mit NaCl-Struktur) und führte die Reibungsanisotropie im Sinne der B&T-Theorie primär auf den Pflügen-Anteil der Reibung zurück [186].

Bowden et al. zeigten auch für nichtmetallische Kristalle wie MgO, LiF und Diamant, dass Reibungsanisotropie eine Folge des Pflügen-Beitrags zur Reibung ist, unterhalb einer kritischen Last verschwinden kann und für scharfe Gegenkörper (z.B. spitze Kegel statt Kugeln) stärker ausgeprägt ist, also durch die Grundkörper-Eigenschaften (engl. *bulk properties*) und das Eindringen des Gegenkörpers bestimmt wird [187, 188].

Buckley untersuchte für die NASA Reibungsanisotropie insbesondere im Vakuum [189] und konstatierte, dass Reibung kristalliner Materialien verschiedener Struktur grundsätzlich am geringsten sei, wenn die Gleitbewegung auf den dichtest gepackten Ebenen in die dichtest gepackte Richtung stattfindet [190].

Tsuya maß zwischen zwei (100)-Kupfer-Einkristallen in [011] größere Reibung als in [001] und führte diese Reibungsanisotropie mit Hilfe eines Energiearguments (vgl. Abschnitt zu Modellen unten) primär auf die anisotrope plastische Verformung oberflächennaher Bereiche zurück [9]. Auch Ohmae et al. führten für (001)-Kupfer-Einkristalle qualitativ aus, dass größere Reibung eine Folge stärkerer, oberflächennaher Deformation sei [161].

Heute kann Reibungsanisotropie auch in Kristallplastizitäts-Simulationen abgebildet werden [191]. Auch die geometrische Kommensurabilität von aufeinander gleitenden Einkristallen anstelle anisotroper plastischer Verformung kann einen Beitrag zu (statischer) Reibungsanisotropie liefern [192]. Den besprochenen Arbeiten ist gemein, dass Reibungsanisotropie und Verformung insbesondere für einzelne oder wenige Übergleitungen betrachtet wurden, nicht aber deren (langfristige) Entwicklung.

In einigen neueren Arbeiten von Tarasov et al. [12] und Lychagin et al. [193, 194] zur Mikrostrukturentwicklung von Kupfer- und Hadfield-Stahl-Einkristallen bei trockenem Gleiten in verschiedene Richtungen wird auch die *langfristige Reibungsentwicklung* kurz dargestellt. Für Kupfer [12] zeigt sich dabei im Reibkontakt mit Glasscheiben (sowohl mit und ohne vorher darauf befindlicher Kupfer-Transferschicht) allerdings keine systematische Entwicklung der Reibung in Abhängigkeit von der Einkristall-Orientierung. Auch bei Hadfield-Stahl [193, 194] wurde die Reibung zwar für Gleitzeiten von bis zu 120 Stunden gemessen, jedoch nicht im Detail analysiert, und lässt keine klare Systematik erkennen.

Umfangreiche Untersuchungen zum trockenen Gleitverhalten von Nickel stellten Prasad et al. an [11, 195]. Im Unterschied zu den Gleitrichtungen [100] und [110] auf (100)-Einkristallen, zeigte sich für [211] auf (011) nach ca. 500 unidirektionalen Übergleitungen eine starke  $\mu$ -Abnahme, die Prasad et. al im Zusammenhang mit der Entwicklung einer nanokristallinen Triboschicht auf einen Übergang zu Korngrenzengleiten als dominantem Verformungsmechanismus zurückführten [11].

Es wird deutlich, dass zwar für einzelne Übergleitungen an kfz-Einkristallen umfangreiche Daten zum Zusammenhang von Reibung und Verformung vorliegen, aber deren Entwicklung bis hin zu einem Gleichgewichtszustand deutlich weniger gut verstanden ist. Offen bleibt somit die Frage, in welchen Stadien eine Reibungsanisotropie besteht, ob diese also bei wiederholter Übergleitung - in Abhängigkeit von ablaufenden Verformungsmechanismen - langfristig bestehen bleibt oder verschwindet.

### **Reibung und Korngrenzen**

Eng verknüpft mit der Frage nach Reibungsunterschieden an verschieden orientierten Einkristallen ist die Betrachtung von *Korngrenzen*, welche in polykristallinen Materialien Bereiche unterschiedlicher Orientierung trennen, und die Verformung lokal beeinflussen können [196]. Praktische Relevanz besitzt dies z.B. auch für mikro-elektromechanische Systeme (MEMS) [197]. Sowohl Experimente von Brainard und Buckley [198] an Kupfer-Bikristallen mit einzelner Übergleitung an Luft, als auch atomistische Simulationen von Zhang et al. [199, 200] an Nano-Zwillingen und einer Großwinkelkorngrenze in Kupfer zeigen, dass die Reibung beim Überqueren der Korngrenze ein lokales Maximum aufweisen kann - aber nicht muss. Abhängig u.a. von den Korngrenzen- und Materialeigenschaften ist im Gegenteil auch ein lokales Minimum möglich, wie z.B. eine Arbeit an Hadfield-Stahl zeigt [201].

## Modelle metallischer Reibung

Nicht erst seit dem Meilenstein der B&T-Theorie wurden zahllose Versuche unternommen, (trockene metallische) Reibung in Form mathematischer Modelle zu fassen, um Reibungsvorhersagen in Abhängigkeit von bestimmten Parametern (z.B. Material, Härte, Belastung usw.) zu ermöglichen. Diese Reibungsmodelle lassen sich - ohne Anspruch auf harte Trennschärfe zu erheben - grob in zwei Kategorien einteilen.

Die erste Kategorie versucht, Reibung mit Hilfe *energetischer* oder *mikrostrukturbasierter* Argumente zu greifen. Wichtige Beispiele sind die Arbeiten von Tsuya [9] und Rigney und Hirth [173]), wobei in letzterer die (im Gleichgewichtszustand) in einer stark plastisch verformten, oberflächennahen Schicht umgesetzte Energie betrachtet wird. Ein erweitertes Modell von Heilmann und Rigney ist auch auf beschichtete Systeme anwendbar [202]. Kuhlmann-Wilsdorf differenzierte erstmals explizit nach der Verformung der stark verformten Oberflächenschicht und des die Härte kontrollierenden Materialinneren [162]. Dabei berücksichtigte sie sowohl Verfestigung über die kritische, aufgelöste Schubspannung ( $\tau_{crss}$ ), als auch Orientierung, (oberflächliche) Orientierungsänderungen und Anzahl operativer Gleitsysteme mit Hilfe von Schmidfaktoren - implizit also auch Reibungsanisotropie [162]. Shakhvorostov et al. betrachten in einer Energiebilanz neben der in Form von Materialänderungen und Verschleißbildung dissipierte Energiedichte (bzw. Leistung) auch den Wärmefluss [203].

Modelle der zweiten Kategorie stellen vornehmlich *geometrische* Betrachtungen an (z.B. von Reibspur, Gegenkörper, Kontaktfläche usw.), meist mit dem Ziel, u.a. den *Pflügen*-Term der Reibung zu quantifizieren. Grundlegende, derartige Arbeiten sind jene von Goddard & Wilman [204] für harte Indenter verschiedener Geometrien, Lafaye et al. [205, 206] mit Berücksichtigung elastischer Erholung hinter dem pflügenden Gegenkörper, sowie Korres et al. [207] zur Verknüpfung der Reibspurbreiten-Änderungsrate und dem Pflügen-Term. Weitergehende Aspekte wie das Pflügen einzelner Asperitäten auf der Nanometerskala mitsamt Aufwurfbildung oder geschmierte Kontakte betrachten beispielsweise die Arbeiten von Mishra und Szlufarska [208] und Komvopoulos et al. [209].

Schließlich beschäftigen sich eine Reihe nicht eindeutig in dieses Schema einsortierbarer Arbeiten mit der Differenzierung der verschiedenen Beiträge zur Reibung im Sinne der B&T-Theorie (Pflügen und Adhäsion / Scherung) [210] oder erweitern dieses Bild um weitere Faktoren [211]. Zur Entwicklung von Reibung im Laufe fortschreitenden Gleitens existiert beispielsweise ein

(phänomenologisches) Modell von Blau [183] - die meisten anderen Modelle bilden vornehmlich Reibung im Gleichgewichtszustand ab.

In der Gesamtschau lässt sich feststellen, dass auch heute noch kein allgemein akzeptiertes Reibungsmodell existiert, welches die Komplexität von Reibung in ihrer Wechselwirkung mit Material, Mikrostruktur, Belastungsbedingungen, Verschleiß usw. erklärt [212]. Dies gilt umso mehr für die Entwicklung von (anisotroper) Reibung.

## 2.5 Zusammenfassung und Zielsetzung dieser Arbeit

Die vorhergehenden Abschnitte haben die Komplexität tribologisch induzierter Mikrostrukturentwicklung duktiler Metalle und deren nichttriviale Verknüpfung mit der Systemantwort Reibung deutlich gemacht. Kupfer ist ein idealer, einphasiger Modellwerkstoff mit kfz-Kristallstruktur, zu dessen mechanischem Verformungsverhaltens umfangreiche Daten vorliegen. Eine Reihe Veröffentlichungen verdeutlichen, welche entscheidende Bedeutung dessen elastisch-plastische Anisotropie für Mikrostrukturentwicklung und Reibung besitzt. Je nach Korngröße können dabei plastische Anisotropie (also die Ausrichtung von Gleitsystemen, z.B. bei Einkristallen) oder auch Interaktionen mit Korngrenzen (z.B. nanokristalline Gefüge und Korngrenzengleiten) eine zentrale Rolle für die Verformung spielen.

Die Mikrostrukturentwicklung initial grobkörniger oder einkristalliner, metallischer Reibkontakte erfolgt typischerweise auf Basis versetzungsbasierter Plastizität, wobei es orientierungsabhängig zu einer starken, oberflächennahen Mikrostrukturmodifikation kommt. Hierbei wurden eine Reihe elementarer Verformungsprozesse wie Kristallrotationen, Scherung, Texturierung oder die Ausbildung von Vortices beobachtet. Auch die Topographie von Reibspuren wird durch die Kristallorientierung beeinflusst. Zur Verknüpfung von Verformung und Reibung existieren eine Reihe topographischer und energetischer Modellüberlegungen, die jedoch häufig auf recht spezifische Problemstellungen beschränkt sind, und eine Orientierungsabhängigkeit meist nur implizit berücksichtigen.

Auch beschränkt sich die überwiegende Zahl existierender Arbeiten zur Anisotropie von Verformungsmechanismen wie Kristallrotation, Reibspurtopographieentwicklung und Reibung entweder auf den ganz anfänglichen Zustand eines Gleitkontaktes (z.B. Einzelübergleitung), oder aber auf einen (angenommenen) Gleichgewichtszustand (engl. *steady-state*) - nach Abschluss der initial auftretenden, mikrostrukturellen Modifikationen. Noch nicht hinreichend verstanden sind

jedoch die Entwicklungen zwischen diesen beiden Extrema. Vor diesem Hintergrund motivieren sich aus dem Stand der Forschung drei konkrete Leitfragen für diese Arbeit:

- Inwieweit beeinflussen **Kristallorientierung**, **Belastungsbedingungen** und das Übergleiten von **Korngrenzen** im **Frühstadium** die durch tribologische Belastung hervorgerufene Mikrostrukturentwicklung von Kupfer im Sinne **elementarer Verformungsmechanismen**, insbesondere Kristallrotation und Scherung?
- Welche Rolle spielt eine **initial einheitliche Proben-Kristallorientierung** nach vielfacher Übergleitung noch für im Material ablaufende **Verformungsprozesse** und Ausbildung der **Reibspurtopographie**, insbesondere vor dem Hintergrund **elastisch-plastischer Anisotropie** und vorheriger, tribologisch induzierter Mikrostrukturveränderung und plastischer Verformung von Kupfer?
- Inwiefern besteht im Frühstadium eine Abhängigkeit zwischen **Reibung und Kristallorientierung**, und wie **entwickelt** sich eine mögliche **Anisotropie** bei wiederholter Übergleitung weiter - im Zusammenhang mit tribologisch induzierten **Verformungsmechanismen**?

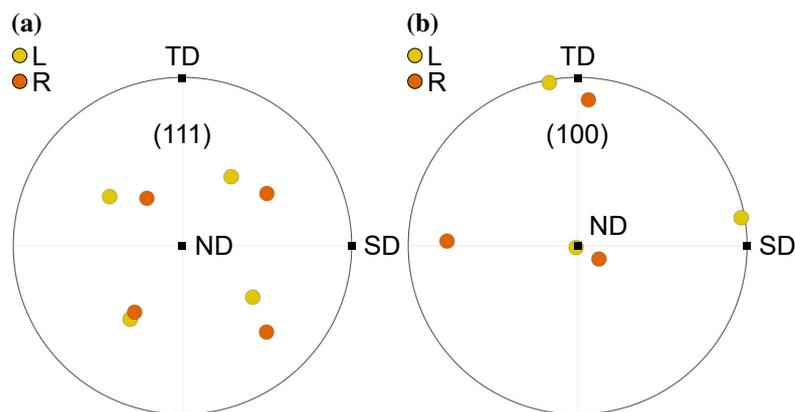
## 3 Experimentelles und Methoden

### 3.1 Probenmaterial und Probenvorbereitung

#### Proben

Um den Einfluss der kristallographischen Orientierung und dem Vorliegen von Korngrenzen auf tribologisch induzierte Verformungsmechanismen und Reibung zu analysieren, kam hochreines Kupfer als Modellwerkstoff zum Einsatz (vgl. Absch. 2.1.2). Zur gezielten Untersuchung dieser Einflussfaktoren wurden zwei Arten von Kupferproben verwendet: Zwei Einkristalle (MaTecK, Jülich, Deutschland) sowie ein Bikristall (in Versuchsbezeichnungen abgekürzt als: BK, vgl. Absch. 3.2.2, freundlicherweise zur Verfügung gestellt von Prof. Dr. Dmitri Molodov, Institut für Metallkunde und Materialphysik IMM, RWTH Aachen, Deutschland).

Die quaderförmigen Einkristalle ( $20 \times 20 \times 5 \text{ mm}^3$ ) besaßen nach Herstellerangaben eine Reinheit von 99,9999 % und zeichneten sich durch eine definierte, kristallographische Orientierung aus. Dabei waren je Einkristall die Normalenrichtung  $\underline{n}$  der Probenoberseite sowie die Richtung einer markierten Quaderkante  $\underline{k}$  nach Vorgabe herstellerseitig eindeutig festgelegt. Die beiden Proben besaßen die nominellen Orientierungen  $\underline{n} = [111]$ ,  $\underline{k} = [\bar{1}10]$  und  $\underline{n} = [110]$ ,  $\underline{k} = [001]$ .



**Abbildung 3.1:** (111)- und (100)-Polfiguren der ursprünglichen Bikristall-Kornorientierungen im linken (L) und rechten (R) Korn (mittels EBSD für Versuch BK-N bestimmt, vgl. Absch. 4.3.2). Nach [152].

Der zylindrische Bikristall (Durchmesser 23 mm, Höhe 1,8 mm, Reinheit 99,998 %) wurde am IMM mit der Bridgman-Methode im Vakuum ( $1 \cdot 10^{-5}$  mbar) hergestellt [152]. Die enthaltene Korngrenze teilt den Bikristall näherungsweise in zwei ungefähr gleichgroße, halbzyklindrische

Hälften (linkes und rechtes Korn). Nach der Versuchsdurchführung wurde die kristallographische Orientierung der beiden Bikristall-Körner (L und R) mittels Elektronenrückstreubeugung (engl. *electron backscatter diffraction*, EBSD, vgl. Absch. 3.3.2) nahe der Reibspuren bestimmt. Diese ist in den (111)- und (100)-Polfiguren in Abb. 3.1 für Versuch BK-N (vgl. Absch. 3.2.2) dargestellt. Die Missorientierung der beiden Körner beträgt ca.  $21,5^\circ$ , es handelt sich also um eine gewöhnliche Großwinkel-Korngrenze. Im linken Korn beträgt der Abstand zwischen ND und  $\langle 100 \rangle$  nur ca.  $1,5^\circ$ , im rechten Korn ca.  $17^\circ$  [152]. Die genauen Millerschen Indizes beider Körner sind in [152] dokumentiert.

Als Gegenkörper kamen Kugeln der Güteklasse G10 aus Saphir (also einkristallinem  $Al_2O_3$  mit trigonaler Kristallstruktur, Raumgruppe  $R\bar{3}c$  [39, S. 448]) mit Durchmessern  $d_K$  von 5 und 10 mm zum Einsatz (Saphirwerk AG, Brügg, Schweiz). Diese Kombination aus harten, chemisch inerten Saphirkugeln und weichem, duktilen Kupfer (vgl. Absch. 2.1.2) wurde in Kombination mit passenden Versuchsbedingungen (vgl. Absch. 3.2.2) gewählt, um die durch die Versuche induzierte plastische Verformung primär auf das Kupfer zu beschränken, und tribochemische Reaktionen weitgehend zu unterbinden (vgl. z.B. [49, 50, 146]).

### Wärmebehandlung

Zur Minimierung der initialen Versetzungsdichte wurden die Einkristall-Proben vor der metallographischen Präparation für zwei Stunden bei  $500^\circ\text{C}$  gegläht. Bei der Bikristall-Probe wurde hierauf hingegen bewusst verzichtet, um eine mögliche, unerwünschte Bewegung oder Veränderung der Korngrenze zu verhindern. Die Wärmebehandlungen wurden in einem evakuierten Rohrofen (Hochvakuum,  $p \leq 5,7 \cdot 10^{-5}$  mbar) mit einer nominellen Aufheiz- und Abkühlrate von  $300 \text{ K h}^{-1}$  durchgeführt.

### Präparation

Vor der Versuchsdurchführung wurden alle Kupferproben metallographisch präpariert. Zunächst wurde jede Probe zur Einstellung einer ebenen Probenoberfläche in vier Schritten mit SiC-Schleifpapier der Körnungen 800, 1200, 2500 und 4000 (Struers GmbH, Willich, Deutschland) unter Wasserkühlung auf einer Schleifmaschine Type *Saphir 320* (ATM Qness GmbH, Mammelzen, Deutschland) geschliffen und entgratet. Um eine definierte Auflagefläche einzustellen, wurden auch alle Probenrückseiten bis Körnung 1200 geschliffen. Zur weiteren Rauheitsreduktion folgten zwei Polierschritte mit Diamantsuspension (Cloeren Technology GmbH, Wegberg, Deutschland) der Korngrößen 3 und  $1 \mu\text{m}$  auf der Poliermaschine Typ *PowerPro 4000* (Buehler

/ ITW Test & Measurement GmbH, Esslingen am Neckar, Deutschland) unter Zuhilfenahme von Poliertüchern *MD-Dur* (Struers). Außerdem kam ein selbst hergestelltes Kühl- / Schmiermittel (5 g Spülmittel auf 125 ml Isopropanol und 500 ml vollentsalztes Wasser) zum Einsatz. Nach dem Schleifen und jedem Polierschritt wurden die Proben für je zehn Minuten in einem Ultraschallbecken mit Isopropanol gereinigt.

Anschließend wurde mit Hilfe einer elektrolytischen Politur die durch die metallographische Präparation eingebrachte, oberflächennahe Verformungsschicht (auch: Beilby-Schicht [213]) elektrochemisch abgetragen. Hierbei kam eine Elektropoliermaschine vom Typ *LectroPol-5* (Struers) zusammen mit Elektrolyt des Typs *D2* zum Einsatz. Der Elektrolyt wurde aus den folgenden Bestandteilen selbst hergestellt: 500 ml destilliertes Wasser, 500 ml Orthophosphorsäure (85 %), 500 ml Ethanol, 500 ml Isopropanol, 5 g Urea (Harnstoff). Die Elektropolierparameter sind in Tab. 3.1 zusammengestellt und wurden in Vorversuchen dahingehend optimiert, dass die durch die Elektropolitur induzierte Rauheitszunahme minimal war. Die so erzeugten, mittleren Oberflächenrauheiten  $S_a$  der Einkristalle und des Bikristalls (aus 24 bzw. 14 Messungen, vgl. Abschn. 3.4) betragen ca. 62,6 nm (Standardabweichung  $SA = 11,6$  nm) und 62,0 nm ( $SA = 12,8$  nm). Als Abschluss der Präparation erfolgte ein letzter Ultraschall-Reinigungsschritt (15 Minuten in Isopropanol).

**Tabelle 3.1:** Prozessparameter der elektrolytischen Politur.

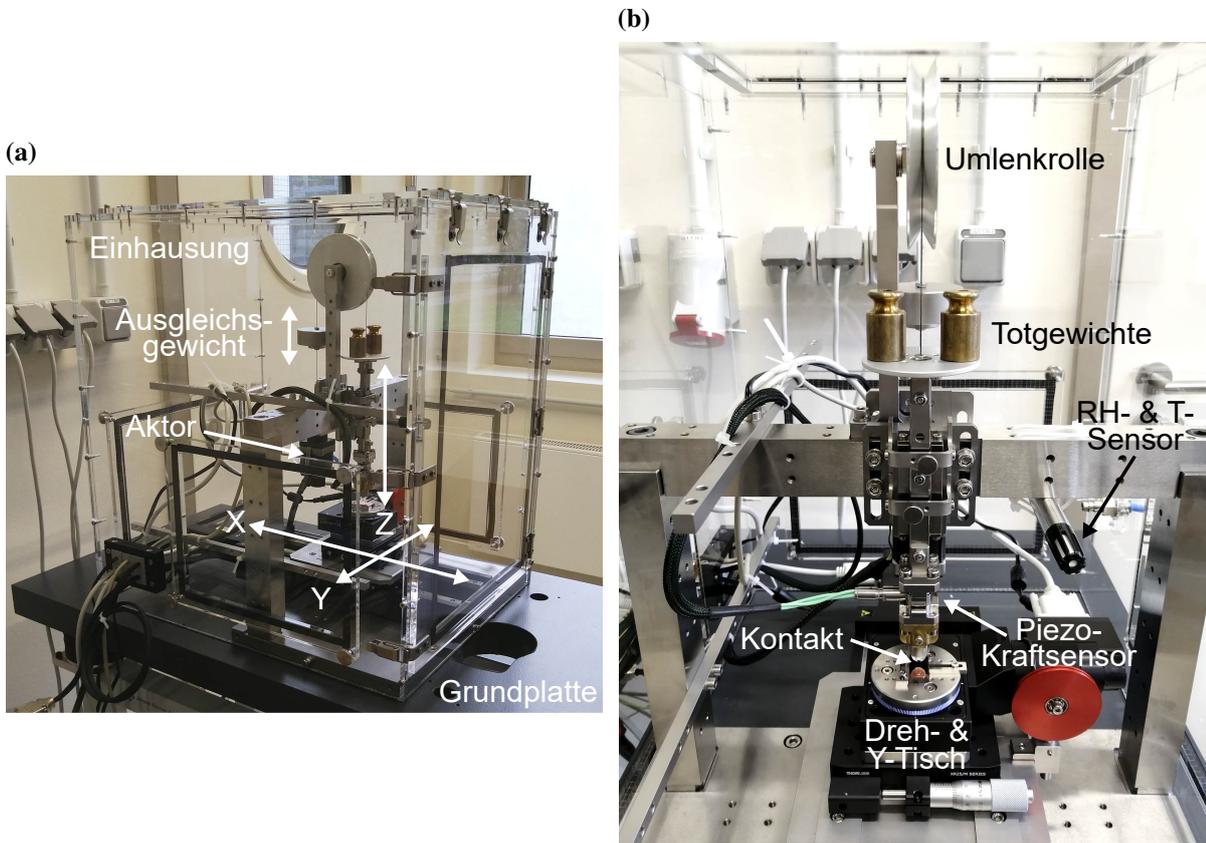
Proben	Flussrate [-]	Spannung [V]	Fläche [mm <sup>2</sup> ]	Dauer [s]	Temperatur [°C]
Einkristalle	8	24	5	20	22
Bikristall	8	24	5	25	22

## 3.2 Tribologische Versuche

### 3.2.1 Tribologischer Modellprüfstand und Tribometrie

Um die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche zu ermöglichen, wurde ein auf die spezifischen Anforderungen abgestimmter Prüfstand konstruiert, montiert, programmiert, kalibriert, erprobt und in Betrieb genommen. Neben einer möglichst präzisen Reibungsmessung im Normallastbereich von ca. 0,5 – 15 N war die Erzeugung einer unidirektionalen, linearen Relativbewegung bei gleichzeitiger Möglichkeit zum Auswählen einer definierter Gleitrichtung

zentrale Konstruktionsrandbedingung. Für zukünftig am Institut geplante Arbeiten - im Rahmen der vorliegenden Arbeit jedoch von untergeordneter Bedeutung - sollte außerdem die Möglichkeit zur Hochgeschwindigkeitserfassung von Messdaten implementiert werden.



**Abbildung 3.2:** VHA-Tribometer. **a:** Übersicht und Achsen (X: Haupt-Verfahrachse, Y: Transversale Achse, Z: Normale Achse). **b:** Detailansicht mit wichtigen Komponenten. Adaptiert nach [152].

Der Aufbau des sog. VHA-Tribometers (engl. *verstaile high-speed acquisition tribometer*) ist in Abb. 3.2 dargestellt [152]. Zur Schwingungsdämpfung ist das Tribometer auf einer luftgefederten, nivellierten Graugussplatte montiert. Eine Plexiglas-Einhausung ermöglicht in Kombination mit einem Luftfeuchtigkeits- und Temperatursensor Typ *HYTE-ANA-10V* (B+B Thermo-Technik GmbH, Donaueschingen, Deutschland) das Einregeln einer kontrollierten Versuchsatmosphäre. Der an der Lastaufbringung angebrachte Gegenkörper kann mit Hilfe eines Linearaktors (Typ *M-229.26S*, Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG, Karlsruhe, Deutschland) über eine Umlenkrolle auch bei geschlossener Einhausung vollautomatisch und kontrolliert auf den Grundkörper abgesenkt werden. Hierbei erfolgt die zur Versuchsdurchführung nötige Aufbringung der Normallast durch Totgewichte. Der Grundkörper wird auf einem beweglichen Aufbau montiert, wobei die Relativbewegung im tribologischen Versuch mit Hilfe eines Präzisions-Lineartisches Typ *M-414.2PD* (PI) realisiert wird. Ein darauf montierter, manueller Lineartisch (*XR25P/M*,

ThorLabs GmbH, Dachau, Deutschland) erlaubt in Kombination mit einem Präzisions-Drehtisch Typ *M-060.PD* (PI) die exakte Positionierung des Grundkörpers und die diesbezügliche Auswahl der Versuchsrichtung. Die motorisierten Aktuatoren werden über Controller der Typen *C-663.11* und *C863.11* (PI) angesteuert und geregelt.

Während des Versuchs werden Normal-, Reib- und Transversalkräfte  $F_N$ ,  $F_R$  und  $F_T$  mit Hilfe eines Dreiachs-Piezokraftsensors Typ *9317C* (Kistler Instrumente GmbH, Sindelfingen, Deutschland) gemessen. Die Ladungsänderungen werden über drei Kistler-Ladungsverstärker der Typen *5018A* ( $F_R$ ) und *5015A* ( $F_N$ ,  $F_T$ ) verstärkt und in Spannungen umgewandelt, welche mit Hilfe eines FPGA (engl. *field programmable gate array*) Typ *PCIe-7852R* (National Instruments, Austin, Texas, USA) erfasst werden. Die Verwendung des FPGA erlaubt durch entsprechende Programmierung des Schaltkreises eine deterministische, synchrone und hochfrequente Datenaufzeichnung mit bis zu 500 kHz pro Kanal. Über das FPGA werden außerdem Luftfeuchtigkeits- und Temperatursignale sowie ein Binärsignal zum Bewegungszustand von Präzisions-Linear- ( $B_x$ ) und Drehtisch ( $B_{rot}$ ) erfasst (0: Stillstand / 1: in Bewegung). Die in *LabVIEW 2019* (National Instruments, Austin, Texas, USA) selbst programmierte Tribometer-Software erlaubt das vollautomatische Durchführen frei programmierbarer Versuchsprogramme und umfasst eine Schnittstelle zur Kalibrierung der Kraftkanäle mit Hilfe von Totgewichten.

Eine weitere, messtechnisch bedeutsame Besonderheit des VHA-Tribometers ist die programmatische Ansteuerung der Ladungsverstärker per seriellen Bus, welche neben dem Setzen wichtiger Einstellungen insbesondere das synchrone, deterministische Starten der Messung aller drei Ladungsverstärker ermöglicht. Durch ein vollautomatisches Setzen des Nullpunkts während jedes Absenkens des Gegenkörpers kurz vor dem Berühren des Grundkörpers wird so die für Piezo-Messketten typische Unsicherheit aufgrund Drifts stark minimiert. Dies ermöglicht gegenüber Systemen ohne solch automatische Ansteuerung eine überlegene Reproduzierbarkeit der Reibungsmessung, insbesondere bei unidirektionaler Versuchskinematik ohne die Möglichkeit zum Berechnen der Reibkräfte aus Reibschleifen (engl. *friction loops*, vgl. z.B. [214]).

### 3.2.2 Versuchsmodalitäten

#### Systematische Variation der Versuchsparameter

Um die Entwicklung der Zusammenhänge zwischen Verformung und Reibung in Abhängigkeit von der Kristallorientierung untersuchen zu können, wurden tribologische Versuche mit

einer systematischen Variation von Kristallorientierung und Anzahl *unidirektionaler* Übergleitungen  $n$  durchgeführt (vgl. Tab. 3.2). Dabei wurde die Kristallorientierung in ND durch die Verwendung der beiden (111)- und (110)-Einkristall-Proben variiert (vgl. Absch. 3.1). Auf beiden Einkristallen wurden Versuche in je zwei definierte Gleitrichtungen SD durchgeführt, welche unter Ausnutzung der bekannten Kantenorientierung  $\underline{k}$  und dem Präzisionsdrehtisch des VHA-Tribometers experimentell eingestellt wurden. Bei den in Tab. 3.2 angegebenen, kristallographischen Richtungen handelt es sich um nominelle Werte. Die tatsächlichen Orientierungen wurden für alle Versuche experimentell bestimmt (vgl. Absch. 3.3.2) und sind in Tab. A.1 im Anhang zusammen mit der Abweichung zwischen nomineller und gemessener Orientierung detailliert aufgeführt. Die Gesamtabweichung liegt im Bereich  $0,7 - 2,5^\circ$ .

**Tabelle 3.2:** Tribologische Einkristall- (oben) und Bikristall-Versuche (BK, unten) mit systematischer Variation von Kristallorientierung (Einkristalle, nominelle Werte), Gleitrichtung (Bikristall) und Laststufe (niedrige (N):  $d_K = 5 \text{ mm} / F_N = 2 \text{ N}$ , hohe (H):  $d_K = 10 \text{ mm} / F_N = 8 \text{ N}$  und sehr hohe (SH):  $d_K = 5 \text{ mm} / F_N = 8 \text{ N}$ ).

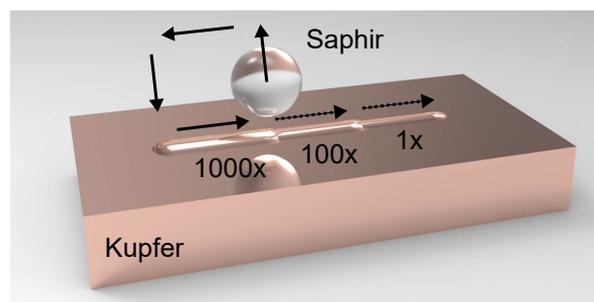
Versuchsbezeichnung	Kristallorientierung		Versuchskinematik		Laststufe
	–ND	SD	Übergleitungen $n$	Richtung	
(111)[0 $\bar{1}$ 1]-N / H	[111]	[0 $\bar{1}$ 1]	1, 100, 1000	→	niedrig (N) / hoch (H)
(111)[1 $\bar{2}$ 1]-N / H	[111]	[1 $\bar{2}$ 1]	1, 100, 1000	→	niedrig (N) / hoch (H)
(110)[ $\bar{1}$ 10]-N / H	[110]	[ $\bar{1}$ 10]	1, 100, 1000	→	niedrig (N) / hoch (H)
(110)[001]-N / H	[110]	[001]	1, 100, 1000	→	niedrig (N) / hoch (H)
BK-N / N5 / N10			1 / 5 / 10	→	niedrig (N)
BK-NI			1	←	niedrig (N)
BK-H / SH			1	→	hoch (H) / sehr hoch (SH)

Die vier in Tab. 3.2 angegebenen Einkristall-(Versuchs-)Orientierungen (111)[0 $\bar{1}$ 1], (111)[1 $\bar{2}$ 1], (110)[ $\bar{1}$ 10] und (110)[001] wurden aufgrund ihrer materialwissenschaftlichen Bedeutung für die plastische Verformung durch Versetzungsbewegung auf {111}⟨110⟩-Gleitsystemen gewählt: So besitzen (perfekte) kfz-(Stufen)versetzungen ⟨110⟩-Burgersvektoren, ⟨1 $\bar{2}$ 1⟩-Richtungen sind parallel zu den Burgersvektoren von Shockley-Partialversetzungen (vgl. Absch. 2.1.2) und [100] ist gerade orthogonal zu [110] (wobei ⟨100⟩- und ⟨110⟩-Richtungen unter Berücksichtigung der Kristallsymmetrie allgemein  $45^\circ$  einschließen). Beispielsweise lässt (111)[0 $\bar{1}$ 1] besonders einfache Versetzungsbewegung in SD erwarten [98], während (110)[001] ungünstig liegt. Eine detaillierte Diskussion der jeweiligen Lage der Gleitsysteme hinsichtlich der Belastung erfolgt in Absch. 5.2.2, es sei jedoch bereits hier darauf hingewiesen, dass (111)[0 $\bar{1}$ 1] und (111)[1 $\bar{2}$ 1] *nicht* invariant bezüglich einer Inversion der Gleitrichtung sind. Zusammengenommen sind

drei vergleichende Betrachtungen von besonderem Interesse: Eine Änderung der Gleitrichtung bei Beibehaltung der ND-Richtung, also  $(111)[0\bar{1}1]$  vs.  $(111)[1\bar{2}1]$  bzw.  $(110)[\bar{1}10]$  vs.  $(110)[001]$ , sowie eine ND-Änderung bei Vorliegen von  $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtungen, d.h.  $(111)[0\bar{1}1]$  vs.  $(110)[\bar{1}10]$  (wenn auch sich die Lage der Gleitsysteme natürlich ändert, Absch. 5.2.2).

Um unterschiedlich starkes Pflügen bei gleicher Hertzscher Pressung [32] von ca. 841 MPa (rein theoretische Vergleichsgröße zur Normierung) herbeizuführen (vgl. Diskussion in Absch. 5.2.1), wurden je Einkristall-Orientierung zwei Versuche unterschiedlicher *Laststufe* (Kombination aus Saphirkugeldurchmesser  $d_K$  und Normallast  $F_N$ ) durchgeführt. Als niedrige Laststufe (kurz: N) wird dabei die Kombination aus niedriger Normallast und kleiner Kugel ( $F_N = 2\text{ N} / d_K = 5\text{ mm}$ ) bezeichnet, als hohe Laststufe (kurz: H) wiederum jene aus hoher Normallast und großer Kugel ( $F_N = 8\text{ N} / d_K = 10\text{ mm}$ ). Die acht Einkristall-Versuchsbezeichnungen in Tab. 3.2 setzen sich aus den jeweiligen Orientierungen und Laststufen zusammen.

Zur Untersuchung des  $n$ -Einflusses besaß jeder Einkristall-Versuch drei Bereiche mit insgesamt einer, 100 und 1000 unidirektionalen Übergleitungen auf einer Länge von je 4 mm. Wie in Abb. 3.3 schematisch dargestellt, erlaubt diese Versuchskinematik eine Untersuchung der Mikrostruktur für  $n_1$ ,  $n_{100}$  und  $n_{1000}$  innerhalb eines einzigen Versuches. Die experimentelle Realisierung fand durch das automatische Abheben, Zurückführen und erneute Inkontaktbringen der Saphirkugel statt.



**Abbildung 3.3:** Kinematik der Einkristall-Versuche (nicht maßstäblich). Durch automatisches Abheben und Annähern der Kugel werden pro Versuch drei je 4 mm lange Reibspurbereiche mit einer, 100 und 1000 unidirektionalen Übergleitungen erzeugt (Gleitweg 1x 12 mm, 99x 8 mm und 900x 4 mm).

Während die Einkristall-Versuche eine Analyse der Entwicklung von Reibung und Verformung über eine große Spanne von Übergleitungen erlauben, erweitern die Bikristall-Versuche dieses Bild um besonders detaillierte Einblicke in das Frühstadium tribologisch induzierter Reibungs- und Verformungsmechanismen bei gleichbleibender, kristallographischer Orientierung der Bikristall-Körner sowie den Einfluss der diese trennenden Korngrenze. Am Bikristall

wurden daher unidirektionale Versuche mit einem einheitlichen Gleitweg von 10 mm entsprechend Tab. 3.2 durchgeführt. Gezielt variiert wurden dabei die Belastungsbedingungen, mit einer zusätzlichen sehr hohen Laststufe (kurz: SH,  $F_N = 8 \text{ N} / d_K = 5 \text{ mm}$ ). In zwei Versuchen wurden anstelle einer einzigen Übergleitung insgesamt fünf bzw. zehn unidirektionale Übergleitungen durchgeführt. Sämtliche Bikristall-Versuche wurden parallel zueinander positioniert, also mit gleichbleibender Gleitrichtung vom linken ins rechte Korn, wobei die Korngrenze nach je ca. 5 von 10 mm Gleitweg überquert wurde. Eine Ausnahme stellt Versuch BK-NI dar, in dem gezielt die Gleitrichtung invertiert wurde. Hierzu wurde nicht die Probe gedreht, sondern die Bewegungsrichtung des Präzisions-Lineartisches umgekehrt.

Allen durchgeführten Versuchen gemein war eine sehr niedrige Gleitgeschwindigkeit von  $0,5 \text{ mm s}^{-1}$  zum Vermeiden thermischer Effekte. Die Versuche wurden trocken, d.h. ohne Zusatz eines Schmiermediums, in einer trockenen Stickstoffatmosphäre ( $N_2$  5.0, relative Luftfeuchtigkeit ca. 0,1 %) bei Raumtemperatur durchgeführt.

### **Versuchsdurchführung**

Alle Versuche je Kupferprobe wurden nacheinander durchgeführt, ohne die jeweilige Probe aus dem Tribometer auszubauen. Die abschließende Probenpräparation (Polieren, Elektropolieren) erfolgte dabei unmittelbar vor Beginn des ersten Versuchs mit der jeweiligen Probe. Für jeden einzelnen Versuch wurde eine neue Saphirkugel verwendet und mit Hilfe von Isopropanol und einem fusselreien Tuch (Typ *Poly-Jean*, Ted Pella Inc., Redding, Kalifornien, USA) durch Abwischen gereinigt. Nach Einbau der Saphirkugel wurde die Tribometereinhausung geschlossen und die Kammer vor dem Start jedes Versuchs mindestens eine Stunde lang mit trockenem Stickstoff gespült (Flussrate von  $25 \text{ l min}^{-1}$  für 10 min, dann  $6 \text{ l min}^{-1}$ ), bis in der Kammer eine relative Luftfeuchtigkeit von ca. 0,1 % gemessen wurde. Während der gesamten Versuchsdauer wurde die Kammer zum Aufrechterhalten der Atmosphäre weiter mit Stickstoff gespült (Flussrate  $4 \text{ l min}^{-1}$ ). Die Kupferproben wurden nach der Versuchsdurchführung in einem dauerhaft an eine Vakuumpumpe angeschlossenen Exsikkator gelagert und nur zur weiteren Analyse zeitweise entnommen.

Während die Kalibrierung der Reib- und Transversalkraftkanäle für jede Probengeometrie bereits vor der Versuchsdurchführung mit Hilfe von Totgewichten erfolgte, wurde nach dem Einbauen jeder Probe eine Normalkraftkalibrierung für jede Normallast durchgeführt. Dabei wurde das Totgewicht so feinjustiert, dass im Zusammenspiel mit dem Gegengewicht (welches die Lastaufbringung über die Umlenkrolle grob austariert) sowie der (geringen) inneren Reibung

der Lastaufbringung die mit Hilfe der kalibrierten Normalkraftmesskette bei fünfundzwanzigfachem Antasten der Probenoberfläche während einer Haltezeit von 5 s bestimmte, mittlere Normalkraft  $\bar{F}_N$  weniger als 1 % von der in Tab. 3.2 angegebenen, nominellen Normalkraft  $F_N$  abwich. Für diese Normalkraftkalibrierung wurde eine separate Saphirkugel sowie ein von den Versuchspositionen auf der Kupferprobe weit entfernt liegender Bereich verwendet.

### Messdaten-Aufbereitung

Während der Versuche wurden die oben beschriebenen Messgrößen parallel auf zwei Arten gespeichert: Die Rohdaten (Spannungen) mit einer Abtastrate von 500 kHz, sowie die zur direkten Weiterverwendung unter Ausnutzung der Kalibrierdaten bereits fertig umgerechneten Kraft-, Reibungs-, Luftfeuchtigkeits-, Temperatur- und Positionsdaten mit einer reduzierten Abtastrate von 10 Hz. Letztere wurden mit Hilfe maßgeschneiderter Skripte in *MATLAB R2019A* (The MathWorks, Inc., Natick, Massachusetts, USA) für die vorliegende Arbeit weiterverarbeitet und mit *OriginPro 2020* (OriginLab Corp., Northampton, Massachusetts, USA) visualisiert. Zunächst wurden alle Messgrößen mit Hilfe des Binärsignals  $B_x$  für jede Übergleitung auf den Bereich reduziert, in dem tatsächlich eine Relativbewegung in Gleitrichtung ( $B_x = 1$ ) stattfand. Anschließend wurden die als Funktion der Zeit erfassten Größen mit Hilfe der konstanten Bewegungsgeschwindigkeit und der Abtastrate näherungsweise in Funktionen des Gleitweges umgerechnet. Alle in dieser Arbeit dargestellten Reibungskoeffizienten  $\mu$  wurden als  $\mu = \frac{|F_R|}{\bar{F}_N}$  aus der konstanten, kalibrierten Normalkraft  $\bar{F}_N$  und dem Betrag der als Funktion des Ortes gemessenen, der Relativbewegung entgegenwirkenden Reibkraft  $F_R$  berechnet. Alle Reibungskoeffizienten nehmen somit unabhängig von der Gleitrichtung positive Werte an. Zum Vergleich der Reibungskoeffizienten in Abhängigkeit von der Anzahl Übergleitungen  $n$  eines Versuches wird der arithmetische Mittelwert  $\bar{\mu}$  aller einzelnen  $\mu$ -Messwerte innerhalb einer Übergleitung herangezogen.

## 3.3 Mikrostrukturcharakterisierung

Die infolge der tribologischen Belastung induzierten Oberflächen- und Mikrostrukturveränderungen der Kupferproben wurden systematisch elektronenmikroskopisch untersucht. Zentrale Plattform für alle in Absch. 3.3 erläuterten Untersuchungen bildete ein zweistrahliges Elektronen-/ Fokussiertes Ionenstrahl- (FIB, engl. *focused ion beam*) Mikroskop Typ *Helios NanoLab 650*

(FEI, Hillsboro, Oregon, USA). Eine qualitative Charakterisierung erfolgte in Draufsicht, Querschnitt sowie hochauflösend mittels Raster-Transmissionselektronenmikroskopie (STEM, engl. *scanning transmission electron microscopy*, vgl. Absch. 3.3.1). Daneben nahm die ortsaufgelöste Messung der Kristallorientierung eine zentrale Rolle ein, da sie eine quantitative Analyse tribologisch induzierter Verformungsmechanismen wie z.B. Kristallrotation erlaubt (vgl. Absch. 3.3.2 und [152]).

### 3.3.1 Elektronenmikroskopische Mikrostrukturcharakterisierung

#### Elektronenmikroskopie und FIB-Präparation

Bilder der Reibspuren wurden mittels Sekundärelektronen bei einer Beschleunigungsspannung von 2 kV und einem Probenstrom von 0,8 nA (Elektronensäule) angefertigt. Die systematische Dokumentation der drei Bereiche jedes Einkristall-Versuchs ( $n_1$ ,  $n_{100}$  und  $n_{1000}$ ) sowie der Umgebung der Korngrenze der Bikristall-Versuche erlaubte neben einem Überblick über die Reibspurausprägung insbesondere auch die Analyse der infolge tribologisch induzierter Versetzungsbewegung entstandenen Gleitstufen (vgl. Absch. 4.3.1).

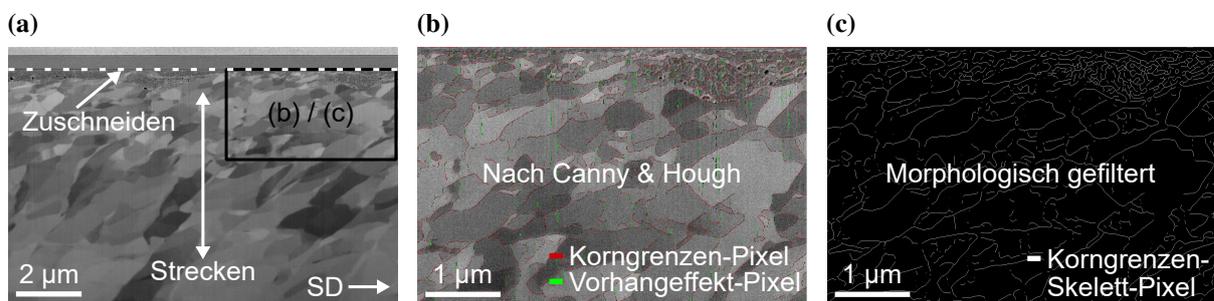
Zur Charakterisierung der Mikrostruktur wurden mittels Galliumionen FIB-Querschnitte parallel zu SD in der Mitte der Reibspuren angefertigt. Zum Schutz vor FIB-induzierten Artefakten (vgl. z.B. [215, 216]) wurden zuvor mittels Elektronen- und Ionenstrahl zwei Platinschichten auf den betreffenden Bereichen der Probenoberflächen abgeschieden. Die Sekundärelektronenkontrast-Bildgebung (Beschleunigungsspannung: 2 kV, Probenstrom: 0,8 nA) fand im sog. *Immersions-Modus* statt, wobei ein elektromagnetisches Feld zur Verbesserung der Auflösung angelegt wird. Alle Bilder von Querschnittsflächen in dieser Arbeit (vgl. Absch. 4.3.3) wurden prozessbedingt unter einem Winkel von  $38^\circ$  (Verkipfung der Querschnittsfläche bezüglich des Elektronenstrahls um die horizontale Bildachse bei einem Proben-Kippwinkel von  $52^\circ$ ) angefertigt. Dabei wurde die Probenoberfläche mit Hilfe der sog. Strahlrotation im Bild horizontal ausgerichtet, um minimale, prozessbedingte Verdrehungen (Betrag  $\leq 1,1^\circ$ ) auszugleichen. Bei der Berechnung von Längenmaßen aus Querschnittsbildern und dem nachträglichen Ausgleich der Bildverkipfung (s. nächster Abschnitt) wurde diese geringfügige Verdrehung vernachlässigt.

In ausgewählten Fällen wurde die Mikrostruktur mit noch höherer Auflösung charakterisiert. Hierzu wurden nach einem Standardverfahren [215] mittels FIB aus bestehenden Querschnitten elektronentransparente TEM-Lamellen präpariert. Die anschließende Bildgebung fand bei 30 kV

Beschleunigungsspannung und 100 pA Probenstrom (Immersion aktiv) unter Zuhilfenahme des im *Helios NanoLab 650* verbauten STEM-Detektors im Hellfeldmodus (engl. *bright field*) statt.

### Quantifizierung der Deformation aus Querschnitten

Zur Quantifizierung der in Einkristall-Querschnittsbildern sichtbaren plastischen Verformung anhand der Länge infolge tribologischer Belastung neugebildeter Korngrenzen (vgl. Absch. 2.3) wurde eine automatische Auswerteroutine entwickelt und in MATLAB implementiert. Ein Kurzüberblick über das Verfahren ist in Abb. 3.4 anhand eines beispielhaften Querschnittsbildes (Versuch  $(110)[\bar{1}10]$ -N,  $n_{1000}$ ) dargestellt. Zentrale Schritte sind eine Kantenerkennung zum Finden von Korngrenzen-Pixeln anhand der Grauwerte der einzelnen Bildpixel nach dem Canny-Verfahren [217], morphologische Dilatation und Skelettierung (vgl. z.B. [218]) zum Schließen von Lücken im so gefundenen Pixel-Netzwerk sowie eine anschließende Umwandlung des optimierten Netzwerkes in einen Graphen mit Hilfe der MATLAB-Toolbox *Image Graphs* [219]. Dies erlaubt durch Summation aller Graph-Kantenlängen pro Versuch und Übergleitungszahl das Abschätzen der Gesamtlänge neugebildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  im initial einkristallinen Gefüge innerhalb eines betrachteten Bildausschnitts konstanter Größe.



**Abbildung 3.4:** Quantifizierung Länge Korngrenzenetzwerk  $L_{KG}$  aus Querschnittsbildern (hier:  $(110)[\bar{1}10]$ -N,  $n_{1000}$ ). **a:** Querschnittsbild: Zuschneiden, strecken, schärfen. **b:** Ausschnitt (schwarzer Rahmen in a) Korngrenzen-Pixel (rot) und Vorhangeffekt-Pixel (Artefakte, grün) nach Canny-Kantenerkennung und Vorhangeffekt-Erkennung mit Hough-Transformation. **c:** Ausschnitt Korngrenzen-Netzwerk nach morphologischer Dilatation und Skelettierung. Daraus Errechnung von  $L_{KG}$  mittels Bild-Graphen [219].

Pro Querschnitt wurden fünf Sekundärelektronen-Bilder mit einer sog. horizontalen Feldbreite (engl. *horizontal field width*) von  $11,8 \mu\text{m}$  ausgewertet und die Ergebnisse gemittelt. Jedes Bild bildet die Mikrostruktur unter Berücksichtigung der angesprochenen Bildverkipfung von  $38^\circ$  dabei auf einer realen Fläche von knapp  $12 \mu\text{m}$  (Breite) auf  $10 \mu\text{m}$  (Tiefe) ab. Im Rahmen der Auswertung wurde außerdem die Auswirkung von durch die FIB-Präparation eingebrachten, linienförmig vertikal verlaufenden Artefakten (sog. Vorhangeffekt, engl. *curtain effect*) abgemildert. Hierzu wurden möglichst viele, fälschlicherweise als Korngrenzen erkannte Vorhangeffekt-Pixel

mit Hilfe einer Hough-Transformation [220] zum Erkennen gerader Linien automatisch entfernt. Weitere Details sowie eine Diskussion möglicher Unsicherheitsfaktoren befinden sich in Anhang A.2 sowie in Absch. 5.2.1.

### 3.3.2 Messung der kristallographischen Orientierung

#### Elektronenrückstreubeugung (EBSD)

Wie in [152] detailliert beschrieben, wurde die kristallographische Orientierung des Kupfer-Kristallgitters im Bereich der Reibspuren mittels EBSD gemessen: Für alle Bikristall-Versuche nahe der Korngrenze, im Fall der Einkristall-Versuche in der Mitte des jeweiligen Bereiches mit einer Übergleitung - die starke Verformung des Kupfergefüges und damit einhergehende Verzerrung der Kikuchi-Beugungsmuster verhinderte eine sinnvolle Messung der Bereiche mit 100 oder 1000 Übergleitungen. EBSD ist seit ungefähr drei bis vier Jahrzehnten als Standardmethode zur ortsaufgelösten Orientierungsmessung an kristallinen Materialien etabliert und z.B. in [221, 222] umfassend beschrieben. Die Kenntnis der lokalen Kristallorientierung und insbesondere deren Änderungen bezüglich einer bekannten Referenzorientierung erlauben eine detaillierte Analyse tribologisch induzierter Verformungsmechanismen, siehe z.B. [10, 149, 152, 153].

Alle in dieser Arbeit dargestellten Messungen kristallographischer Orientierung wurden mit Hilfe eines EBSD-Detektors Typ *Quantax eFlash HD* (Bruker Nano Analytics, Berlin, Deutschland) durchgeführt. Für die EBSD-Messungen wurde das Elektronenmikroskop bei 20 kV und 13 nA betrieben. Die Proben wurden dabei auf einem Halter montiert, der eine Kippung der Probenoberfläche von 70° bezüglich des (ungekippten) Mikroskop-Probentisches bewirkt, um einen idealen Abnahmewinkel bezüglich des näherungsweise vertikal ausgerichteten Phosphorschirmes zu gewährleisten. Dabei wurde eine Schrittweite von 0,45 µm (Bikristall-Versuche mit niedriger Laststufe) bzw. 0,9 µm (Rest) mit einer Detektorauflösung von 160 × 120 px<sup>2</sup> und einer Expositionszeit von 7 ms pro Pixel gewählt. Die Indizierung der Kikuchi-Linien erfolgte in *Esprit 2.2* (Bruker) mit Hilfe eines Standardvorgehens auf Basis der Hough-Transformation (beschrieben z.B. bei [223–225]), wobei eine maximale Winkelabweichung zur theoretischen Orientierung (*MAD*, engl. *mean angular deviation*) von 2,0° und mindestens sechs erkannten Kikuchi-Linien vorausgesetzt wurden, um einen Messpunkt als indiziert zu klassifizieren [152].

### Transmissions-Kikuchi-Beugung (TKD)

An ausgewählten TEM-Lamellen wurde sog. Transmissions-Kikuchi-Beugung (TKD, engl. *transmission Kikuchi diffraction*) zur Bestimmung der Orientierung mit gegenüber EBSD um ca. vier- bis zehnfach höheren, räumlichen Auflösung durchgeführt, was die Messung stark verformter Bereiche (also auch nach 100 oder 1000 Übergleitungen) ermöglichte (siehe z.B. [226]). Hierbei wurde eine sog. *on-axis*-Messkonfiguration verwendet [227], wobei der Phosphorschirm des für die TKD-Messungen eingesetzten Bruker *Optimus*-Messkopfes (näherungsweise) orthogonal zum einfallenden Elektronenstrahl unter der zu messenden Probe positioniert wurde (vgl. Abb. A.2 im Anhang). Hierfür wurde ein spezieller Probenhalter konstruiert und eingesetzt, der ebenfalls in Abb. A.2 dargestellt ist.

Als Strahlparameter wurden 30 kV und 0,8 nA verwendet und die Messungen mit einer Schrittweite von 5 nm bei zu EBSD identischer Detektorauflösung und Belichtungszeit durchgeführt. Die Hough-basierte Indizierung fand ebenfalls in *Esprit 2.2* statt, wobei hier ebenfalls eine Mindestanzahl von sechs indizierten Kikuchi-Linien bei  $MAD \leq 2,0^\circ$  vorausgesetzt wurde. Prozessbedingte Verkippen der Probenoberfläche in den TEM-Lamellen der horizontalen Bildkante wurden mit Hilfe der Strahlrotation (Betrag  $\leq 3,0^\circ$ , vgl. Absch. 3.3.1) ausgeglichen. Dies wurde bei der Auswertung berücksichtigt.

### Auswertungsmethodik

Sämtliche Messungen kristallographischer Orientierung wurden für die Weiterverarbeitung in sog. *ctf*-Dateien (engl. *channel text file*) exportiert und in MATLAB mit Hilfe von selbst geschriebenen Klassen und Skripten<sup>1</sup> unter Zuhilfenahme der freien MATLAB-Toolbox *MTEX 5.6.1* analysiert und visualisiert [228].

Die EBSD-Messungen wurden nach dem Import durch eine Rotation des gesamten Datensatzes so ausgerichtet, dass die Gleitrichtung SD mit der horizontalen Bildkante zusammenfiel. Bei den TKD-Messungen wurde die im vorhergegangenen Abschnitt angesprochene Strahlrotation korrigiert, indem eine der Strahlrotation entgegengesetzte Rotation des räumlichen Koordinatensystems, nicht aber der Orientierungen (d.h. Euler-Winkel, vgl. z.B. [45]) vorgenommen wurde<sup>2</sup>. Die Segmentierung von Orientierungsdaten in verschiedene Bereiche (z.B. innerhalb und

1 Zentraler Quellcode (MATLAB, LabVIEW (vgl. Absch. 3.2.1) und LabTalk (vgl. Absch. 3.4) ist am IAM-ZM hinterlegt, (externer) Zugang auf Anfrage beim Autor.

2 Die Strahlrotation ändert die Richtung, unter der das Messgebiet auf der Probe durch den Elektronenstrahl abgerastert wird, und damit das räumliche Probenkoordinatensystem, nicht aber die Beugungsbedingungen (da Probe orthogonal zum Strahl, sowohl Probe als auch Detektor stationär). Dies wurde experimentell überprüft.

außerhalb einer tribologischen Reibspur) wurde durch eine Kombination des *MTEX*-Algorithmus zur Korn-Segmentierung ([229], hier: Missorientierungs-Schwellwert von  $1,25^\circ$ ) mit manuell definierten Polygonen erreicht [152].

### Gleitstufen und Gleitsysteme

Durch Versetzungsbewegung können an der Oberfläche plastisch verformter, kristalliner Materialien Gleitstufen entstehen; so auch auf den tribologisch belasteten Kupferproben (vgl. Absch. 4.3.1). Unter Kenntnis der kristallographischen Orientierung des Kristallgitters kann aus der räumlichen Ausrichtung der Gleitstufen darauf zurückgeschlossen werden, auf welchen Gleitebenen Versetzungsbewegung stattgefunden hat. Hierbei ist zu beachten, dass sich aus oberflächlichen Gleitstufen (im Allgemeinen) nur die  $\{111\}$ -Gleitebene, nicht jedoch das konkrete Gleitsystem bestimmen lässt, da auf jeder  $\{111\}$ -Ebene bis zu drei  $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtungen in Frage kommen (vgl. Absch. 2.1.2).

Um Gleitstufen sinnvoll versuchsübergreifend miteinander in Bezug setzen zu können, ist eine einheitliche Konvention für die Bezeichnung von Gleitebenen nötig. Hintergrund ist, dass mittels EBSD experimentell bestimmte Kristallorientierungen immer die hohe  $Fm\bar{3}m$ -Kristallsymmetrie des Kupfergitters besitzen (vgl. Absch. 2.1.2), sich also in der Messung die verschiedenen  $\{111\}$ -Ebenen und  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen nicht unterscheiden lassen (vgl. z.B. [221, S. 38]). Für die Identifizierung von Gleitstufen werden folglich bei den Einkristall-Versuchen die theoretischen Orientierungen verwendet (vgl. Tab. 3.2). Im Falle der Bikristall-Versuche muss in Ermangelung theoretischer Orientierungen auf die per EBSD gemessene Orientierungen zurückgegriffen werden. In allen Fällen werden stets die vier Gleitebenen  $(111)$ ,  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ ,  $(\bar{1}\bar{1}1)$  und  $(\bar{1}1\bar{1})$  (kurz: GE1–GE4) betrachtet. Bei Visualisierungen werden diese in blau, rot, gelb und grün dargestellt. Sämtliche Berechnungen zur räumlichen Ausrichtung der Gleitebenen bei gegebener Kristallorientierung wurden mit *MTEX* durchgeführt. Sind darüber hinaus konkrete Gleitsysteme von Interesse, kommt die Konvention in Tab. 3.3 zum Einsatz.

**Tabelle 3.3:** Konvention für die Bezeichnung von Gleitebenen, -richtungen und -systemen (vgl. [58, S. 319][230]). Bei der Referenzierung von Gleitsystemen werden  $\pm b$  i.A. nicht explizit unterschieden.

Gleitebene $n$	Gleitrichtungen $b$	Gleitsysteme GS
GE1: $(111)$	$[\bar{1}01] / [01\bar{1}] / [\bar{1}10]$	1 / 2 / 3
GE2: $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$[110] / [101] / [01\bar{1}]$	4 / 5 / 6
GE3: $(\bar{1}\bar{1}1)$	$[110] / [\bar{1}01] / [011]$	7 / 8 / 9
GE4: $(\bar{1}1\bar{1})$	$[011] / [\bar{1}10] / [101]$	10 / 11 / 12

### 3.4 Profilometrische Charakterisierung der plastischen Verformung

Neben mikrostrukturellen Veränderungen bewirkt eine tribologische Belastung duktiler Metalle auch makroskopisch betrachtet eine plastische Verformung. Die topographische Ausformung der Reibspur kann insbesondere bei bekannter Kristallorientierung wichtige Hinweise zum Verständnis ablaufender Verformungsmechanismen und Reibung ermöglichen (vgl. Absch. 2.2).

#### 3D-Profilometrie und Rauheitsmessung

Die Topographie- und Rauheitsmessungen fanden mit Hilfe eines optischen 3D-Profilometers Typ *PLu neox* (Sensofar, Barcelona, Spanien) im interferometrischen Messmodus (VSI, engl. *vertical shift image*) und Objektiv *DI 10X-N* (Messfenster  $1,27 \times 0,95 \text{ mm}^2$ ) statt. Vor der Berechnung der Rauheiten wurde eine Ausgleichsebene abgezogen, beides im Messprogramm *SensoSCAN neox 3.5.1*.

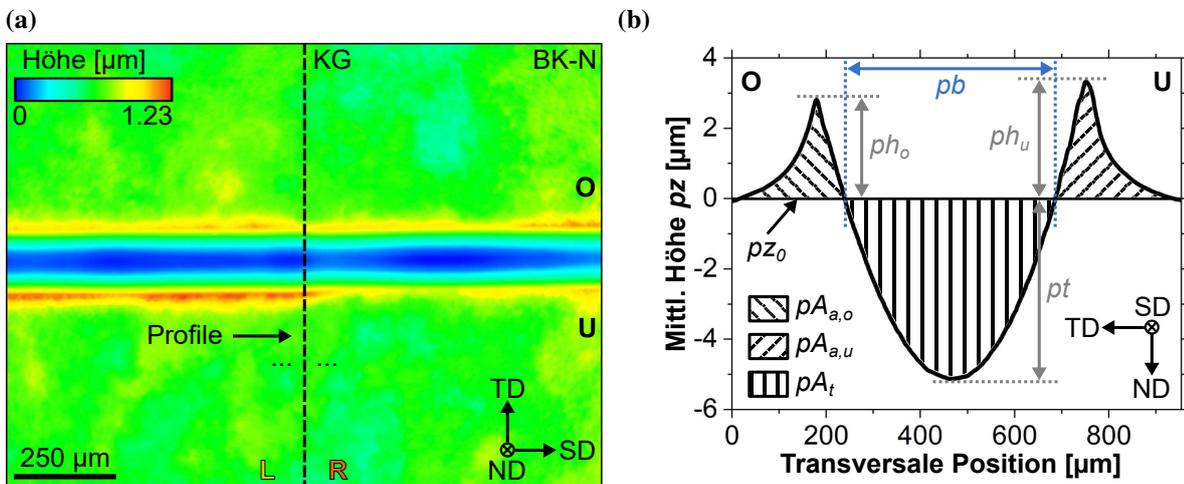
Die Charakterisierung der plastischen Verformung der Reibspuren wurde durch weitere, analoge Messungen vorgenommen. Diese fanden parallel zur Gleitrichtung statt, bei den Einkristallen jeweils in der Mitte der Bereiche mit gleicher Übergleitzahl, bei den Bikristall-Versuchen an den Stellen, an denen die Reibspuren die Korngrenze überquerten. Am Bikristall wurden zusätzliche Messungen mit höherer Vergrößerung vorgenommen (Objektiv *DI 50X-N*, Messbereich  $0,255 \times 0,191 \text{ mm}^2$ ). Die Messauflösung betrug unabhängig vom Objektiv stets  $768 \times 576 \text{ px}^2$ .

#### Auswertung und Definition profilometrischer Kenngrößen

Alle in dieser Arbeit dargestellten, profilometrischen Messungen wurden mit Hilfe des quelloffenen Programms *Gwyddion 2.56* visualisiert [231].

Wie in Abb. 3.5 skizziert, wurden die Messungen zur Charakterisierung der Verformung außerdem mit Hilfe eines speziell für diese Aufgabe programmierten MATLAB-Werkzeuges (*Automated Profilometry Data Analyzer*, D. Rodriguez und C. Haug) automatisch ausgewertet und abgeleitete Daten mit OriginPro visualisiert. Hierbei wurden die Messungen nach dem Import durch die Subtraktion einer Ausgleichsebene  $pE_0$  nivelliert, welche unter Verwendung ausschließlich der Messbereiche außerhalb der Reibspur (manuell maskiert) angepasst wurde. Anschließend wurde an jedem der 768 Pixel in Gleitrichtung automatisch ein Profil in vertikaler Richtung extrahiert, also orthogonal zur Gleitrichtung (Blickrichtung entsprechend Pfeil in Abb. 3.5a). Im Fall der Bikristall-Versuche wurden zwei mittlere Profile aus den 384 sich jeweils links / rechts der näherungsweise in der Mitte des Messbereiches gelegenen Korngrenze

befindlichen Profile berechnet (L, linkes Korn und R, rechtes Korn in Abb. 3.5a). Dies erlaubt eine separate Betrachtung der plastischen Deformation und Reibspurtopographie im linken und rechten Korn. Bei den Einkristall-Versuchen entfällt diese Unterscheidung, weshalb durch Mittlung aller 768 Profile nur ein mittleres Profil je Messbereich erzeugt wurde. Für die werkstoffmechanische Analyse der Ergebnisse ist es wichtig, versuchsübergreifend und eindeutig die beiden Seiten einer Reibspur in Bezug auf die Gleitrichtung zu unterscheiden. Deshalb werden in dieser Arbeit, wie in Abb. 3.5a mit den Buchstaben O und U markiert, allgemeingültig obere und untere Seite aller Reibspuren als bezüglich der Reibspurmitten in +TD und -TD liegend definiert. Dies gilt auch für Versuch BK-NI mit Gleitbewegung in -SD.



**Abbildung 3.5:** Automatische Profilometrieauswertung: Die Extraktion von Profilen erfolgt entlang der Blickrichtung des in **a** dargestellten Pfeils, hier am Beispiel von Bikristall-Versuch BK-N (adaptiert von [152]). **b:** Mittleres Profil mit wichtigen Kenngrößen am Beispiel von Einkristall-Versuch (110)[001]-H ( $n = 1000$ ), siehe Text.

Die mittleren Profile erlauben die Berechnung charakteristischer Profilparameter zur Beschreibung der plastischen Verformung. Diese Kenngrößen sind am Beispiel des zu Einkristall-Versuch (110)[001]-H ( $n = 1000$ ) gehörenden Profils in Abb. 3.5b exemplarisch dargestellt. Die Ordinate  $pz$  bezieht sich auf die nach Abzug von  $pE_0$  näherungsweise bei  $pz = pz_0 = 0 \mu\text{m}$  befindliche, ursprüngliche Probenoberfläche vor der tribologischen Belastung.  $pz_0$  stellt somit einen zentralen Bezug dar, der eine Unterscheidung von Profilmereichen oberhalb und unterhalb der ursprünglichen Probenoberfläche erlaubt. Diese Bereiche werden im Folgenden als Aufwurf (Kürzel a) und Tal (Kürzel t) bezeichnet.

Die Längenmaße  $ph_o$ ,  $ph_u$  und  $pt$  in Abb. 3.5b bezeichnen die Höhe des oberen und unteren Aufwurfs sowie die betragsmäßige Tiefe der Reibspur. Hieraus lässt sich die mittlere Aufwurfhöhe  $ph = \frac{ph_o + ph_u}{2}$  berechnen. Die Breite der Spur wird mit  $pb$  bezeichnet. Werkstoffmechanisch

sind die mit der Verdrängung des Materials während der Verformung zusammenhängenden Querschnittsflächen der mittleren Profile relevant. Die Aufwurffläche  $pA_a$  setzt sich aus den oberen und unteren Aufwurfflächen  $pA_{a,o}$  und  $pA_{a,u}$  zusammen, welche durch Integration aller Profianteile mit  $pz > 0$  links und rechts der Profilmitte (am Minimum von  $pz$ ) bestimmt wurden. Die für die Reibung durch Pflügen (vgl. Absch. 5.2.1) bedeutsame Talfläche  $pA_t$  bezeichnet den Betrag nach Integration aller Profilbereiche mit  $pz < 0$ . Hieraus folgt schließlich die gesamte Profil-Querschnittsfläche  $pA_{tot} = pA_a + pA_t$ . Die Integration der Profildaten wurde in OriginPro unter Zuhilfenahme selbst geschriebener *LabTalk*-Skripte automatisiert durchgeführt.

## 4 Ergebnisse

Sämtliche Ergebnisse werden in diesem Kapitel systematisch vor dem Hintergrund der übergeordneten Frage nach dem Einfluss von Kristallorientierung und Kontaktbedingungen (Laststufe, d.h. Zusammenspiel aus Saphirkugeldurchmesser  $d_K$  und Normallast  $F_N$ , vgl. Absch. 3.2.2) auf Reibung (Absch. 4.1), Reibspurtopographie (Absch. 4.2) und Mikrostrukturentwicklung (Absch. 4.3) dargestellt. Kristallorientierung meint hier die mit Gleit- und Normalenrichtung SD und ND zusammenfallenden, kristallographischen Richtungen der Kupferproben. Da im Rahmen dieser Arbeit die Entwicklung der untersuchten Größen in Abhängigkeit von einer zunehmenden Anzahl Übergleitungen  $n$  von besonderem Interesse ist, wird innerhalb der einzelnen Abschnitte vielfach weiter in ein Frühstadium ( $n \leq 10$ , primär - aber nicht ausschließlich - unter Rückgriff auf die Bikristall-Versuche) und die langfristige Entwicklung ( $n = 1 - 1000$ , Einkristall-Versuche) differenziert.

### 4.1 Reibung

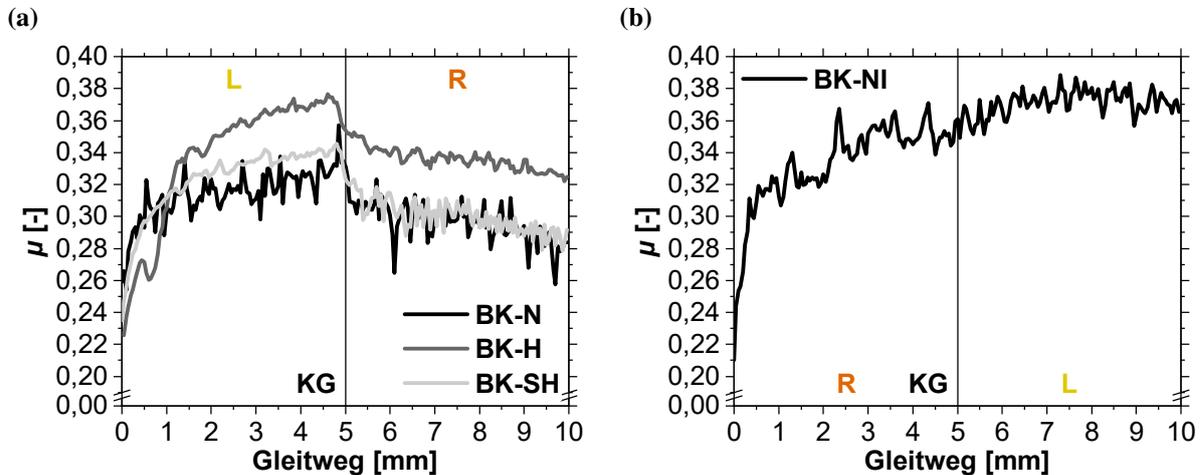
#### 4.1.1 Frühstadium: Reibung im Bereich der Korngrenze

Eine wichtige Besonderheit der Bikristall-Versuche ist es, dass sie eine Analyse des Einflusses der Kristallorientierung auf die Reibung im linken und rechten Korn innerhalb jedes einzelnen Versuches erlauben. Durch die gezielte Parameter-Variation (vgl. Tab. 3.2 in Absch. 3.2.2) ermöglichen sie außerdem Rückschlüsse auf die Zusammenhänge zwischen Laststufe und Reibung, Gleitrichtung und Reibung sowie der Reibungsentwicklung bei bis zu zehnfacher, unidirektionaler Übergleitung. Dies erlaubt einen umfassenden Blick auf die Reibungsanisotropie im Frühstadium tribologischer Kontakte. Ein Teil der Ergebnisse findet sich auch in Haug et al. [152].

#### **Einfluss von Kontaktbedingungen und Gleitrichtung bei einzelner Übergleitung**

Abb. 4.1 zeigt den Einfluss von Laststufe und Gleitrichtung auf die Reibung bei Einfachübergleitung ( $n = 1$ , vgl. [152]). Dabei ist der Reibungskoeffizient  $\mu$  über dem Gleitweg aufgetragen, wobei die Korngrenze in jedem Versuch nach ca. 5 mm überquert wurde (vertikale Linie). Bei

den Versuchen BK-N, BK-H und BK-SH in Abb. 4.1a erfolgte die Gleitbewegung vom linken (L) in das rechte Korn (R), bei Versuch BK-NI in Abb. 4.1b in umgekehrter Richtung (Bezeichnung von Laststufen und Versuchen nach Tab. 3.2).



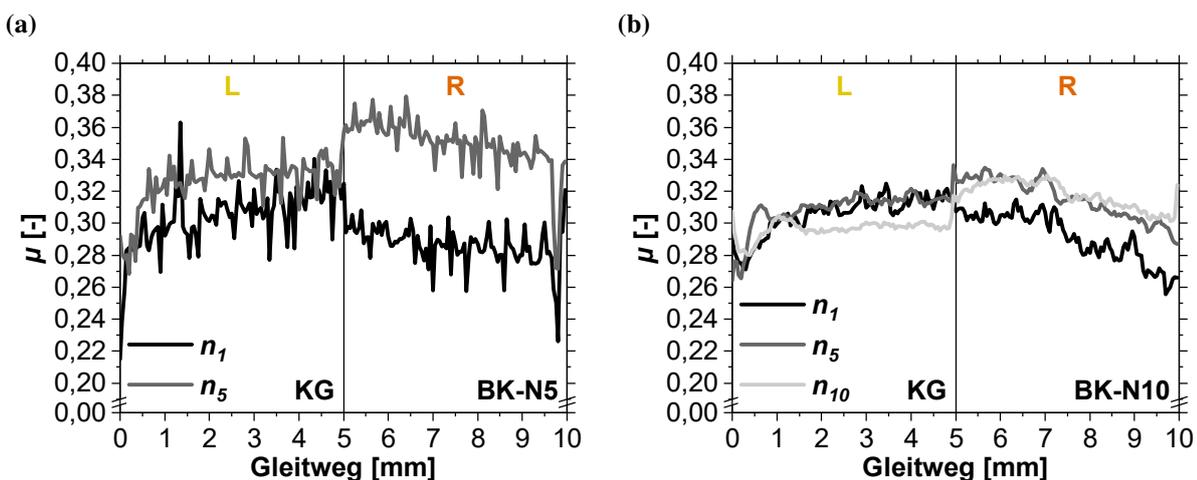
**Abbildung 4.1:** Reibungskoeffizient  $\mu$  in Abhängigkeit vom Gleitweg für Bikristall-Versuche mit verschiedener Laststufe (links: BK-N, BK-H und BK-SH mit niedriger (N), hoher (H) und sehr hoher (SH) Laststufe) und Gleitrichtung (rechts: BK-NI). Die Korngrenze (KG) zwischen linkem (L) und rechtem Korn (R) liegt bei ca. 5 mm (vertikale Linie). Adaptiert von [152].

Der Reibungsverlauf ist bei allen Versuchen ohne Gleitrichtungsumkehr qualitativ gleichartig: Im linken Korn steigt der Reibungskoeffizient kontinuierlich an, zeigt im Bereich der Korngrenze einen abrupten Abfall von ca. 0,02 – 0,05 und fällt im rechten Korn leicht ab, wobei Versuch BK-H um ca. 0,02 größere Reibungskoeffizienten als Versuche BK-N und BK-SH aufweist. Bei Versuch BK-NI steigt der Reibungskoeffizient ohne Sprung an der Korngrenze kontinuierlich an. Mit Ausnahme von Versuch BK-H ist der mittlere Reibungskoeffizient im linken Korn (gemittelt im Bereich L) bei allen in Abb. 4.1 dargestellten Versuchen systematisch um ca. 0,01 – 0,04 größer als im rechten Korn (Bereich R), mit Absolutwerten im Bereich von ca. 0,30 – 0,37. Versuch BK-H zeigt im Mittel in beiden Körnern  $\mu$ -Werte von ca. 0,34, was jedoch dem ausgeprägten Anstieg im linken Korn geschuldet ist. Im Bereich ca.  $\pm 3$  mm um die Korngrenze ist auch hier  $\mu$  im linken Korn größer als im rechten Korn.

Kein Reibungsverlauf weist beim Überqueren der Korngrenze eine ausgeprägte Reibungsspitze auf, die über die allgemeine Schwankungsbreite im sonstigen Verlauf der  $\mu$ -Werte hinausgeht. Die Amplitude dieser Schwankungen ist bei den Versuchen mit Laststufen hoher Normallast (hohe und sehr hohe Laststufe) geringer als bei niedriger Laststufe und Normallast.

### Mehrfache unidirektionale Übergleitung

Die beiden Versuche BK-N5 und BK-N10 mit insgesamt je fünf und zehn unidirektionalen Übergleitungen erlauben Rückschlüsse auf die Entwicklung der Reibung bei Mehrfachübergleitung im Frühstadium. Sie wurden mit im Vergleich zu Versuch BK-N ansonsten unveränderten Parametern durchgeführt. Abb. 4.2 zeigt die Reibungskoeffizienten bei den Übergleitungen  $n_1$  und  $n_5$  (BK-N5) bzw.  $n_1$ ,  $n_5$  und  $n_{10}$  (BK-N10). Während die erste Übergleitung (schwarze Kurve) beide Male sowohl qualitativ als auch quantitativ sehr gut mit Versuch BK-N in Abb. 4.1a übereinstimmt, stellen sich die Reibungsverhältnisse während der fünften Übergleitung (graue Kurve) genau umgekehrt dar: In beiden Versuchen tritt in  $n_5$  im Bereich der Korngrenze ein abrupter Anstieg des Reibungskoeffizienten von ca. 0,02 – 0,04 auf. Auch der mittlere Reibungskoeffizient ist dabei im rechten Korn um ca. 0,01 – 0,02 größer als im linken Korn - genau andersherum als in  $n_1$  sowie den Versuchen mit Einzelübergleitung in Abb. 4.1.



**Abbildung 4.2:** Wie Abb. 4.1, aber für Bikristall-Versuche BK-N5 (links) und BK-N10 (rechts) mit fünf bzw. zehn Übergleitungen. Dargestellt ist die Reibung während der angegebenen Übergleitungen  $n_i$ .

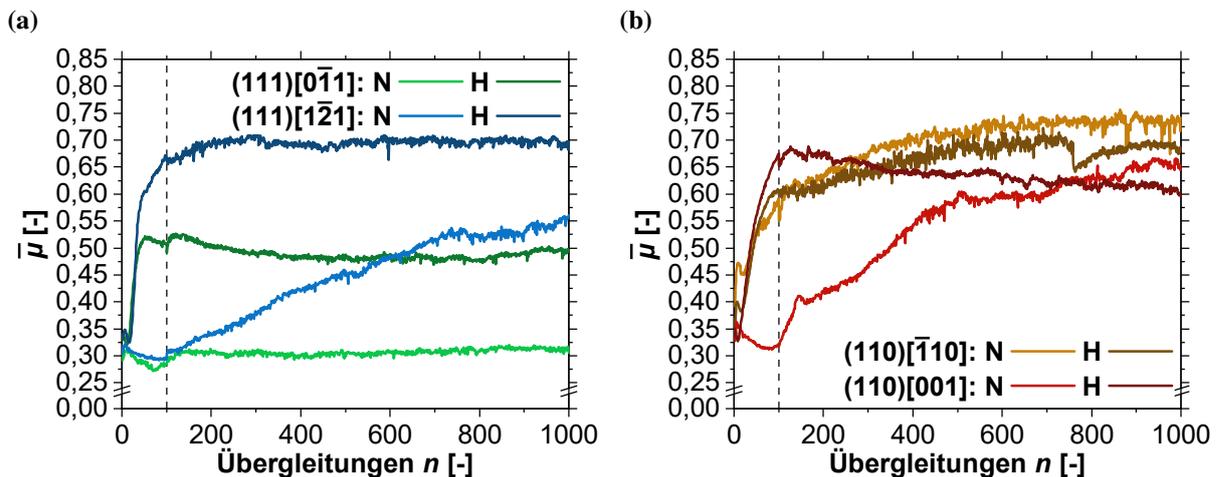
Dieses Bild bleibt in Versuch BK-N10 auch nach zehn Übergleitungen (hellgraue Kurve in Abb. 4.2b) erhalten. Auffällig ist, dass sich in Versuch BK-N5 der  $n_5$ -Reibungskoeffizient in beiden Körnern absolut erhöht hat, insbesondere also auch im linken Korn. In Versuch BK-N10 ist dies nicht der Fall: Während sich der mittlere Reibungskoeffizient im linken Korn während der fünften Übergleitung mit 0,31 zahlenmäßig nicht gegenüber  $n_1$  erhöht hat, ist dieser während  $n_{10}$  mit 0,30 sogar etwas niedriger. Dies hängt (rechnerisch) mit dem Ausbleiben des Anstiegs entlang des Gleitweges ab ca. 1,5 mm zusammen. Zusammengenommen unterscheiden sich Reibung und Reibungsentwicklung im linken und rechten Bikristall-Korn also systematisch.

### 4.1.2 Langfristige Reibungsentwicklung

Die Einkristall-Versuche mit je 1000 unidirektionalen Übergleitungen ermöglichen über das Frühstadium hinaus eine Analyse der langfristigen, orientierungsabhängigen Entwicklung der Reibungsverhältnisse. Hierbei werden für jede der vier Einkristall-Orientierungen außerdem systematisch sowohl niedrige als auch hohe Laststufe betrachtet (vgl. Tab. 3.2 in Absch. 3.2.2). Abb. 4.3 zeigt den Verlauf der mittleren Reibungskoeffizienten  $\bar{\mu}$  (vgl. Absch. 3.2.2) je Übergleitung  $n$ . Dabei sind in Abb. 4.3a die vier Einkristall-Versuche mit (111)-Normalenorientierung dargestellt, in Abb. 4.3b jene auf dem (110)-Einkristall.

Zur übersichtlichen Zuordnung wird in Abb. 4.3 und ähnlichen, vergleichenden Darstellungen stets ein konsistentes Farbschema für die Einkristall-Versuche verwendet: Grün und Blau sind den Orientierungen (111)[0 $\bar{1}$ 1] und (111)[1 $\bar{2}$ 1] zugeordnet, Braun und Rot wiederum (110)[ $\bar{1}$ 10] und (110)[001]. Für die niedrige Laststufe kommt dabei jeweils eine hellere, für die hohe eine dunklere Variante der Farbtöne zum Einsatz.

Besondere Bedeutung besitzen die Übergleitungen  $n_1$  (fast ganz links),  $n_{100}$  (gestrichelte, vertikale Linie) und  $n_{1000}$  (ganz rechts): Sie entsprechen den drei Versuchsbereichen (siehe Absch. 3.2.2) die detailliert profilometrisch (Absch. 4.2) und elektronenmikroskopisch (Absch. 4.3) untersucht wurden.



**Abbildung 4.3:** Mittlere Reibungskoeffizienten  $\bar{\mu}$  je Übergleitung der Versuche auf Einkristallen mit (111)- (links) und (110)-Normalenorientierung (rechts) bei Versuchen niedriger (N) und hoher (H) Laststufe. Vertikale Linie markiert Übergleitung  $n_{100}$ .

#### Systematik der $\bar{\mu}$ -Verläufe

Im Verlauf der Reibungskoeffizienten aller acht Versuche lassen sich drei übereinstimmende Charakteristika identifizieren. Erstens ist innerhalb der ersten ca. 10 – 20 Übergleitungen stets ein

wellenförmiger Verlauf mit lokalen Maxima und / oder lokalen Minima innerhalb einer geringen Schwankungsbreite von ca. 0,025 – 0,05 erkennbar, bevor sich im weiteren Versuchsverlauf größere Änderungen von  $\bar{\mu}$  zeigen. Zweitens ist bei  $n_{100}$  aufgrund des sich ändernden Gleitweges pro Übergleitung vielfach ein kleiner Sprung im Verlauf zu erkennen, ohne dass sich dabei jedoch der makroskopische Verlauf grundlegend ändert oder sich eine Diskontinuität einstellt - insbesondere bleibt die lokale Änderungsrate annähernd konstant<sup>1</sup>. Drittens existiert in allen Versuchen ab spätestens ungefähr  $n_{750}$  ein Bereich mit näherungsweise konstantem  $\bar{\mu}$ , also lokaler Änderungsrate nahe Null. In Anlehnung an die englische Bezeichnung *steady-state* wird dieser Bereich im Folgenden phänomenologisch als *Gleichgewichtszustand* bezeichnet. Lediglich in den Versuchen (111)[ $\bar{1}\bar{2}1$ ]-N und (110)[001]-N ist dort noch ein leichter Anstieg zu erkennen, allerdings mit verringerter Änderungsrate gegenüber dem vorherigen Versuchsverlauf.

Anhand der Entwicklung der Änderungsrate lassen sich die acht Versuche ferner in zwei grundlegende Typen von  $\bar{\mu}$ -Verläufen einteilen. Typ 1 umfasst (111)[ $0\bar{1}1$ ]-N, (111)[ $\bar{1}\bar{2}1$ ]-N und (110)[001]-N und zeichnet sich durch einen kontinuierlichen oder ausbleibenden Anstieg von  $\bar{\mu}$  bis zum Erreichen des Gleichgewichtszustandes aus. Im Gegensatz hierzu weisen die Typ 2-Versuche (Rest) einen schnellen, starken  $\bar{\mu}$ -Anstieg innerhalb der ersten ungefähr 50 – 150 Übergleitungen an. Dieser Phase schließt sich ein weiterer Verlauf mit stark verringerter, positiver Änderungsrate und vergleichsweise frühem Erreichen des Gleichgewichtszustandes an. Dies bedeutet mit Blick auf die Reibungsentwicklung insbesondere auch, dass bei Typ 1-Versuchen nur geringe, bei Typ 2 hingegen große Unterschiede zwischen  $\bar{\mu}$  bei  $n_{100}$  und  $n_{1000}$  vorliegen. Insgesamt bewegen sich die  $\bar{\mu}$ -Werte der Versuche im Bereich von ca. 0,3 – 0,75, wobei Maximalwerte im Allgemeinen im Gleichgewichtszustand erreicht werden (Ausnahme: (110)[001]-H). Insgesamt weisen die Versuche (110)[ $\bar{1}10$ ]-H und (111)[ $\bar{1}\bar{2}1$ ]-H mit ca. 0,76 und 0,71 die höchsten Reibwerte der (111)- und (110)-Versuche auf.

### **Laststufe, Einkristall-Orientierung und Streuung**

Hinsichtlich eines systematischen Einflusses der Laststufe ist auffällig, dass ausnahmslos alle Versuche mit hoher Laststufe Typ 2-Verhalten zeigen, jedoch nur Versuch (110)[ $\bar{1}10$ ]-N mit niedriger. Auf dem (111)-Einkristall ist  $\bar{\mu}$  bei den Versuchen mit hoher Laststufe systematisch höher als bei ihren Pendants niedriger Laststufe.

<sup>1</sup> Wie Abb. A.3 im Anhang zeigt, führt das Abschneiden (Verwerfen) von Reibungsdaten an Beginn und Ende jeder Übergleitung vor der Mittelwertbildung (um mögliche Topographieeffekte wie Einsinken am Aufsetzpunkt oder Aufwurfbildung am Ende der drei Versuchsbereiche abzumildern) bezüglich des Übergangs um  $n_{100}$  zu keiner systematischen Glättung der Reibungsverläufe.

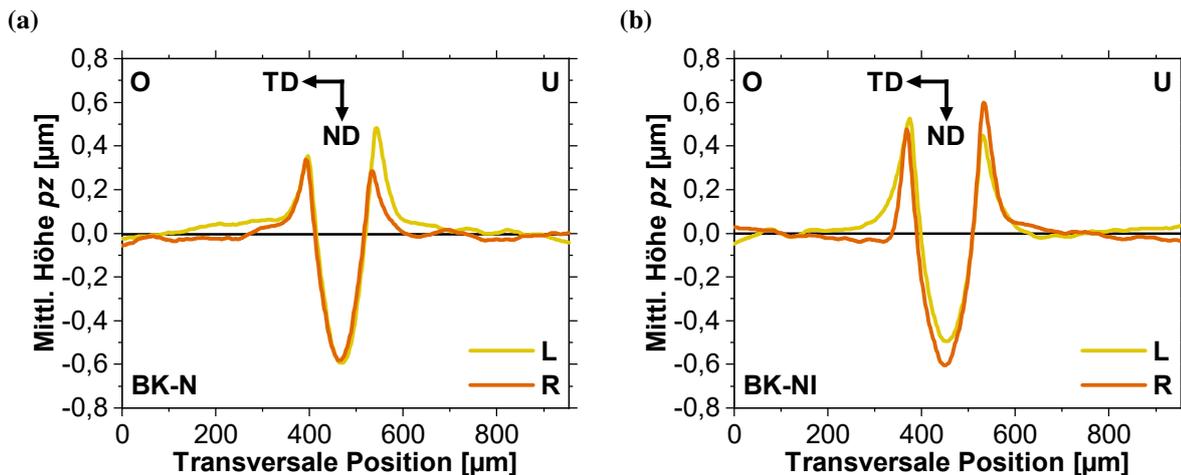
Mit Blick auf die Gleitrichtung ergibt sich für die Versuche auf dem (111)-Einkristall nach Abb. 4.3 ein eindeutiges Bild: Für beide Laststufen weisen die (111)[ $\bar{1}\bar{2}1$ ]-Versuche mit SD parallel zur Shockley-Partialversetzungsrichtung  $\langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle$  systematisch höhere  $\bar{\mu}$ -Werte als die (111)[ $0\bar{1}1$ ]-Versuche mit SD parallel zur Burgersvektor-Richtung  $\langle 110 \rangle$  auf - und zwar im gesamten Versuchsverlauf. Für die (110)-Versuche ist keine derartig eindeutige Systematik erkennbar. Bei Änderung der Einkristall-Normalenorientierung von (111) zu (110) unter Beibehaltung einer  $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtung wiederum zeigt Abb. 4.3, dass die mittleren Reibungskoeffizienten für die Orientierung (110)[ $\bar{1}10$ ] systematisch größer als für (111)[ $0\bar{1}1$ ] ausfallen (beide Laststufen). Neben  $\bar{\mu}$  ist die Standardabweichung  $SA_{\mu}$  der  $\mu$ -Werte je Übergleitung als Maß für die Streuung innerhalb der Übergleitungen von Interesse. Abb. A.4 im Anhang zeigt, dass  $SA_{\mu}$  bei einer Zunahme von  $\bar{\mu}$  systematisch ebenfalls ansteigt, und große  $\bar{\mu}$ -Werte im Mittel mit großen  $SA_{\mu}$ -Werten assoziiert sind (typische Werte im Gleichgewichtszustand:  $SA_{\mu} \approx \pm 0,025$  bis  $\pm 0,05$ ). Schließlich sind die ebenfalls aufgezeichneten Transversalkräfte  $F_T$  in Abb. A.5 im Anhang dargestellt, werden aber in dieser Arbeit nicht näher betrachtet (s. Bildunterschrift).

## 4.2 Reibspurtopographie

Die systematische, 3D-profilometrische Analyse der Reibspurtopographieausprägung in Abhängigkeit von Kristallorientierung und Laststufe erlaubt Rückschlüsse auf plastische Verformung und damit einhergehende, makroskopische Verdrängung von Kupfer durch die Saphirkugel (*Pflügen*) während der tribologischen Belastung.

### 4.2.1 Frühstadium: Reibspurtopographie im Bereich der Korngrenze

In Abb. 4.4 sind die mittleren Profile im linken und rechten Korn (L und R) nahe der Korngrenze für die Bikristall-Versuche BK-N und BK-NI (invertierte Gleitrichtung) nach nur einer Übergleitung dargestellt (SD zeigt in die Zeichenebene) [152]). Die Aufwurfhöhen  $ph_o$  und  $ph_u$  (vgl. Absch. 3.4) auf der oberen und unteren Seite der Spur (O und U) zeigen ein charakteristisches Muster: In Versuch BK-N (Abb. 4.4a) ist im linken Korn  $ph_u$  größer als  $ph_o$ , im rechten Korn jedoch  $ph_o$  größer als  $ph_u$ . Bei Umkehr der Gleitrichtung (BK-NI, Abb. 4.4b) kehrt sich auch dieser Befund in beiden Körnern genau um, dort ist also  $ph_o$  im linken Korn größer als  $ph_u$ , und so weiter.



**Abbildung 4.4:** Mittlere Profile der Bikristall-Reibspuren im Bereich des linken (L, gelb) und rechten Korn (R, orange) für Versuch BK-N (links) und BK-NI (rechts, invertierte Gleitrichtung). Adaptiert von [152].

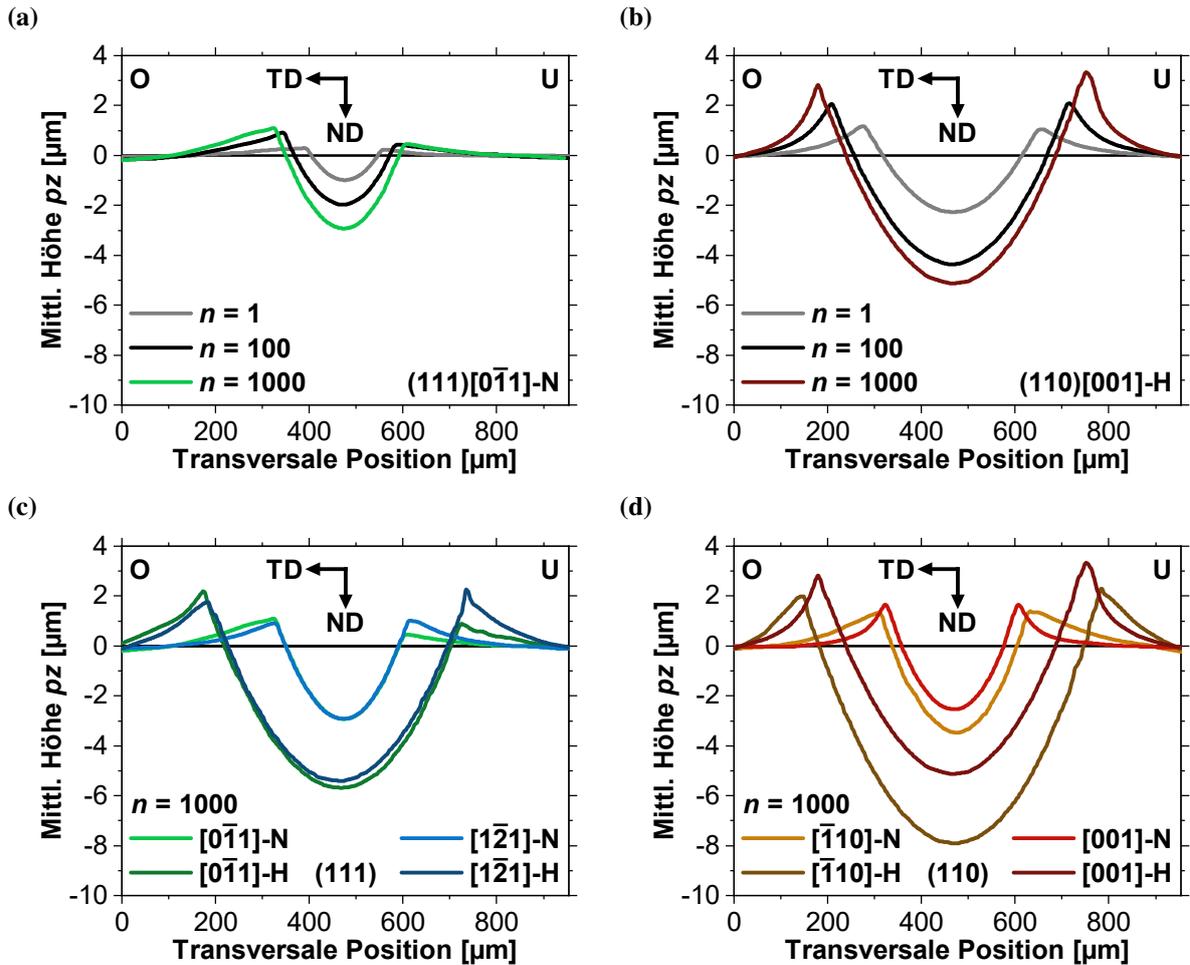
Im Fall der Versuche mit abweichender Laststufe (BK-H und BK-SH) sowie mehreren Übergleitungen (BK-N5 und BK-N10) zeigen die mittleren Profile (vgl. Abb. A.7 im Anhang) qualitativ das gleiche Muster wie bei BK-N, wobei die Spuren bei höherer Last oder mehr Übergleitungen insgesamt tiefer und breiter sind. Die Tiefe der Reibspur  $pt$  ist für die Versuche BK-N, BK-H und BK-SH in beiden Körnern näherungsweise gleich; in den übrigen Versuchen (also bei Inversion der Gleitrichtung und nach mehrfacher Übergleitung) ist sie im rechten Korn etwa 1,1 – 1,2 Mal so groß wie im linken Korn.

## 4.2.2 Langfristige Entwicklung der Reibspurtopographie

### Mittlere Reibspurprofile

Anders als im vorherigen Abschnitt wurden für die Einkristall-Versuche jeweils drei mittlere Profile bestimmt - in den Bereichen mit  $n = 1, 100$  und  $1000$ . Wie Abb. 4.5a+b beispielhaft für  $(111)[0\bar{1}1]$ -N und  $(110)[001]$ -H zeigt, ermöglicht dies eine Beurteilung der Reibspurtopographieentwicklung mit zunehmender Anzahl Übergleitungen. Im ersten Beispiel, Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -N, ist zu erkennen, dass die Höhe des Aufwurfs in allen drei Profilen auf der oberen Seite der Spur größer als auf der unteren Seite der Spur ist ( $ph_o > ph_u$ ). Während das Verhältnis  $\frac{ph_o}{ph_u}$  nach einer Übergleitung nur ca. 1,3 beträgt, bemisst es sich bei  $n = 1000$  auf fast 2,4 - ohne dass sich jedoch die grundsätzliche, charakteristische Form des Profils geändert hätte.

Bei Versuch  $(110)[001]$ -H (Abb. 4.5b) sind beide Aufwürfe deutlich spitzer als bei  $(111)[0\bar{1}1]$ -N, jedoch bei allen dargestellten Übergleitungszahlen ungefähr gleich hoch ( $\pm 20\%$ ).



**Abbildung 4.5:** Mittlere Einkristall-Reibspurprofile in Abhängigkeit von Übergleitungsanzahl  $n$  (oben,  $(111)[0\bar{1}1]-N$  und  $(110)[001]-H$ ) und Orientierung (unten,  $n = 1000$ ). Die Profile wurden transversal zentriert.

Auch für alle anderen Einkristall-Versuche lässt sich festhalten, dass die Reibspuren bei mehrfacher Übergleitung erwartungsgemäß breiter und tiefer wurden (sowie Aufwürfe wuchsen), die charakteristische Form der Profile jedoch erhalten blieb. Nach 1000 Übergleitungen waren Charakteristika wie ungleich hohe Aufwürfe, spitze Aufwürfe usw. jeweils am deutlichsten ausgeformt. Aufgrund dessen sind in Abb. 4.5c+d für eine systematische Betrachtung des Einflusses von Laststufe und Einkristall-Orientierung nur die Profile für  $n = 1000$  gegenübergestellt.

Dabei fällt auf, dass die mittleren Profile aller vier Versuchspaare gleicher Orientierung aber unterschiedlicher Laststufe eine qualitativ gleichartige Form aufweisen. Zwar sind die Profile der Versuche mit hoher Laststufe systematisch breiter und tiefer als jene mit niedriger, es lassen sich aber eben nur vier charakteristische Profilformen unterscheiden, die den Einkristall-Orientierungen zuzuordnen sind. Eine Änderung von niedriger zu hoher Laststufe wirkt sich somit also qualitativ ähnlich auf die Profilform aus, wie eine Erhöhung von  $n$ . Diese orientierungsabhängige Beobachtung charakteristischer Profilformen für beide Laststufen und unabhängig

von der Übergleitungsanzahl bekräftigt, dass der Nullabgleich (Subtraktion Ausgleichsebene, vgl. Abschn. 3.4) auch bei breiten Spuren (hohe Laststufe,  $n_{1000}$ ) hinreichend gut funktioniert (der Nullabgleich ist in diesen Fällen durch die bezüglich des Messbereichs große, transversale Spurausdehnung gegenüber schmalen Spuren - niedrige Laststufe, wenige Übergleitungen - stärker unsicherheitsbehaftet).

Im Gegensatz zur stark asymmetrischen  $(111)[0\bar{1}1]$ -Profilform mit  $\frac{ph_o}{ph_u} \approx 2,4$  weisen die  $(111)[1\bar{2}1]$ -Profile näherungsweise symmetrische Aufwürfe auf ( $\frac{ph_u}{ph_o} \approx 1,1 - 1,3$ ). Tiefe und Breite der beiden  $(111)$ -Orientierungen unterscheiden sich kaum (vgl. Abb. 4.5c).

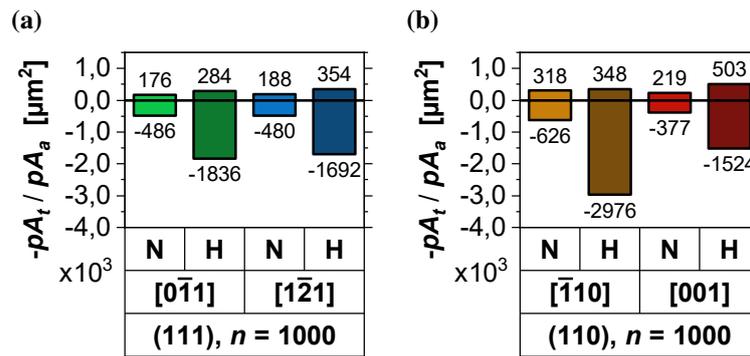
Bei den beiden  $(110)$ -Orientierungen verhält sich dies nach Abb. 4.5d anders: Zwar sind auch dort alle  $n_{1000}$ -Profile näherungsweise symmetrisch ( $\frac{ph_o}{ph_u}$  bzw.  $\frac{ph_u}{ph_o}$  kleiner als 1,2), die  $(110)[\bar{1}10]$ -Profile aber erheblich tiefer und breiter (um einen Faktor von ca. 1,1 - 1,2 bzw. 1,4 - 1,5) als jene für  $(110)[001]$ . Dabei sind die Aufwürfe bei letzterer Orientierung besonders hoch und spitzig ausgebildet. Insgesamt weist Versuch  $(110)[\bar{1}10]$ -H mit  $pt = 7,9\mu\text{m}$  und  $pb = 638\mu\text{m}$  bei  $n = 1000$  die tiefste und breiteste aller Reibspuren auf.

Die Profil-Asymmetrie im Fall  $(110)[\bar{1}10]$  verschwindet bei  $(110)[\bar{1}10]$ , der zweiten Orientierung mit SD parallel zu einer  $\langle 110 \rangle$ -Richtung (aber unterschiedlicher Gleitsystem-Anordnung, vgl. Abschn. 5.2.2), bei deutlicher  $pt$ -Zunahme um ungefähr einen Faktor 1,4.

### Flächen-Kenngrößen der mittleren Profile

Über die qualitative Betrachtung von Profilformen oder eindimensionaler Metriken wie Reibspurtiefe  $pt$  und -breite  $pb$  hinaus, erlaubt eine Analyse der Profil-Querschnittsflächen ein direktes in Bezug setzen der Reibspurtopographie mit weiteren bedeutsamen Messgrößen wie der Reibung (Pflügen, vgl. Abschn. 2.2 und 2.4). Entsprechend sind in Abb. 4.6 (inverse) Talfläche  $-pA_t$  und Aufwurfhöhe  $pA_a$  der  $(111)$ - und  $(110)$ -Profile nach 1000 Übergleitungen als zwei Säulen je Einkristall-Versuch dargestellt. Die Säulendiagramme zeigen, dass sich zentrale, für  $pt$  und die Aufwurfhöhen  $ph$  festgestellte Befunde auf die entsprechenden Flächenkenngrößen  $pA_t$  und  $pA_a$  übertragen lassen.

So führt erstens eine Änderung von niedriger zu hoher Laststufe bei gleicher Einkristall-Orientierung auch zu einer systematischen Vergrößerung beider Flächenparameter. Die Aufwurfhöhe  $pA_a$  steigt dabei mit einem Faktor von 1,1 - 2,3 im Mittel deutlich weniger stark als die Talfläche  $pA_t$  (Faktor 3,5 - 4,8). Für Orientierung  $(110)[\bar{1}10]$  ist dabei die Zunahme der Talfläche maximal, die Vergrößerung von  $pA_a$  jedoch minimal.



**Abbildung 4.6:** Profilometrische Flächen-Kenngrößen ( $pA_t$ : Talfläche,  $pA_a$ : Aufwurfffläche, vgl. Abschn. 3.4) der mittleren Reibspurprofile in Abb. 4.5c+d für die Einkristall-Versuche mit niedriger (N) und hoher (H) Laststufe nach 1000 Übergleitungen.

Vergleicht man die Parameter zweitens erneut für die verschiedenen Einkristall-Orientierungen, folgt erwartungsgemäß: Zwischen  $(111)[0\bar{1}1]$  und  $(111)[\bar{1}2\bar{1}]$  unterscheidet sich zwar die Aufwurfffläche signifikant - diese ist für  $(111)[0\bar{1}1]$  um bis zu 20 % kleiner - die Talfläche jedoch kaum (Unterschied  $< 8\%$ ). Demgegenüber verdoppelt sich  $pA_t$  von  $(110)[001]$ -H zu  $(110)[\bar{1}10]$ -H beinahe (Faktor 1,95). Auch sind beide Flächenkennwerte für Orientierung  $(110)[\bar{1}10]$  gegenüber  $(111)[0\bar{1}1]$  um bis zu 1,8-fach erhöht.

Zum Einfluss der Übergleitungszahl auf  $pA_a$  und  $pA_t$  bestätigt Abb. A.9 im Anhang ( $n = 100$ ) schließlich, dass erneut gilt: Mehr Übergleitungen führen naturgemäß zu größeren Querschnittsflächen, die relativen Verhältnisse zwischen den Versuchen ändern sich jedoch qualitativ nicht.

### 4.3 Mikrostrukturentwicklung

Zur Identifizierung und dem Verständnis elementarer, tribologisch induzierter Verformungsmechanismen ist neben der in den vorhergehenden Abschnitten erfolgten Betrachtung makroskopischer Größen wie Reibung und Reibspurtopographie eine detaillierte Analyse der Mikrostrukturentwicklung von herausragender Bedeutung. Die Frage nach dem Einfluss von Kristallorientierung und Laststufe auf die sich einstellende Mikrostruktur wird erneut einerseits im Frühstadium betrachtet - auch im Hinblick auf einen möglichen Einfluss der Bikristall-Korngrenze - sowie andererseits langfristig für bis zu 1000 unidirektionale Übergleitungen.

Dabei wird das Blickfeld zunehmend verengt: Ausgehend von einer Betrachtung gebildeter Gleitstufen und der EBSD-Analyse tribologisch induzierter Kristallrotationen in den Abschnitten 4.3.1 und 4.3.2 über die Bildgebung der Mikrostruktur mittels FIB-Querschnitten (Abschn. 4.3.3) bis hin zu einer rastertransmissionselektronenmikroskopischen Mikrostrukturuntersuchung an

TEM-Lamellen (Absch. 4.3.4). Gleichzeitig nimmt dabei die räumliche Auflösung der Analyseverfahren immer weiter zu. Dies erlaubt in der Gesamtschau eine umfassende Charakterisierung der Mikrostruktur und bildet die Grundlage für die Diskussion elementarer Verformungsmechanismen und deren Zusammenhang mit Reibung und Reibspurtopographie in Kap. 5.

### 4.3.1 Gleitstufen und Gleitebenen

Dank des ein- bzw. bikristallinen Zustandes der Kupferproben mit bekannter Orientierung des (unverformten) Kristallgitters lassen sich die infolge tribologisch induzierter Versetzungsbewegung an der Oberfläche beidseitig der Reibspur gebildete Gleitstufen den vier  $\{111\}$ -Gleitebenen zuordnen. Die entsprechende Methodik ist in Absch. 3.3.2 dargestellt.

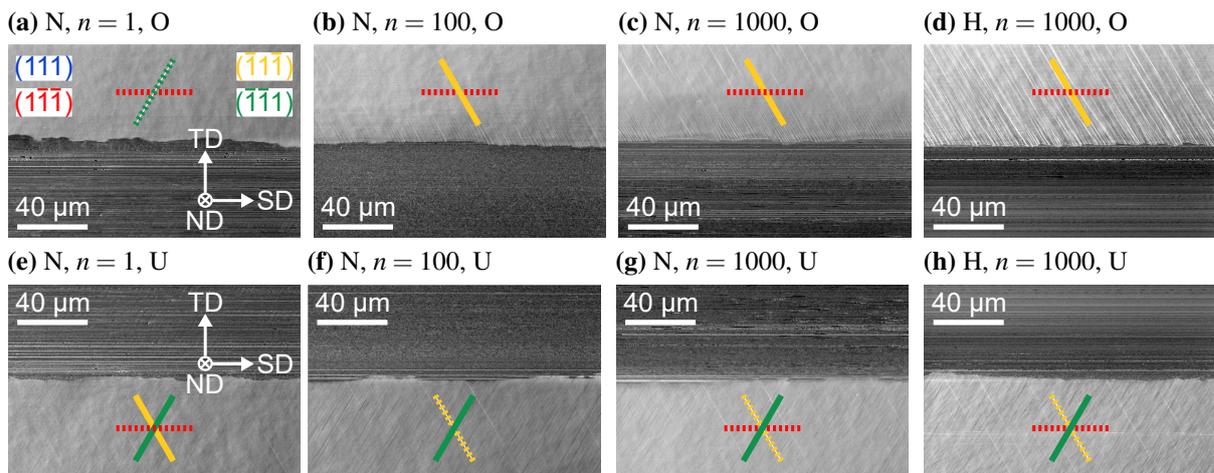
#### Frühstadium: Inversion der Gleitrichtung

Eine detaillierte Analyse der Bikristall-Gleitstufen im Frühstadium wurde in [152] vorgenommen und ist hier nachrangig. Abb. A.11 im Anhang zeigt jedoch, dass sich in beiden Körnern der Versuche BK-N und BK-NI ein dominierender Satz Gleitstufen identifizieren und durch die per EBSD gemessenen Kornorientierungen gut beschreiben, also den Gleitebenen zuordnen lässt. Bei Inversion der Gleitrichtung (BK-NI) wechseln die aktiven Gleitebenen je Korn von der oberen (O) zur unteren Seite der Reibspur (U), und umgekehrt (Ausnahme: rechtes Korn, U). Die Gleitstufen der übrigen Bikristall-Versuche entsprechen qualitativ Versuch BK-N.

#### Langfristige Entwicklung bei Mehrfachübergleitung

Die Einkristall-Versuche erlauben eine Untersuchung der ausgebildeten Gleitstufen nach je einer, 100 und 1000 Übergleitungen. Hierzu wurden Sekundärelektronenbilder an den Reibspurrändern in der Mitte jedes dieser 4 mm langen Abschnitte angefertigt. In den drei linken Spalten von Abb. 4.7 ist diese Entwicklung der Gleitstufen am Beispiel von Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -N ober- (Abb. 4.7a–c) und unterhalb (Abb. 4.7e–g) der Spur dargestellt. Die innere Hälfte der Bilder zeigt jeweils die Reibspur, die äußere (hellgraue) Hälfte den der Spur oben bzw. unten benachbarten Bereich, in welchem im Folgenden die Gleitstufen betrachtet werden.

Die farbigen Linien visualisieren die Schnittlinien der  $\{111\}$ -Gleitebenen mit der Zeichenebene, wobei die in Absch. 3.3.2 dargestellte Konvention zur Bezeichnung der Gleitebenen GE1–GE4 unter Verwendung der theoretischen Einkristall-Orientierungen zum Einsatz kommt. Dabei sind jeweils nur Gleitebenen eingezeichnet, die mit stark ausgeprägten Gleitlinien zusammenfallen.



**Abbildung 4.7:** Gleitstufen ober- und unterhalb der Reibspur (obere und untere Zeile, O / U) für Einkristall-Orientierung  $(111)[0\bar{1}1]$ . Die drei linken Spalten zeigen für niedrige Laststufe (N) den Einfluss der Anzahl Übergleitungen (v.l.n.r:  $n = 1, 100, 1000$ ), die rechte Spalte zum Vergleich den Versuch mit hoher Laststufe (H) bei  $n = 1000$ . Farbige Linien markieren Schnittlinien der  $\{111\}$ -Ebenen mit der Zeichenebene für die theoretischen Einkristall-Orientierungen (vgl. Tab. 3.2 und Legende in a:  $(111)$ ,  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ ,  $(\bar{1}\bar{1}1)$  und  $(\bar{1}1\bar{1})$  entsprechen GE1–GE4). Durchgezogene Linien markieren dabei pro Teilgrafik im Verhältnis stark, gepunktete Linien schwächer ausgeprägte Gleitstufen.

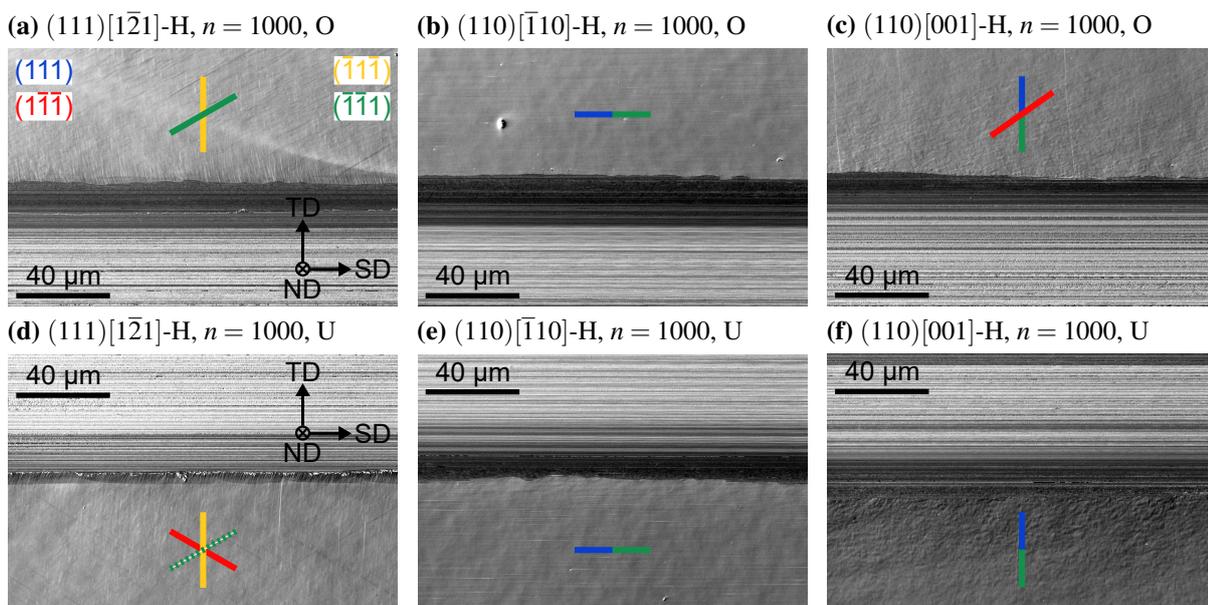
Innerhalb eines Bildes im relativen Verhältnis weniger stark ausgeprägte Gleitlinien sind mit gepunkteten Linien markiert. Es ist festzustellen, dass sich sämtliche in Abb. 4.7 erkennbare Gleitstufen sehr gut mit Hilfe der theoretischen Einkristall-Orientierungen beschreiben lassen - eine Winkelabweichung zwischen Gleitstufen und berechneten Schnittlinien ist kaum wahrnehmbar. Erstere werden daher im Folgenden auch rein qualitativ als primäre (volle Linien) und sekundäre (gepunktete Linien), aktive Gleitebenen bezeichnet. Da  $(111)$  (GE1, blau) bei der hier betrachteten Orientierung  $(111)[0\bar{1}1]$  mit der Bildebene zusammenfällt, können keine  $(111)$ -Gleitstufen identifiziert werden.

Konkret lassen sich für Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -N folgende Beobachtungen festhalten: Ober- und unterhalb der Spur unterscheiden sich die sichtbaren Gleitstufen, also auch die aktiven Gleitebenen. Außerdem ändert sich das Bild aktiver Gleitebenen mit höherer Übergleitungsanzahl  $n$ : Im Allgemeinen nehmen sichtbare Anzahl und (räumliche) Dichte der zu aktiven Gleitebenen gehörenden Gleitstufen dabei zu (z.B.  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  (GE3, gelb) von Abb. 4.7b zu c). Ferner ändert sich, welche Gleitebenen besonders starke Aktivität zeigen, ohne dass sich dabei eine klare Systematik identifizieren ließe. Es ist jedoch erkennbar, dass sich mit wiederholter Übergleitung mindestens eine besonders dominante, primäre Gleitebene herausbildet:  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  oberhalb und  $(\bar{1}1\bar{1})$  (GE4, grün) unterhalb der Reibspur. Die sekundäre Gleitebene  $(\bar{1}\bar{1}1)$  (GE2, rot) tritt sowohl ober- als auch unterhalb der Spur auf.

Abb. 4.7d+h zeigt für Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -H, dass sich nach 1000 Übergleitungen bei hoher Laststufe qualitativ die gleiche Systematik aktiver Gleitebenen einstellt wie bei  $(111)[0\bar{1}1]$ -N. Dabei sind Anzahl, Dichte und Schärfe der Gleitstufen gegenüber  $(111)[0\bar{1}1]$ -N deutlich erhöht, was z.B. für  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  in Abb. 4.7d besonders eindrücklich zu sehen ist.

### Einfluss der Einkristall-Orientierung nach 1000 Übergleitungen

Aufgrund der geschilderten Beobachtungen wird der Einfluss der Einkristall-Orientierung nur für  $n = 1000$  und hoher Laststufe in Abb. 4.8 analysiert - Abb. A.13 ( $n = 1$ ) im Anhang zeigt, dass auch hier keine eindeutige Systematik in Abhängigkeit von  $n$  vorliegt. Die Darstellung in Abb. 4.8 erfolgt ansonsten analog zu Abb. 4.7. Dies ermöglicht auch einen direkten Vergleich mit der Reibspurtopographie (vgl. Absch. 4.2.2) - die je Einkristall-Orientierung charakteristischen Profilformen sind bei  $n = 1000$  und hoher Laststufe besonders ausgeprägt. In Abb. 4.8 fällt zunächst auf, dass - anders als in Abb. 4.7 - innerhalb der dunkel erscheinenden Reibspuren ein heller Bereich vorliegt. Diese Beobachtung wird in Absch. 4.3.3 näher betrachtet.



**Abbildung 4.8:** Einfluss der Einkristall-Orientierung auf Gleitstufen ober- und unterhalb der Reibspur für hohe Laststufe (H) nach 1000 Übergleitungen. Legende analog zu Abb. 4.7

Mit Blick auf die Gleitstufen lässt sich für Versuch  $(111)[1\bar{2}1]$ -H auf beiden Seiten der Reibspur  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  als (eine) primäre, aktive Gleitebene identifizieren. Oberhalb der Spur (Abb. 4.8a) zeigt außerdem  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  starke Aktivität; unterhalb der Spur (Abb. 4.8d) liegen mit  $(1\bar{1}\bar{1})$  und  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  zusätzlich eine weitere primäre und sekundäre, aktive Gleitebene vor.

Bei den beiden  $(110)$ -Versuchen fallen die Schnittlinien von  $(111)$  und  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  mit der Bildebene zusammen, weshalb sie als blau-grüne Linie markiert sind und nicht unterschieden werden

können. Sowohl bei  $(110)[\bar{1}10]$ -H ( Abb. 4.8b+e) als auch  $(110)[001]$ -H (Abb. 4.8c+f) stellen  $(111)$  und / oder  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  primäre, aktive Gleitebenen mit gut sichtbaren Gleitstufen dar. Während bei  $(110)[\bar{1}10]$ -H keine anderen Gleitstufen sichtbar sind, gestaltet sich die Auswertung der  $(110)[001]$ -H-Mikroskopbilder schwieriger. Sowohl ober- als auch unterhalb der Spur liegt ein waben- oder kachelartiges Muster vor. Während dabei in Abb. 4.8c oberhalb der Spur Gleitebene  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  zusätzlich als primäre Gleitebene identifiziert werden kann, ist dies unterhalb der Spur in Abb. 4.8f nicht ohne Weiteres möglich.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass sich nach 1000 Übergleitungen jeweils ein für die jeweilige Einkristall-Orientierung charakteristisches Bild aktiver, primärer und sekundärer Gleitebenen herausbildet. Während die Anzahl Übergleitungen  $n$  dabei einen Einfluss auf die Aktivierung von Gleitebenen hat, der sich jedoch nicht systematisch erfassen lässt, führt eine Erhöhung der Laststufe hingegen qualitativ zu keiner Änderung der aktiven Gleitebenen.

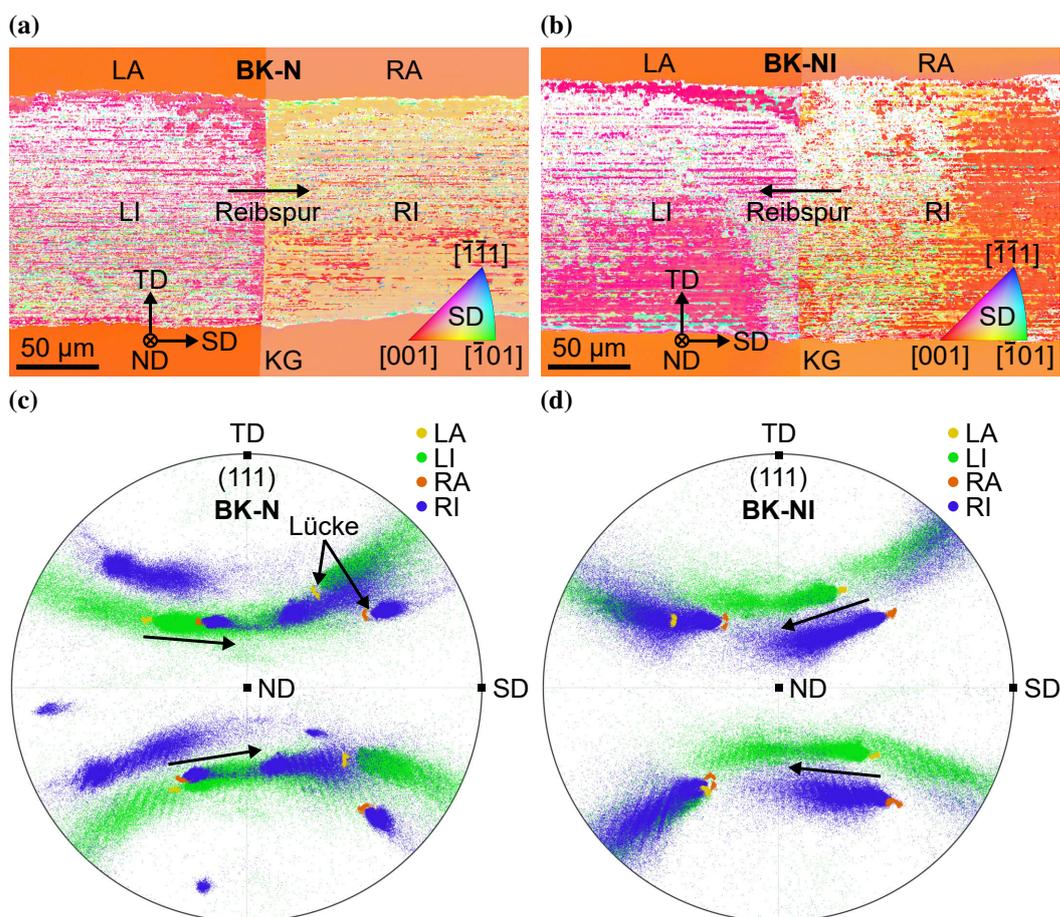
### 4.3.2 Tribologisch induzierte Kristallrotation im Frühstadium

Wie in Abschn. 3.3.2 beschrieben, wurden zur Untersuchung tribologisch induzierter Kristallrotationskinematik großflächige EBSD-Messungen an den Bi- und Einkristall-Reibspuren durchgeführt. Im Gegensatz zu den hochauflösenden TKD-Messungen an TEM-Lamellen (vgl. Abschn. 4.3.4) wurden die tribologisch belasteten Probenoberflächen dabei ohne jedwede Präparationsschritte direkt der Messung zugeführt - die Analyse war also vollkommen zerstörungsfrei und von möglichen, FIB-induzierten Artefakten unbelastet [215, 216]. Diese Art Analyse ist (hier) jedoch auf das Frühstadium ( $n = 1$ ) beschränkt, da die zunehmende Deformation bei Mehrfachübergleitung zu einer Degeneration der Beugungsmuster führt und eine Indizierung erschwert (vgl. z.B. [223]). Im Folgenden werden anhand ausgewählter Bikristall-Versuche zunächst die Auswirkungen einer Gleitrichtungsumkehr auf die Kristallrotationen in beiden Bikristall-Körnern analysiert. Dem schließt sich eine systematische Betrachtung des Einkristall-Orientierungseinflusses an.

#### **Bikristall-Versuche: Inversion der Gleitrichtung**

Die hier dargestellte Analyse tribologisch induzierter Kristallrotationskinematik im Bereich der Bikristall-Korngrenze wurde bereits in Haug et al. [152] veröffentlicht.

Abb. 4.9a zeigt die zu Versuch BK-N im Bereich der Korngrenze durchgeführte EBSD-Messung. Die Farbe der Datenpunkte (Pixel) codiert anhand der Legende rechts unten die mit der Gleitrichtung SD zusammenfallende, kristallographische Richtung (Miller-Indizes). Nicht indizierte Messpunkte sind in weiß dargestellt. Räumlich lässt sich die Messung in vier sog. *Regionen* einteilen: LA und RA bezeichnen die Bereiche äußerhalb der Reibspur im linken und rechten Korn (jeweils zusammengesetzt aus den beiden Teilen ober- und unterhalb der Spur). Die mittlere, in diesen Regionen gemessene Orientierung dient als Referenz für die ursprüngliche Kristallorientierung pro Korn, d.h. im unverformten Zustand ( $LA_m$  und  $RA_m$ , m für mittlere Orientierung). Klar abgegrenzt erscheinen die Regionen LI und RI innnerhalb der tribologisch belasteten Reibspur (Gleitrichtung der Saphirkugel in SD, d.h. von links nach rechts, s. Pfeil). Bezieht man die dort je Korn gemessenen Orientierungen auf  $LA_m$  bzw.  $RA_m$ , erhält man die tribologisch induzierten Kristallrotationen.

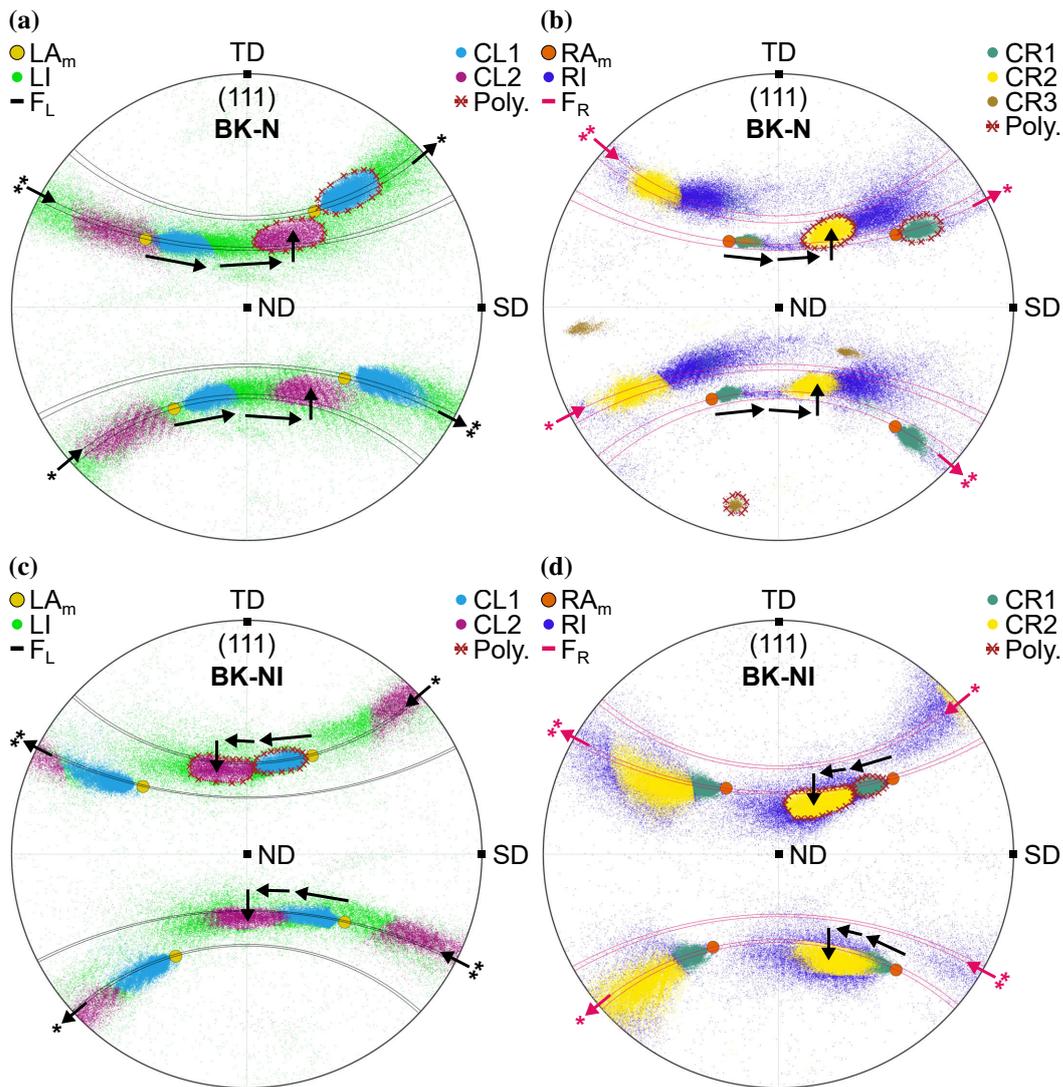


**Abbildung 4.9:** EBSD-Messungen (oben, bezüglich SD eingefärbt, nicht-indizierte Pixel in weiß) und (111)-Polfiguren (unten) für Versuche BK-N (links) und BK-NI (rechts, invertierte Gleitrichtung). Die Polfigur-Datenpunkte sind nach Zugehörigkeit zu den Regionen LA / RA und LI / RI außerhalb bzw. innerhalb der jeweiligen Reibspur im linken und rechten Korn eingefärbt. Adaptiert von [152].

In Abb. 4.9c sind diese Orientierungsbeziehungen in Form einer  $(111)$ -Polfigur visualisiert. Jeder Punkt entspricht genau einem EBSD-Messpunkt und ist nach Zugehörigkeit zu den vier Regionen eingefärbt: Die in gelb und orange dargestellten Ursprungsorientierungen LA und RA bilden je einen konzentrierten Punktehaufen sehr ähnlicher Orientierungen. LI (grün) und RI (blau) hingegen erscheinen ausgehend von LA jeweils in SD (nach rechts) entlang bogenförmig verlaufender Bahnen verteilt (s. Pfeile), enthalten also sehr unterschiedliche Orientierungen. Auffällig ist, dass unmittelbar neben LA und RA Lücken ohne Datenpunkte vorliegen (s. Markierung). Abb. 4.9b+d zeigt eine analoge Darstellung für Versuch BK-NI mit invertierter Gleitrichtung (in  $-SD$ ), sonst aber zu BK-N unveränderten Parametern. Die Messung in Abb. 4.9b lässt sich gleichermaßen aufteilen und auch die Polfigur in Abb. 4.9d zeigt gleichartige Charakteristika wie für Versuch BK-N, mit einem wichtigen Unterschied: Die LI- und RI-Orientierungen erschienen nun entlang bogenförmiger Bahnen in  $-SD$  verteilt (also nach links, vgl. Pfeile). Für keinen der Versuche ist in Abb. 4.9a+b ein systematischer Einfluss der Korngrenze auf die Orientierungen in der Reibspur ersichtlich.

Zum besseren Verständnis tribologisch induzierter Kristallrotationskinematik ist eine detailliertere Analyse der Orientierungen innerhalb der Spur je Korn hilfreich [152]. Von besonderem Interesse ist dabei die Frage, wie sich der bogenförmige Verlauf der Orientierungen in LI und RI innerhalb der Spur erklären lässt. In Abb. 4.10a wird zunächst nur das linke Korn von Versuch BK-N betrachtet, alle LI-Orientierungen sind in Grün eingezeichnet. Geometrische Überlegungen (die Projektion einer nicht durch das Zentrum verlaufenden Ebene erscheint in Polfiguren als bogenförmige Linie) sowie frühere Erkenntnisse (vgl. Absch. 2.3 und [10, 149, 202]) legen nahe, die vorliegenden Orientierungen mit einer Kristallrotation um die transversale Richtung TD, also in der SD-ND-Ebene, zu vergleichen. Dazu ist in Abb. 4.10a  $LA_m$ , also die mittlere Orientierung in LA, eingezeichnet (große, gelbe Punkte). Die schwarzen Linien wiederum verlaufen entlang aller Orientierungen, in welche eben jene initiale Orientierung des linken Kornes  $LA_m$  durch Rotationen genau um TD mit beliebig großen Rotationswinkeln überführt würde. Sie werden als sog. *Orientierungsfasern* (F, im linken Korn:  $F_L$ ) bezeichnet. Da vier  $\{111\}$ -Ebenen mit dazugehörigen Polen unterscheidbar sind, ergeben sich für die  $LA_m$ -Orientierung vier Fasern in der  $(111)$ -Polfigur, die je durch genau einen Pol verlaufen. Am Rand der Polfigur wechseln die Fasern von der oberen in die untere Hemisphäre und umgekehrt (siehe Pfeile mit einem und zwei Sternen) und erscheinen daher gespiegelt.

Da Abb. 4.10a zeigt, dass die LI-Orientierungen (in der Spur, links) näherungsweise mit der Faser im linken Korn ( $F_L$ ) zusammenfallen, können die Fasern herangezogen werden, um die



**Abbildung 4.10:** (111)-Polfiguren der Orientierungen im linken und rechten Korn (linke und rechte Spalte) für Versuche BK-N (oben) und BK-NI (unten). Alle Datenpunkte in LI und RI (Regionen innerhalb der Reibspur) sind in grün und blau dargestellt,  $LA_m$  und  $RA_m$  (gelb und orange) markieren die mittleren Orientierungen der Regionen LA und RA (außerhalb der Spur). Je Korn wurden bis zu drei Cluster durch Polygone (rot, Poly.) definiert und die zugehörigen Orientierungen eingefärbt: CL1 (blau) und CL2 (rosa) im linken, CR1 (grün), CR2 (gelb) und CR3 (braun) im rechten Korn. Die Orientierungsfasern  $F_L$  und  $F_R$  beschreiben eine Rotation von  $LA_m$  bzw.  $RA_m$  um TD. Adaptiert von [152].

Orientierungen in der Spur in charakteristische Gruppen ähnlicher Orientierung einzuteilen, sog. *Cluster*. Mittels manuell gezeichneter Polygone (rot, Poly.) wurden zwei Cluster definiert und die darin enthaltenen Orientierungen mit einer Farbe je Cluster in Abb. 4.10a über den grünen LI-Datenpunkten eingezeichnet. Cluster CL1 (blau, sprich: *Cluster links 1*) besteht aus Datenpunkten, die direkt auf  $F_L$  und nahe an  $LA_m$  liegen, sich also durch eine Kristallrotation um TD von ungefähr 5 – 25° beschreiben lassen. Zu beachten ist, dass wegen der vier (111)-Pole auch jeder Cluster aus vier Bereichen in der Polfigur besteht. Der zweite Cluster CL2 (rosa) umfasst wie Datenpunkte, die mit ca. 55 – 90° deutlich weiter um TD rotiert sind, aber

systematisch in Richtung TD (nach oben) verschoben sind, also nicht genau auf  $F_L$  liegen (siehe Pfeile).

Eine gleichartige Analyse für das rechte Korn in Versuch BK-N ist in Abb. 4.10b dargestellt. Auch hier lassen sich zwei zum linken Korn ähnliche Cluster identifizieren: CR1 (grün, auf  $F_R$ , Rotation um TD ungefähr bis zu  $20^\circ$ ) und CR2 (gelb, ca.  $40 - 65^\circ$  um TD, systematisch in  $+TD$  nach oben verschoben). Allerdings tritt anders als im linken Korn ein dritter Cluster CR3 (braun) auf, der sich nicht durch eine Rotation um TD beschreiben lässt, dessen Pole also mit Ausnahme eines der vier Pole nicht auf der Faser  $F_R$  liegen. Auffällig ist außerdem, dass zwischen CR1 und CR2 ein Bereich mit einer Dichte an Datenpunkten nahe Null liegt, während im linken Korn fast durchgängig Datenpunkte entlang der Faser vorliegen.

Schließlich zeigt Abb. 4.10c+d eine analoge Betrachtung für Versuch BK-NI mit Umkehr der Gleitrichtung. In beiden Körnern liegen erneut zwei Cluster vor, wobei CL1 / CR1 nun durch Rotationen um  $-TD$ , und CL2 / CR2 durch Rotationen um  $-TD$  mit systematischer Verschiebung in  $-TD$  (also nach unten) beschrieben werden können. Sowohl die Rotationen um  $-TD$  als auch die systematische, vertikale Verschiebung der Cluster CL2 und CR3 sind also gerade invers zu BK-N. Die Verschiebungen in  $-TD$  sowie die Rotationen um  $-TD$  in CL2 (ca.  $30 - 70^\circ$ ) / CR2 (ca.  $20 - 55^\circ$ ) sind geringer als in Versuch BK-N.

### **Bikristall-Versuche: EBSD-Datenqualität, Quantifizierung und Laststufe**

Für die Diskussion und Einordnung der Kristallrotationen in Kap. 5 ist es wichtig, auch die *EBSD-Datenqualität* zu betrachten sowie die *relative Häufigkeit* der Cluster zu quantifizieren. Tab. 4.1 stellt hierzu nach Versuchen, Körnern und Cluster aufgeschlüsselt zentrale Kenngrößen zusammen [152]. Da die Regionen LI und RI jeweils alle Cluster ihres Kornes enthalten, werden sie als *Elternregion* bezeichnet. Die Größe  $ER_{ind}$  gibt Aufschluss über den prozentualen Anteil indizierter EBSD-Messpunkte jeder Elternregion. Dieser ist in beiden Versuchen im rechten Korn größer als im linken Korn (um vier (BK-NI) bzw. 24 (BK-N) Prozentpunkte).

Aus der Größe  $C_{ind}$  lässt sich die relative Häufigkeit der Cluster innerhalb ihrer jeweiligen Elternregion ableiten: Sie ist als der prozentuale Anteil der Cluster-Messpunkte an allen *indizierten* Datenpunkten dessen Elternregion definiert, also aller erfolgreich gemessenen Punkte innerhalb der Reibspur im jeweiligen Korn<sup>2</sup>. Dabei stellen die Cluster CL1 / CR1 in beiden Versuchen und Körnern mit  $52 - 72\%$  jeweils systematisch eine Mehrheit, CL2 / CR2 hingegen nur  $12 - 31\%$ , und CR3 in Versuch BK-N gar nur  $2\%$ . Betrachtet man die Anteile der Cluster-Datenpunkte

<sup>2</sup> Zu beachten ist, dass sämtliche Cluster per Definitionem nur aus indizierten Datenpunkten bestehen.

**Tabelle 4.1:** Datenqualität und Quantifizierung der EBSD-Daten zu Bikristall-Versuchen BK-N und BK-NI in Abb. 4.10.  $ER_{ind}$ : Prozentualer Anteil indizierter Messpunkte je Elternregion.  $C_{ind}$  und  $C_{ind,t}$ : Prozentuale Anteile, welche die Cluster-Datenpunkte an den indizierten bzw. gesamten Datenpunkten ihrer Elternregion ausmachen. Ein hoher Bandkontrast entspricht hoher Datenqualität. Adaptiert von [152].

Versuch	Elternregion		Cluster			Bandkontrast	
	Name	$ER_{ind}$ [%]	Name	$C_{ind}$ [%]	$C_{ind,t}$ [%]	MW [-]	SA [-]
BK-N	LI	66	CL1	60	39	156	28
			CL2	12	8	142	22
	RI	90	CR1	58	52	186	19
			CR2	19	17	170	29
BK-NI	LI	69	CR3	2	2	176	26
			CL1	72	49	177	30
	RI	73	CL2	12	8	164	33
			CR1	52	38	187	26
			CR2	31	23	163	27

an *allen* (also auch nicht indizierten) Datenpunkten ihrer Elternregion (Spalte  $C_{ind,t}$ ), zeigt sich, dass alle Cluster einer Elternregion zusammen immer noch mindestens knapp die Hälfte aller Messpunkte abbilden, bis hin zu 71 % für RI in Versuch BK-N.

Der sog. *Bandkontrast* ist ein Maß für die Qualität der indizierten EBSD-Beugungsmuster [152]. Tab. 4.1 zeigt, dass Cluster CL1 / CR1 systematisch größere Bandkontrast-Werte (also höhere Datenqualität) als Cluster CL2 / CR2 mit größeren Rotationswinkeln um TD aufweisen. CR3 weist Werte zwischen CR1 und CR2 auf.

Auf eine ausführliche Darstellung der Kristallrotationen in Versuch BK-SH mit sehr hoher Laststufe (SH) wird hier verzichtet - diese findet sich in [152]. Anhand Abb. A.15 und Tab. A.5 im Anhang lässt sich jedoch nachvollziehen, dass die BK-SH-Kristallrotationen der gleichen Systematik wie in Versuch BK-N unterliegen (grundsätzlich vergleichbares Auftreten und relative Häufigkeit / Datenqualität der Cluster). Wichtige Unterschiede sind eine deutlich geringere Indizierungsrate (da stärker verformt) und das Fehlen von Cluster CL2.

Da ein Pol der Cluster CR3 sowohl bei niedriger (BK-N) als auch sehr hoher Laststufe (BK-SH) mit einem CR1-Pol zusammenfällt (vgl. Abb. 4.10b, A.15d), die übrigen CR3-Pole aber nicht auf der Orientierungsfaser ( $F_R$ ) liegen, ist die Orientierungsbeziehung der mittleren Orientierungen der Cluster CR1- und CR3 (d.h.  $CR1_m$  und  $CR3_m$ ) von besonderem Interesse. Deren Missorientierung beträgt für BK-N und BK-SH ca.  $59,6^\circ$  um  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}2]$  bzw.  $58,8^\circ$  um  $[\bar{7}\bar{8}8]$ . Beides entspricht näherungsweise einer  $\Sigma 3$ -Zwillingsmissorientierung  $M_Z$  (s. Absch. 2.1.2).

Die Missorientierungen zwischen der Ausgangsorientierung des rechten Korns  $RA_m$  und CR3 weichen hingegen in beiden Fällen stärker von  $M_Z$  ab [152].

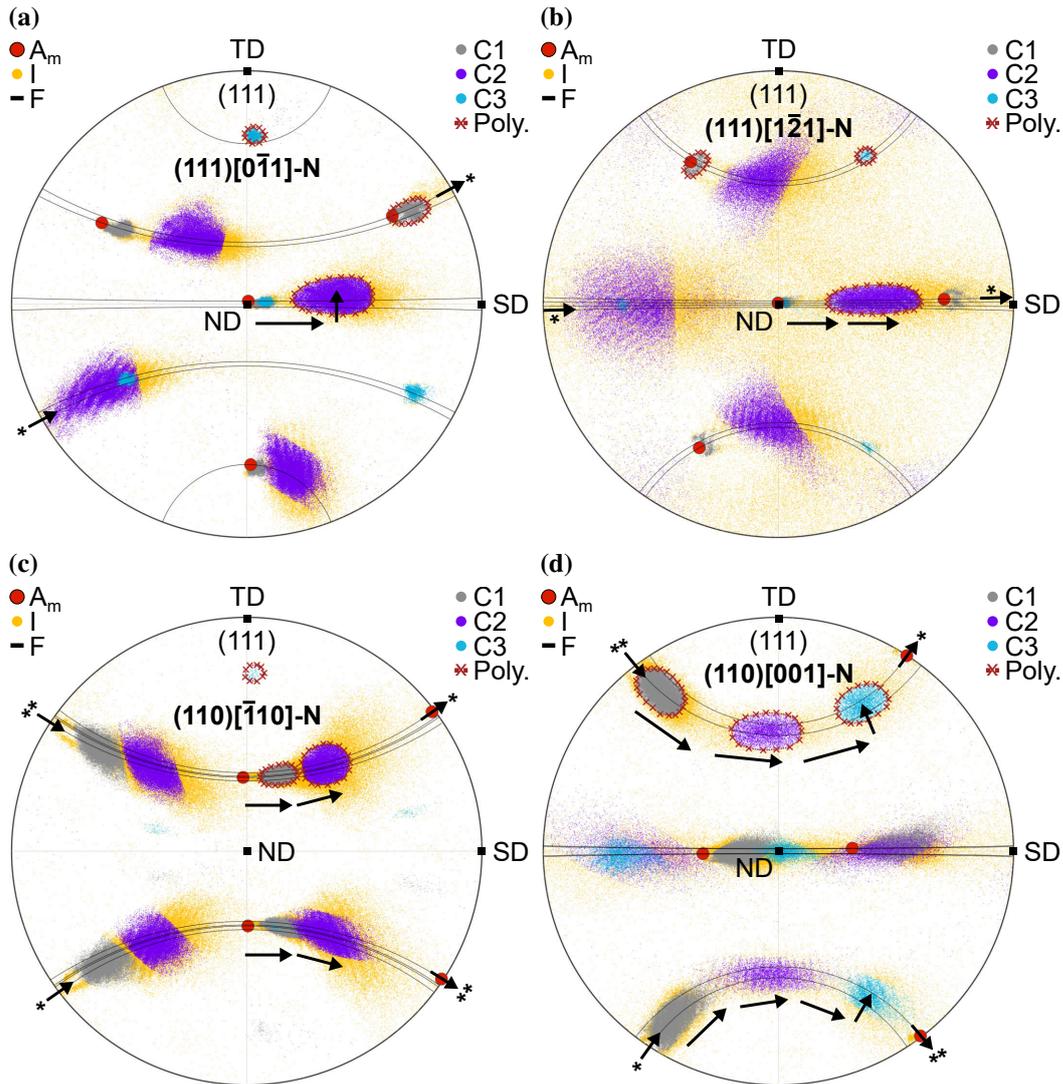
### **Einkristall-Versuche: Einfluss von Orientierung und Laststufe**

Der vorherige Abschnitt hat den Einfluss einer Gleitrichtungsumkehr und Vervierfachung der Normallast auf die in beiden Bikristall-Körnern beobachteten Kristallrotationen aufgezeigt [152]. Die EBSD-Messungen an den Einkristall-Reibspuren erweitern dieses Bild, indem sie eine systematische Analyse der Auswirkungen einer Variation der kristallographischen Orientierung in SD und ND ermöglichen. Anders als bei den Orientierungen der beiden Bikristall-Körner (vgl. Abb. 3.1) handelt es sich hierbei um wohldefinierte, hochsymmetrische Orientierungen.

Abb. 4.11 stellt anhand vierer (111)-Polfiguren die für jede Einkristall-Orientierung bei niedriger Laststufe und  $n = 1$  beobachteten Kristallrotationen gegenüber. Die Auswertung erfolgte analog zu jener der Bikristall-Versuche im vorigen Abschnitt (vgl. Abb. 4.10) - wobei eine Unterscheidung zweier Körner hier natürlich entfiel. Pro Versuch sind somit nur eine mittlere Ursprungsorientierung außerhalb der Spur ( $A_m$ , rote Punkte), eine TD-Orientierungsfaser (F, schwarz), ein Satz aller Datenpunkte innerhalb der Spur (I, gelb) sowie die drei Cluster C1 (grau), C2 (lila) und C3 (cyan) dargestellt. Die zugrunde liegenden EBSD-Daten sind unter Markierung der Regionen exemplarisch für die Versuche (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N und (110)[ $\bar{1}$ 10]-N in Abb. A.19 im Anhang dokumentiert.

Die Orientierungsdaten der vier Einkristall-Versuche zeigen eine zu den Bikristall-Versuchen vergleichbare Systematik, sodass auch die Definition der drei Cluster in Abb. 4.11 grundsätzlich analog erfolgte: C1 liegt bei kleinen Rotationswinkeln um TD dicht an  $A_m$  (auf der Orientierungsfaser F), C2 bei größeren Rotationen um TD, ggf. mit systematischem Versatz von der Faser. C3 wiederum befindet sich bis auf je einen Pol, der mit C1 zusammenfällt, abseits der Faser - mit Ausnahme von (110)[001]-N, wo alle vier C3-Pole nahe der Faser bei noch größeren Winkeln um TD liegen als bei C2 (vgl. Abb. 4.11d). Ausgewählte Parameter zu Datenqualität (Bandkontrast), relativer Häufigkeit ( $C_{ind}$ ) sowie der Orientierungsbeziehung zwischen  $C3_m$  und  $C1_m$  (mittl. Orientierungen in C3 und C1) bzw.  $A_m$  sind - ähnlich zu Tab. 4.1 (Bikristall-Versuche) - in Tab. 4.2 zusammengestellt.

Die (111)-Versuche lassen mehrere Auffälligkeiten erkennen: Versuch (111)[1 $\bar{2}$ 1]-N (Abb. 4.11b) zeigt im Gegensatz zu Versuch (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N (Abb. 4.11a) sowie den Bikristall-Versuchen eine sehr starke Streuung der Orientierungen innerhalb der Reibspur (Region I) und weist mit 43 % ferner die geringste Indizierungsrate  $ER_{ind}$  in Tab. 4.2 auf. In beiden Versuchen liegt C1 bei



**Abbildung 4.11:** (111)-Polfiguren (EBSD) der Kristallrotation für Einkristall-Versuche mit niedriger Laststufe (N) bei Einzelübergleitung ( $n = 1$ ): (111)[ $0\bar{1}1$ ]-N, (111)[ $1\bar{2}1$ ]-N, (110)[ $\bar{1}10$ ]-N und (110)[001]-N. Darstellung analog zu Abb. 4.10. Regionen I /  $A_m$ : Alle / gemittelte Orientierungen innerhalb / außerhalb der Reibspur. C1– C3: Cluster innerhalb Region I. F: Orientierungsfaser (bzgl.  $A_m$ ). Durch die Cluster-Definition anhand eines (111)-Pols (vgl. Poly.) kann der Cluster-Bereich an den anderen zugehörigen Polen scharf begrenzt erscheinen (siehe z.B. b).

kleinen Rotationswinkeln um TD von bis zu ca.  $10^\circ$  (Versuch (111)[ $1\bar{2}1$ ]-N) bzw.  $15^\circ$  (Versuch (111)[ $0\bar{1}1$ ]-N). C1 macht mit nur 3 – 18 % dabei gegenüber C2 (36 – 53 %) einen geringeren Anteil  $C_{ind}$  der indizierten I-Datenpunkte aus. Eine zentrale Beobachtung ist, dass C2 nur bei (nomineller) Gleitbewegung in  $[0\bar{1}1]$ -Richtung systematisch in +TD-Richtung (nach oben) verschoben ist, im Versuch mit  $[1\bar{2}1]$ -Gleitrichtung jedoch nicht, sondern mittig auf der Faser F liegt. Die Rotationswinkel um TD betragen jeweils ca.  $20 - 60^\circ$ . Cluster C3 macht in beiden Fällen nur einen relativen Anteil  $C_{ind}$  von weniger als 4 % aus.

Zwischen den Versuchen mit (110)-Normalenorientierung bestehen folgende Unterschiede und Gemeinsamkeiten: Während in Versuch (110)[ $\bar{1}10$ ]-N (Abb. 4.11c) I-Datenpunkte kontinuierlich

**Tabelle 4.2:** Quantifizierung und Datenqualität der EBSD-Daten in Abb. 4.11 (Einkristall-Versuche, niedrige Laststufe (N). Bezeichnungen analog zu Tab. 4.1. I: Elternregionen der jeweiligen Cluster.  $A_m$ ,  $C3_m$  und  $C1_m$ : Mittlere Orientierungen der Region A (außerhalb Spur) sowie der Cluster C1 und C3.

Versuch	Region I $ER_{ind}$ [%]	Cluster		Bandkontrast		Missorientierung zu $C3_m$	
		Bez.	$C_{ind}$ [%]	MW [-]	SA [-]	von $A_m$	von $C1_m$
(111)[0 $\bar{1}$ 1]-N	48	C1	18	192	28	60,1° um $[\bar{6} \bar{5} 7]$	59,4° um $[\bar{1}\bar{1} \bar{1} 12]$
		C2	53	144	26		
		C3	4	174	23		
(111)[1 $\bar{2}$ 1]-N	43	C1	3	161	30	59,0° um $[\bar{8} \bar{8} 9]$	58,8° um $[\bar{1} \bar{1} 1]$
		C2	36	135	23		
		C3	1	158	32		
(110)[ $\bar{1}$ 10]-N	58	C1	36	162	30	52,6° um $[\bar{2} \bar{3} 4]$	58,1° um $[\bar{1}\bar{1} \bar{1} 2]$
		C2	31	144	22		
		C3	<1	149	23		
(110)[001]-N	45	C1	52	138	23	31,1° um $[\bar{1}\bar{1} 0 12]$	48,4° um $[\bar{1} 0 1]$
		C2	11	131	20		
		C3	8	127	19		

entlang der Faser vorliegen, befinden sich bei Versuch (110)[001]-N (Abb. 4.11d) zwischen C1, C2 und C3 jeweils Bereiche mit sehr geringer I-Punktdichte - in Folge der tribologischen Belastung haben sich dort also drei Häufungen bevorzugter Kristallorientierungen herausgebildet. Bei diesem Versuch mit [001]-Gleitrichtung liegen die Cluster C2 und C3 dabei bei sehr großen Rotationswinkeln um TD (ca. 60 – 105° und 130 – 160°). In beiden Versuchen nimmt der Anteil indizierter Datenpunkte an der Elternregion I ( $C_{ind}$  in Tab. 4.2) von C1 zu C3 hin kontinuierlich ab, wobei im Falle (110)[001]-N mit 52 % gegenüber 36 % bei (110)[ $\bar{1}$ 10]-N eine deutlich stärkere Konzentration der Datenpunkte in Cluster C1 vorliegt. C3 weist mit  $C_{ind} = 8\%$  für (110)[001]-N den höchsten Wert aller betrachteten Versuche auf.

Anders als im Fall von Versuch (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N zeigt Cluster C2 in Versuch (110)[ $\bar{1}$ 10]-N - ebenfalls mit  $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtung - *kein* systematisches Ausweichen von der Orientierungsfaser in  $\pm$ TD. Jedoch streuen die Kristallorientierungen in Versuch (110)[ $\bar{1}$ 10]-N bei großen Rotationswinkeln stärker zu beiden Seiten der Faser. Im anderen (110)-Versuch (110)[001]-N hingegen ist C2 von der Faser aus minimal, C3 sogar deutlich in +TD-Richtung (nach oben) verschoben. Ein Vergleich der Cluster-Datenqualität der Einkristall-Versuche (siehe Spalte Bandkontrast in Tab. 4.2) zeigt die gleiche Systematik wie für die Bikristall-Versuche in Tab. 4.1: Der Bandkontrast ist jeweils in C1 am größten, d.h. bei kleinen Rotationswinkeln um TD, in C2 am kleinsten. Eine Ausnahme stellt Versuch (110)[001]-N dar, wo die Qualität von C1 zu C3 kontinuierlich abnimmt. Dies ist gleichzeitig der einzige in Tab. 4.2 aufgeführte Versuch, bei dem

die Orientierungsbeziehung zu  $C3_m$  (also der mittleren Orientierung von Cluster C3) sowohl von Cluster C1 (d.h.  $C1_m$ ) als auch der mittleren Ausgangsorientierung  $A_m$  aus offensichtlich keine Zwillingsbeziehung darstellt (Missorientierungswinkel von  $31,1^\circ$  und  $48,4^\circ$  ungleich  $60^\circ$ , Missorientierungsachsen ungleich  $\langle 111 \rangle$ ). Für die übrigen Einkristall-Versuche zeigt Tab. 4.2 hingegen, dass die Orientierungsbeziehung von  $C1_m$  zu  $C3_m$  nahe an  $M_Z$  liegt (und näher als von  $A_m$  zu  $C3_m$ ) - genau wie bei den Bikristall-Versuchen mit einem CR3-Cluster.

Schließlich ist auch für die Einkristall-Versuche der Einfluss der Laststufe auf die Kristallrotationen von Interesse. Abb. A.20 und Tab. A.6 im Anhang zeigen die Ergebnisse einer zu Abb. 4.11 und Tab. 4.2 gleichartigen Analyse für die vier Versuche mit hoher Laststufe. Sie belegen, dass diese grundsätzlich der gleichen Systematik wie die Versuche mit niedriger Laststufe unterliegen - die obigen Feststellungen lassen sich also qualitativ übertragen. Eine bemerkenswerte Ausnahme stellt Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -H dar (vgl. Abb. A.20a): C1 und C2 machen dort mit  $C_{ind}$ -Werten von 71 % und 21 % gegenüber 18 % und 4 % bei  $(111)[0\bar{1}1]$ -N deutlich größere Anteile aus, während C2 mit nur 2 % beinahe verschwindet. Die übrigen Charakteristika der Cluster bleiben jedoch erhalten. Mittlere Datenqualität je Cluster (Bandkontrast) und Indizierungsraten innerhalb der Reibspur ( $ER_{ind}$ ) sind bei Versuchen mit hoher Laststufe systematisch gegenüber den entsprechenden Versuchen niedriger Laststufe verringert.

Zusammenfassend lassen sich die beobachteten, tribologisch induzierten Kristallrotationen sowohl für die Bikristall- als auch die Einkristall-Versuche mit Hilfe von bis zu drei Clustern ähnlicher Orientierung (pro Korn) beschreiben. Diese stehen in einer charakteristischen Beziehung zu einer Orientierungsfaser F, die eine Rotation der mittleren (Ursprungs-)Orientierung außerhalb der Reibspur um TD beschreibt. Gleitrichtungsumkehr, Kristallorientierung sowie Laststufe haben einen systematischen Einfluss auf die konkrete Ausprägung der Cluster, verändern aber nicht die grundsätzliche Systematik.

### 4.3.3 Langfristige Mikrostrukturentwicklung im Querschnitt

Wie in Absch. 2.3 dargestellt, bewirkt eine tribologische Belastung metallischer Oberflächen nicht nur eine makroskopische, plastische Verformung, sondern geht auch mit Mikrostrukturmodifikation wie der Neubildung von (Sub-)Korngrenzen einher. In diesem Abschnitt wird daher anhand elektronenmikroskopischer Querschnittsaufnahmen der Einkristall-Versuche systematisch untersucht, wie sich die Entwicklung der Mikrostruktur im Verlauf wiederholter Übergleitung in Abhängigkeit von kristallographischer Orientierung und Laststufe darstellt.

Neben einer qualitativen Betrachtung erfolgt auch eine vergleichende Quantifizierung der Länge des im ursprünglich einkristallinen Kupfergefüge neugebildeten Korngrenzen-Netzwerkes  $L_{KG}$  (zur Methodik vgl. Absch. 3.3.1).

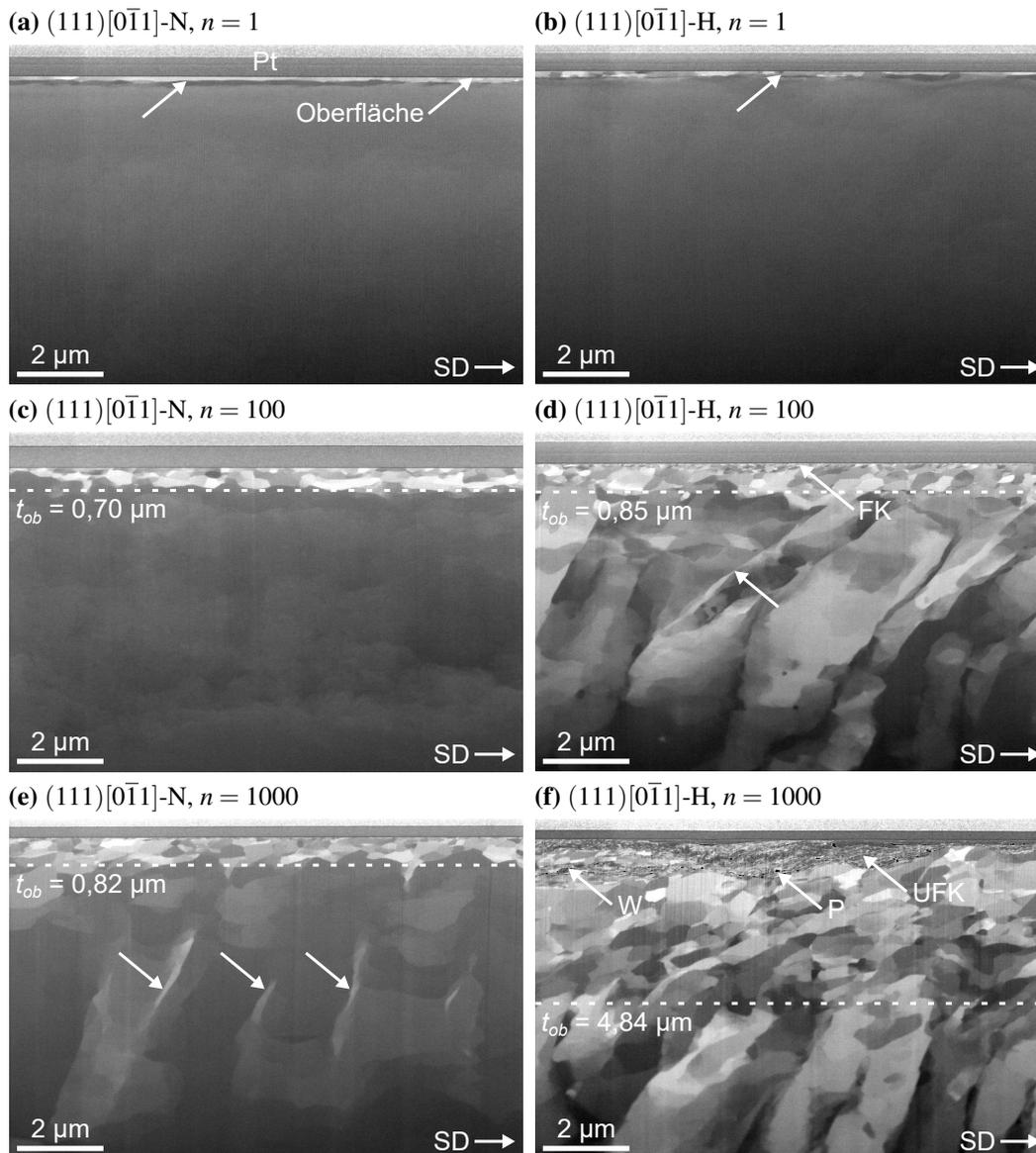
### **Einfluss von Laststufe und Übergleitungsanzahl bei Einkristall-Orientierung $(111)[0\bar{1}1]$**

Zunächst wird der Einfluss von Laststufe und zunehmender Anzahl Übergleitungen  $n$  auf die Mikrostruktur systematisch am Beispiel der Orientierung  $(111)[0\bar{1}1]$  dargestellt. Abb. 4.12 zeigt dazu von oben nach unten die Mikrostruktur der Versuche  $(111)[0\bar{1}1]$ -N (links) und  $(111)[0\bar{1}1]$ -H (rechts) nach  $n = 1, 100$  und  $1000$  Übergleitungen mittels Sekundärelektronenkontrast im Querschnitt (vgl. Absch. 3.3.1). Wie in Abb. 4.12a markiert, befindet sich die Probenoberfläche in allen Querschnittsbildern unterhalb der beiden Platinschutzschichten (Pt) am oberen Bildrand. Die Gleitbewegung der Saphirkugel in SD fand wie im Bild markiert jeweils von links nach rechts statt; die Projektion von ND zeigt in der Bildebene also vertikal nach unten, wobei die in Absch. 3.3.1 beschriebene Verkippung der Bildebene um SD zu beachten ist.

Nach nur einer Übergleitung ( $n = 1$ ) sind bei niedriger Laststufe zwei horizontale Streifen parallel zur Probenoberfläche in einer Tiefe  $t_{ob}$  unterhalb der Probenoberfläche von ungefähr 130 nm und 250 nm zu sehen (vgl. Pfeil in Abb. 4.12a). Bei hoher Laststufe zeigt sich ein ähnliches Bild, wobei bis zu 100 – 290 nm unterhalb der Oberfläche (Pfeil in Abb. 4.12b) nun in einer insgesamt chaotischeren Struktur auch vertikale Kontrastvariationen sichtbar sind; definierte Linien lassen sich nicht flächendeckend ausmachen. Die beiden Bilder verdeutlichen, dass eine Mikrostrukturanalyse nach nur einer Übergleitung mit Hilfe von Querschnitten nur beschränkte Aussagekraft hat. Für die Analyse ausgewählter Bikristall-Versuche (dort:  $n \leq 10$ ) wird daher auf hochauflösendere Charakterisierungsverfahren zurückgegriffen, siehe Absch. 4.3.4. Auch ist deshalb die weitere Mikrostrukturanalyse der Einkristall-Versuche mittels Querschnitten auf die Bereiche mit 100 und 1000 Übergleitungen beschränkt.

Nach 100 Übergleitungen zeigen sich für die Versuche  $(111)[0\bar{1}1]$ -N und  $(111)[0\bar{1}1]$ -H mit unterschiedlicher Laststufe in Abb. 4.12c+d deutliche Mikrostrukturunterschiede: Während sich bei  $(111)[0\bar{1}1]$ -N die sichtbare, plastische Deformation hauptsächlich auf einen Bereich bis zu einer Tiefe von  $t_{ob} \approx 0,70 \mu\text{m}$  (gestrichelte, horizontale Linie) beschränkt, reicht diese in Abb. 4.12d viel tiefer. Unten, im weit von der Probenoberfläche entfernten Bereich sind dort große, langgestreckte Körner<sup>3</sup> sichtbar, die gegenüber der Probennormalen (im Bild vertikal)

3 Der Sekundärelektronenkontrast ist grundsätzlich (auch) orientierungssensitiv, weshalb Bereiche ähnlichen Kontrasts hier qualitativ als (Sub-)Körner bezeichnet werden. Vgl. Absch. 4.3.4 und Diskussion in Anhang A.2.



**Abbildung 4.12:** Querschnittsaufnahmen (Sekundärelektronenkontrast, horizontale Feldbreite = 11,8  $\mu\text{m}$ ) nach 1, 100 und 1000 Übergleitungen (v.o.n.u.) für Versuche (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N (links) und (111)[0 $\bar{1}$ 1]-H (rechts). Gestrichelte Linien markieren Diskontinuitäten der Korngröße (in Tiefe  $t_{ob}$ ), unbeschriftete Pfeile bezüglich der Vertikalen um einen Winkel  $\gamma_{KG}$  in SD gekippte Korngrenzen. FK- und UFK bezeichnen feinkörnige und ultra-feinkörnige Schichten (Pfeil W: UFK-Schicht wächst in umliegendes Gefüge, Pfeil P: Pore). Die Bilder zeigen die Mikrostruktur unter einem Winkel von  $38^\circ$  um die horizontale Bildachse.

um einen Winkel  $\gamma_{KG} \approx 47^\circ$  in SD verkippt sind ( $\gamma_{KG}$  berücksichtigt die Bildverkipfung). Zur Probenoberfläche hin schließt sich dem ein recht scharfer Übergang (Linie bei  $t_{ob} \approx 0,85 \mu\text{m}$ ) zu einem Bereich kleinerer Körner an. Unmittelbar unterhalb der Oberfläche ist ein nur ca. 250 nm tiefer Bereich erkennbar, in dem sehr kleine Körner vorliegen. Derartige Bereiche werden im Folgenden als feinkörnige Schicht (kurz: *FK-Schicht*) bezeichnet.

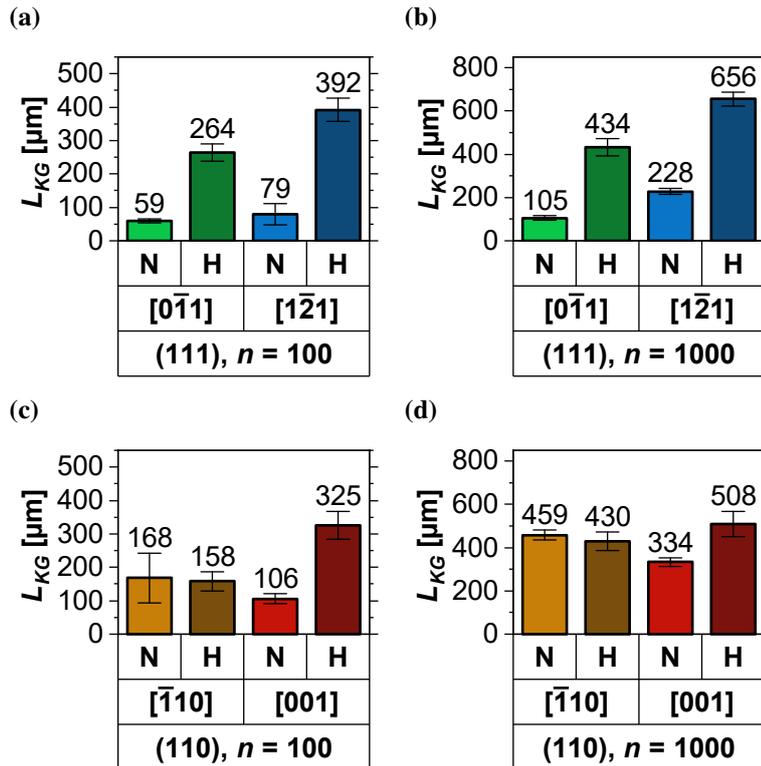
Abb. 4.12e+f wiederum zeigt für  $n = 1000$  eine noch weiter fortgeschrittene Verformung. In Versuch (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N erstreckt sich der mit einer horizontalen Linie markierte Bereich nun bis in

eine Tiefe von ca.  $0,82\ \mu\text{m}$ ; ungefähr  $5\ \mu\text{m}$  unterhalb der Oberfläche sind mehrere langgestreckte und schmale, periodisch angeordnete Körner mit  $\gamma_{KG} \approx 24^\circ$  erkennbar (Pfeile). Im Falle hoher Laststufe (Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -H, Abb. 4.12f) lässt sich in einer Tiefe von  $t_{ob} \approx 4,8\ \mu\text{m}$  (horizontale Linie) ein Übergang von sehr großen, um ca.  $27^\circ$  geneigten Körnern (unten) zu kleineren, noch stärker geneigten Körnern (oben,  $\gamma_{KG}$  bis zu  $60^\circ$ ) ausmachen. Direkt unterhalb der Oberfläche sind zu dem darunter befindlichen Gefüge scharf abgegrenzte Bereiche sehr starker Verformung zu erkennen, welche ab hier allgemein als ultra-feinkörnige Schicht (kurz: *UFK-Schicht*) bezeichnet werden. Deren Dicke variiert entlang der Reibspur ( $t_{ob}$  maximal ca.  $1,14\ \mu\text{m}$ ). Ferner enthält die UFK-Schicht Poren (z.B. bei Pfeil P) und verzweigt sich stellenweise (siehe z.B. Pfeil mit Stern), wird also durch Bereiche größerer Korngrößen unterbrochen. Eine derartige UFK-Schicht wird in Absch. 4.3.4 mittels hochauflösender, rastertransmissionselektronischer Methoden gründlich charakterisiert und erlaubt - anders als die vorliegenden Querschnittsaufnahmen - auch eine Abschätzung mittlerer Korngrößen in den FK- und UFK-Schichten.

### **Systematische Betrachtung nach Einkristall-Orientierung und Laststufe**

Um einen systematischen Vergleich der Deformation nach Einkristall-Orientierung und Laststufe anstellen zu können, muss diese quantifiziert werden. Unter Ausnutzung des initial einkristallinen Gefüges wird hierfür die Länge infolge tribologischer Belastung neugebildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  herangezogen. Deren Bestimmung aus den Querschnittsbildern ist in Absch. 3.3 beschrieben, ihre Eignung zur Abschätzung der Deformation samt möglicher Unsicherheitsfaktoren (bspw. auflösungsbedingte Unterschätzung von  $L_{KG}$  in den extrem feinkörnigen UFK-Schichten) wird in Absch. A.2 im Anhang ausgeführt.

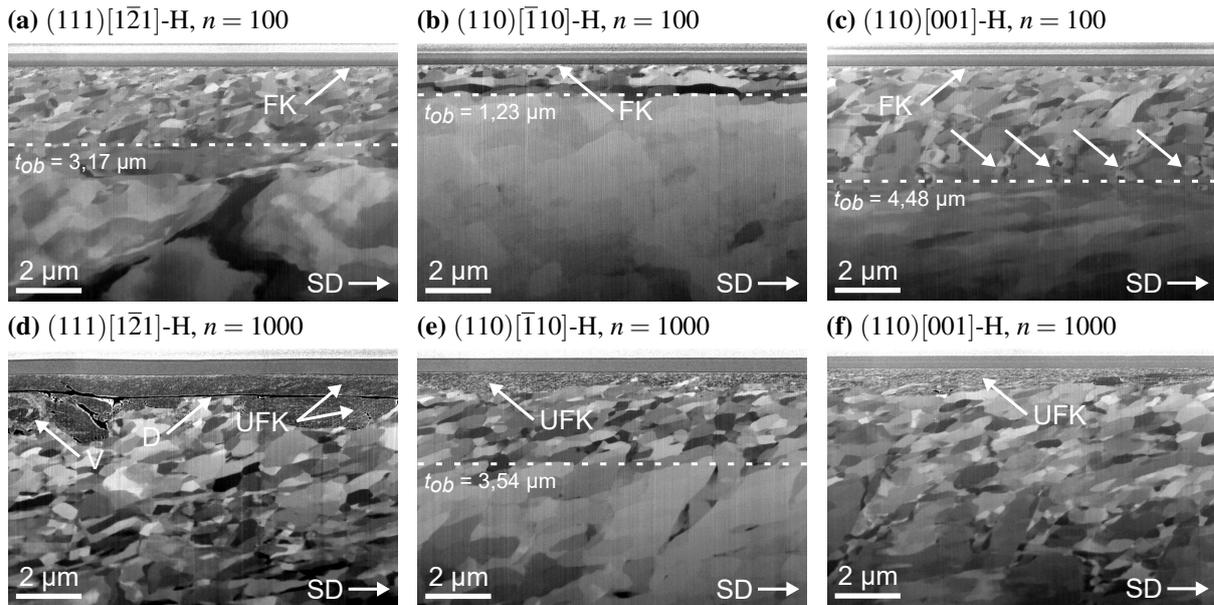
Abb. 4.13 stellt Mittelwerte und Standardabweichung von  $L_{KG}$  systematisch in Abhängigkeit von Einkristall-Orientierung und Laststufe gegenüber. Die oberen Schaubilder zeigen diese für die  $(111)$ -Versuche, die unteren für jene mit  $(110)$ -Normalenorientierung. Links ist  $L_{KG}$  für  $n = 100$  dargestellt, rechts für die Querschnittsbilder nach 1000 Übergleitungen. Zu den noch nicht dargestellten Einkristall-Orientierungen  $(111)[1\bar{2}1]$ ,  $(110)[\bar{1}10]$  und  $(110)[001]$  zeigt Abb. 4.14 je ein zugehöriges Querschnittsbild der jeweiligen Mikrostruktur für hohe Laststufe nach 100 und 1000 Übergleitungen. Die entsprechenden Pendanten mit niedriger Laststufe sind zur Referenz im Anhang in Abb. A.22 dokumentiert. Auf wichtige Besonderheiten in den Querschnittsbildern wird im Zuge der nun folgenden Beschreibung von Abb. 4.13 hingewiesen.



**Abbildung 4.13:** Aus Querschnittsbildern (horizontale Feldbreite =  $11,8 \mu\text{m}$ ) bestimmte Länge neugebildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  (Mittelw. und Standardabw.) nach 100 (links) und 1000 (rechts) Übergleitungen der Einkristall-Versuche mit niedriger (N) und hoher (H) Laststufe.

Für die vier Versuche auf dem (111)-Einkristall ergibt sich ein sehr systematisches Bild: Erstens ist  $L_{KG}$  nach 100 und 1000 Übergleitungen für die Versuche mit hoher Laststufe gegenüber jenen mit niedriger Laststufe systematisch um Faktoren von 4,5 und 4,1 (Orientierung (111) $[0\bar{1}1]$ ) bzw. 5,0 und 2,9 (Orientierung (111) $[\bar{1}2\bar{1}]$ ) erhöht - im Einklang mit Abb. 4.12 und Abb. 4.14a+d. Zweitens sind die Versuche mit  $[\bar{1}2\bar{1}]$ -Gleitrichtung gegenüber jenen mit  $[0\bar{1}1]$ -Gleitrichtung systematisch mit größeren  $L_{KG}$ -Werten assoziiert: Das  $L_{KG}$ -Verhältnis ist dabei nach 100 Übergleitungen mit ca. 1,3 – 1,5 noch etwas geringer als bei  $n = 1000$  (ca. 1,5 – 2,2). Die Mikrostruktur für Versuch (111) $[\bar{1}2\bar{1}]$ -H bei  $n = 1000$  in Abb. 4.14d verdeutlicht, warum in diesem Fall mit  $656 \mu\text{m}$  der insgesamt größte  $L_{KG}$ -Wert bestimmt wurde: Es ist eine massive, bis zu  $2,69 \mu\text{m}$  dicke UFK-Schicht zu sehen, innerhalb welcher Delamination erkennbar ist (Pfeil D,  $t_{ob} \approx 0,82 \mu\text{m}$ ). Der Pfeil V markiert einen Bereich kleiner, wirbel- oder *vortexförmig* angeordneter Körner.

Mit Blick auf die Länge neugebildeter Korngrenzen (Abb. 4.13) weist im Fall der (110)-Versuche hinsichtlich der Laststufe nur Orientierung (110) $[001]$  eine zu den (111)-Versuchen vergleichbare Systematik auf. Das  $L_{KG}$ -Verhältnis von (110) $[001]$ -H zu (110) $[001]$ -N ist dabei mit 3,1 und 1,5 ( $n = 100$  und 1000) allerdings geringer. Bei den (110)-Versuchen mit  $[\bar{1}10]$ -Gleitrichtung



**Abbildung 4.14:** Querschnittsaufnahmen für Einkristall-Versuche mit hoher Laststufe (H) nach 100 (oben) und 1000 (unten) Übergleitungen, ähnlich Abb. 4.12 (vgl. Legende dort): (111)[ $\bar{1}\bar{2}1$ ]-H (links), (110)[ $\bar{1}10$ ]-H (Mitte) und (110)[001]-H (rechts). Pfeil D kennzeichnet Delamination, Pfeil V Vortex in UFK-Schicht.

hingegen ist  $L_{KG}$  bei niedriger Laststufe sogar etwas größer als bei hoher, das Verhältnis mit 1,06 – 1,07 jedoch im Bereich der Standardabweichung - welche bei Versuch (110)[ $\bar{1}10$ ]-N besonders groß ist. Versuch (110)[ $\bar{1}10$ ]-N weist im Vergleich zu allen anderen Versuchen mit niedriger Laststufe sehr hohe  $L_{KG}$ -Werte auf. Dementsprechend lässt sich für die Versuche auf dem (110)-Einkristall keine Laststufen-übergreifende Systematik hinsichtlich der Gleitrichtung feststellen. Bei niedriger Laststufe ist  $L_{KG}$  nach 100 und 1000 Übergleitungen in Gleitrichtung [ $\bar{1}10$ ] um Faktor 1,4 – 1,6 größer als in [100], bei hoher Laststufe ist das Gegenteil der Fall (Faktor 1,5 – 3, 1).

Die Mikrostruktur für Versuch (110)[ $\bar{1}10$ ]-H (Abb. 4.14b+e) zeichnet sich nach 100 und 1000 Übergleitungen jeweils durch eine relativ scharfe Begrenzung stark plastisch verformter Bereiche nach unten aus (bei  $t_{ob} \approx 1,2 \mu\text{m}$  und  $3,5 \mu\text{m}$ ). Während dies nach 100 Übergleitungen qualitativ auch auf den entsprechenden Versuch niedriger Laststufe zutrifft ((110)[ $\bar{1}10$ ]-N, Abb. A.22b im Anhang), reicht die Verformung nach 1000 Übergleitungen tief, mit langgestreckten, in SD gekippten Körnern ( $\gamma_{KG} \approx 35^\circ$ ). Die Mikrostruktur bei Orientierung (110)[001] zeichnet sich allgemein durch in SD gekippte, periodisch angeordnete Bereiche erhöhter plastischer Verformung aus (vgl. z.B. Pfeile in Abb. 4.14c). Mit Ausnahme von hoher Laststufe bei  $n = 1000$  (Abb. 4.14f) sind die Bereiche starker Verformung dabei durch einen abrupten Korngrößen-Übergang (Linien) nach unten beschränkt.

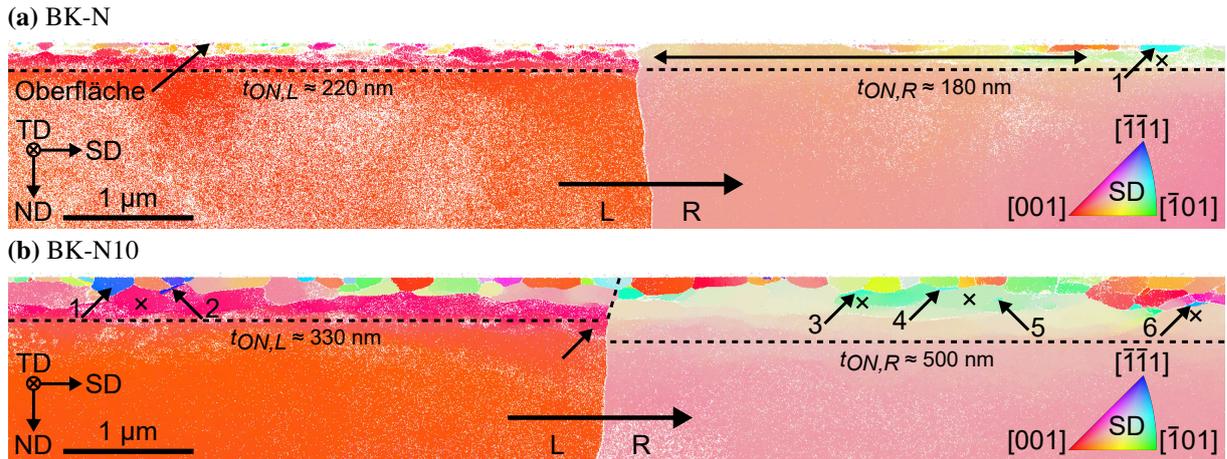
Außer im Fall der Versuche  $(111)[0\bar{1}1]$ -N,  $(111)[1\bar{2}1]$ -N und  $(110)[001]$ -N ist nach 1000 Übergleitungen stets eine deutlich ausgeprägte UFK-Schicht zu erkennen. Allgemein gilt ferner, dass Reibspurbereiche, welche im Querschnitt UFK-Schichten aufweisen, in Draufsicht mittig weiß erscheinen (vgl. Abb. 4.8, Absch. 4.3.1).

#### 4.3.4 Hochauflösende Raster-Transmissionselektronenmikroskopie

Ein gezielter Einsatz der hochauflösenden, raster-transmissionselektronischen Methoden STEM und TKD an TEM-Lamellen (vgl. Absch. 3.3.1 und 3.3.2) für ausgewählte Versuchszustände erlaubt zweierlei: Im Frühstadium können Verformung und Kristallrotationen in unmittelbarer Nähe der Korngrenze und für  $n \geq 1$  analysiert werden. Außerdem wird die Struktur nach vielfacher Übergleitung gebildeter, hochverformter UFK-Schichten (vgl. Absch. 4.3.3) zugänglich.

##### Frühstadium: Mikrostruktur und Kristallorientierung im Bereich der Korngrenze

Abbildung 4.15 zeigt TKD-Messungen der Kristallorientierungen im Querschnitt unterhalb der Probenoberfläche für die Versuche BK-N (oben,  $n = 1$ ) und BK-N10 (unten,  $n = 10$ ), jeweils in unmittelbarer Umgebung der Korngrenze (Breite des Messbereichs ca.  $9,3 \mu\text{m}$ ). Dies erlaubt eine Betrachtung von Verformung und Kristallrotation im Frühstadium bei unidirektionaler Mehrfachübergleitung (niedrige Laststufe) - mit Blick auf die Mikrostruktur in beiden Körnern. Die kristallographischen Orientierungen sind dabei bezüglich SD eingefärbt (vgl. inverse Polfigur-Legende), nicht-indizierte Datenpunkte erscheinen weiß. Die Gleitbewegung der Saphirkugel erfolgte jeweils vom linken ins rechte Korn (L / R, vgl. Pfeile und SD-ND-TD-Koordinatensystem). Je Korn und Versuch wurde jene Tiefe  $t_{ob}$  unterhalb der Probenoberfläche mit Hilfe horizontaler Linien markiert, bis zu der sich die wesentliche, plastische Deformation (hier: Orientierungs-, d.h. Farbänderung) in ND-Richtung ungefähr erstreckt. Diese Tiefe wird als  $t_{ON}$  (bzw.  $t_{ON,L} / t_{ON,R}$  im linken und rechten Korn) bezeichnet. Im unteren, von der Probenoberfläche weit entfernten Bereich der Messungen ist die kristallographische Orientierung näherungsweise konstant (homogene Farbe) und entspricht ungefähr der ursprünglichen Orientierung der Körner vor der tribologischen Belastung. Dementsprechend lassen sich die TKD-Messungen in zwei Bereiche je Korn aufteilen: Einen stark verformten, oberflächennahen (kurz: ON) Bereich  $L_{ON} / R_{ON}$  und einen näherungsweise unverformten, oberflächenfernen (kurz: OF) Bereich  $L_{OF} / R_{OF}$ . Die Messungen wurden für die Darstellung in Abb. 4.15 unten zugeschnitten.



**Abbildung 4.15:** TKD-Messungen der Kristallorientierung im Bereich der Korngrenze (SD-Farbcodierung) für BK-N (oben) und BK-N10 (unten,  $n = 10$ ). Gestrichelte Linien markieren näherungsweise maximale Tiefe wahrnehmbarer Orientierungsänderung  $t_{ON,L} / t_{ON,R}$ , d.h. Verformung im linken und rechten Korn (L / R).  $L_{ON} / R_{ON}$  und  $L_{OF} / R_{OF}$ : Oberflächennahe und oberflächenferne Bereiche (L / R, zur Begrenzung vgl. auch Abb. A.16 im Anhang). Nummerierte Pfeile markieren charakteristische Punkte / (Sub-)Körner; Kreuze zugehörige Referenzpunkte (Missorientierungsberechnung).

Exemplarisch ist für Versuch BK-N in Abb. A.16 im Anhang der vollständige Messbereich mit ND- und TD-Farbcodierung sowie genauer Definition der vier Bereiche dargestellt. In der TD-Darstellung in A.16b ist außerdem sichtbar, dass im OF-Bereich ein halbkreisförmiger Orientierungsgradient vorliegt (siehe Pfeile), aber ansonsten ggü. der SD-Darstellung (vgl. Abb. 4.15a) deutlich geringere Orientierungsänderungen vorliegen - vor allem im ON-Bereich. Der halbkreisförmige Orientierungsgradient ist vermutlich mit einer leicht inhomogenen Dünnung und Verbiegung von TEM-Lamellen an Bikristall-Versuchen assoziiert; die Missorientierung entlang des Pfeils im rechten Korn beträgt jedoch nur ca.  $3,3^\circ$ .

Die TKD-Messung zu Versuch BK-N in Abb. 4.15a zeigt im linken Korn mit  $t_{ON,L} \approx 220$  nm einen minimal tiefer reichenden ON-Bereich als im rechten Korn ( $t_{ON,R} \approx 180$  nm). Dabei weist das linke Korn mehr nicht-indizierte Pixel als das rechte Korn auf, insbesondere im oberflächennahen Bereich. Gleichzeitig befinden sich im linken Korn nahe der Oberfläche verglichen mit dem rechten Korn deutlich kleinere Subkörner. Im rechten Korn ist hinter der Korngrenze (in Gleitrichtung SD) ein deutlicher *Orientierungsgradient* parallel zur Oberfläche erkennbar (Doppelpfeil), wobei die Missorientierung von linker zu rechter Pfeilspitze ca.  $11,7^\circ$  beträgt. Die Missorientierungsachse weicht nur ca.  $25,8^\circ$  von TD ab, aber  $68,5^\circ$  bzw.  $76,3^\circ$  von SD und ND. Mit zunehmendem Abstand zur Korngrenze nimmt im rechten Korn auch die Dichte klar abgrenzbarer, oberflächennaher Subkörner zu.

Dabei ist das mit Pfeil 1 gekennzeichnete Subkorn von besonderem Interesse. Berechnet man die Missorientierung zwischen der mittleren Orientierung  $R_{OF,m}$  des rechten, oberflächenfernen

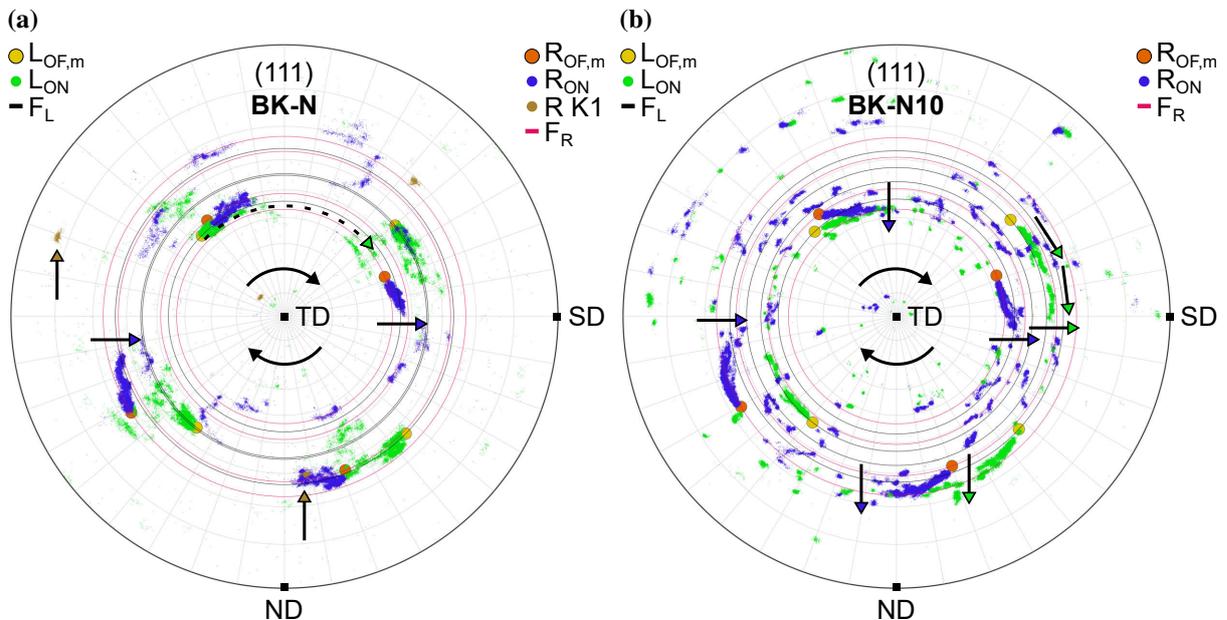
Bereiches  $R_{OF}$  und der mittleren Orientierung dieses Korns (hier und im Folgenden durch MTEX-Kornsegmentierung mit einem Grenzwinkel von  $2^\circ$  bestimmt), erhält man  $50,5^\circ$  um  $[\bar{6} \bar{7} 11]$ , was ungefähr  $16,3^\circ$  von einer theoretischen Zwillingsmissorientierung  $M_Z$  (vgl. Absch. 4.3.2) abweicht. Berechnet man jedoch die Missorientierung von dem zu Pfeil 1 gehörenden, sog. Referenzpunkt im oberflächennahen Bereich (mit einem Kreuz gekennzeichnet) zu Subkorn 1, ergibt sich  $59,3^\circ$  um (ungefähr)  $[\bar{1} \bar{1} 1]$ , mit einer entsprechenden Abweichung von nur  $0,9^\circ$  zu  $M_Z$ . Die Missorientierung von der mittleren Orientierung des rechten, oberflächenfernen Bereichs  $R_{OF,m}$  zum Referenzpunkt beträgt ca.  $16,4^\circ$ .

Die TKD-Messung zu Versuch BK-N10 mit  $n = 10$  in Abb. 4.15b zeigt, dass in beiden Bikristall-Körnern - anders als nach nur einer Übergleitung (vgl. Abb. 4.15a) - eine durchgängige Verformungsschicht mit neugebildeten (Sub-)Körnern nahe der Oberfläche vorliegt. Diese reicht im rechten Korn mit  $t_{ON,R} \approx 500\text{nm}$  ungefähr eineinhalb Mal so tief wie im linken Korn ( $t_{ON,L} \approx 330\text{nm}$ ), jeweils also viel tiefer als in Versuch BK-N. Im linken Korn erstreckt sich diese Schicht direkt vor der Korngrenze geringfügig tiefer als im Mittel (um ca.  $120\text{nm}$ , siehe Pfeil). In der Messung sind außerdem sechs Körner mit nummerierten Pfeilen markiert, deren Missorientierung zu den jeweils benachbarten Referenzorientierungen (Kreuze) innerhalb der oberflächennahen Bereiche mit der Zwillingsmissorientierung  $M_Z$  verglichen wird: Für die Körner 2 – 6 beträgt diese Abweichung jeweils  $1,6^\circ$ ,  $1,6^\circ$ ,  $5,1^\circ$ ,  $1,1^\circ$  und  $0,9^\circ$  (bezüglich  $L_{OF,m}$  bzw.  $R_{OF,m}$ :  $6,3^\circ - 22,0^\circ$  zu  $M_Z$ ). Für Korn 4 ist dies jedoch verzerrt: Betrachtet man statt der mittleren Kornorientierung jene an Pfeilspitze 4, beträgt die Abweichung nur  $0,5^\circ$ . Korn 1 besitzt zwar bezüglich SD eine ähnliche Orientierung (Farbe) wie Korn 2 und weist zur Referenzorientierung eine Missorientierung von  $59,7^\circ$  auf, jedoch um  $[\bar{5} \bar{3} 6]$ , womit sich ungefähr  $14,5^\circ$  Abweichung zu  $M_Z$  ergeben. Auffällig ist, dass sich die Körner 2 – 6 nicht direkt an der Oberfläche befinden, sondern in Tiefen von  $t_{ob} \approx 50 - 200\text{nm}$ .

Der Verlauf der Korngrenze im verformten ON-Bereich kann Aufschluss über tribologisch induzierte Scherprozesse geben [149]. In Versuch BK-N scheint eine Verkippung der Korngrenze von ca.  $60 - 70^\circ$  in SD (bezüglich ihres sonstigen Verlaufs im OF-Bereich) bis in eine Tiefe von ca.  $65 - 80\text{nm}$  unterhalb der Oberfläche vorzuliegen. Dies ist jedoch wegen nicht-indizierter Pixel und den Kristallrotationen nahe der Korngrenze nicht präzise auswertbar. Für Versuch BK-N10 lässt sich wegen der Subkornbildung im oberflächennahen Bereich die Bikristall-Korngrenze nicht mehr eindeutig identifizieren (vgl. gestrichelte Linie). Komplizierend kommt in allen Messungen der bereits in den oberflächenfernen Bereichen wellige Korngrenzenverlauf hinzu.

### Frühstadium: Kristallrotation bei bis zu zehn Übergleitungen

Die TKD-Messungen in Abb. 4.15 erlauben anhand einer zu der EBSD-Analyse in Absch. 4.3.2 ähnlichen Polfigur-Darstellung die Untersuchung tribologisch induzierter Kristallrotationen für bis zu zehn Übergleitungen. Die (111)-Polfiguren in Abb. 4.16 ähneln grundsätzlich Abb. 4.10, jedoch befindet sich TD (in die Bildebene zeigend) hier in der Polfigur-Mitte und nicht oben. Dargestellt sind jeweils die mittleren Orientierungen der oberflächenfernen Bereiche ( $L_{OF,m}$  und  $R_{OF,m}$ , gelb / orange) sowie alle Messpunkte in den oberflächennahen Bereichen je Korn ( $L_{ON}$  in grün,  $R_{ON}$  in blau). Die Orientierungsfasern für perfekte Rotation von  $L_{OF,m}$  und  $R_{OF,m}$  genau um TD erscheinen folglich als je ein konzentrischer Kreis pro Pol in schwarz ( $F_L$ ) bzw. lila: ( $F_R$ ). In Abb. 4.16a wurden zusätzlich alle Orientierungen in Subkorn 1 (vgl. Abb. 4.15a) in braun eingezeichnet (R K1).



**Abbildung 4.16:** (111)-Polfigur zu TKD-Messungen in Abb. 4.15 für Versuche BK-N (links) und BK-N10 (rechts).  $L_{OF,m}$  /  $R_{OF,m}$  und  $F_L$  /  $F_R$ : Mittl. Orientierungen der oberflächenfernen Bereiche im linken / rechten Korn und jeweilige TD-Orientierungsfaser.  $L_{ON}$  /  $R_{ON}$ : Datenpunkte in oberflächennahen Bereichen (linkes / rechtes Korn). R K1: Orientierung (Sub)korn 1 in Abb. 4.15a. Pfeile visualisieren Rotationen.

In Versuch BK-N (Abb. 4.16a) konzentriert sich ein wesentlicher Teil der Datenpunkte in beiden Körnern nahe an  $L_{OF,m}$  bzw.  $R_{OF,m}$  auf den Orientierungsfasern bei Rotationswinkeln um TD kleiner ca.  $30^\circ$  bzw.  $20^\circ$  im linken und rechten Korn (im Uhrzeigersinn, siehe Pfeile in der Mitte), ähnlich zu den Clustern CL1 / CR1 in der EBSD-Analyse (vgl. Abb. 4.10). Im rechten Korn weicht die Punktwolke zweier Pole dabei systematisch nach rechts (in +SD-Richtung) von der Faser ab (blaue Pfeile), vergleichbar mit EBSD-Cluster CR2. In beiden Körnern ist ersichtlich,

dass ein Teil der Datenpunkte viel weiter um TD rotiert ist. Dies ist exemplarisch für das linke Korn illustriert (gestrichelter, grüner Pfeil, grob  $80^\circ - 110^\circ$ ). Die Datenpunkte in Subkorn 1 (R K1) fallen für einen Pol (unten) mit solchen in  $R_{ON}$  zusammen, liegen ansonsten jedoch abseits der Faser (braune Pfeile), analog zu den EBSD-Clustern CR3.

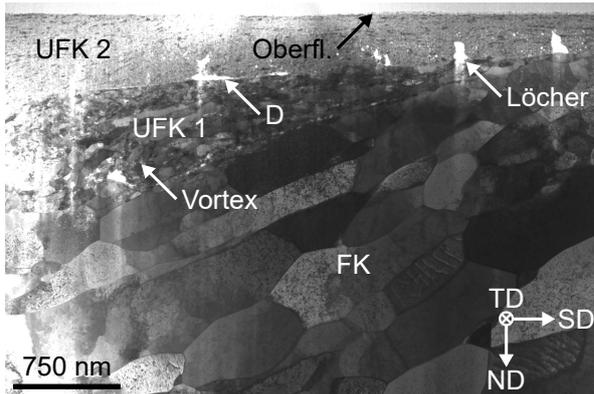
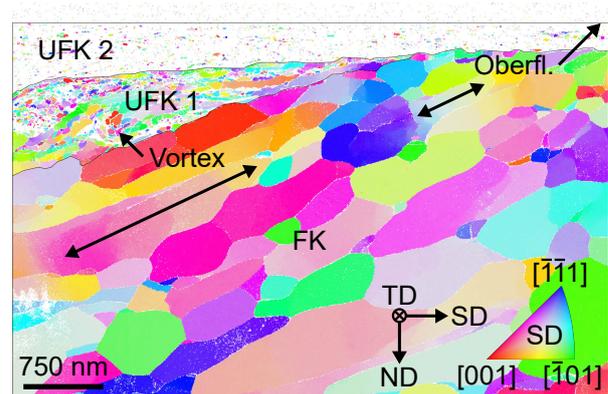
Auch nach zehn Übergleitungen (Abb. 4.16b, Versuch BK-N10) stellen sich die beobachteten Kristallrotationen qualitativ ähnlich dar, mit drei wichtigen Unterschieden: Erstens ist der Teil nahe der mittleren Orientierungen der oberflächenfernen Bereiche ( $L_{OF,m}$  bzw.  $R_{OF,m}$ ) auf den Orientierungsfasern konzentrierter Datenpunkte zu größeren Winkeln um TD rotiert: Bis zu ungefähr  $30^\circ$  im rechten und  $40^\circ$  im linken Korn (vgl. grüne Pfeile, mit einer Lücke bei  $25^\circ$ ). Zweitens sind diese Datenpunkte nun auch im linken Korn systematisch verschoben (vgl. exemplarische, grüne Pfeile) - in +SD (nach rechts) und +ND (nach unten). Auch im rechten Korn treten zusätzlich zu den bereits bei BK-N sichtbaren Verschiebungen in +SD (nach rechts) auch solche in +TD (nach unten) auf. Drittens sind schließlich die Datenpunkte in beiden Körnern insgesamt deutlich stärker fragmentiert als nach einer Übergleitung, mit einer Vielzahl konzentrierter, verteilter Punktwolken, deren Position sich nicht eindeutig zuordnen lässt. Diese Punktwolken sind vermutlich mit der Vielzahl neugebildeter Subkörner in beiden Bikristall-Körnern assoziiert.

Für die Versuche abweichender Laststufe (BK-H / BK-SH) und Gleitrichtung (BK-NI) sind gleichartige TKD-Messungen und Polfiguren in Abb. A.17, A.18 im Anhang zusammengestellt, werden hier aber nicht im Detail besprochen. Kurz zusammengefasst zeigen die Versuche mit hoher (BK-H) und sehr hoher (BK-SH) Laststufe eine qualitativ zu dem Versuch mit niedriger Laststufe (BK-N) vergleichbare Systematik, jedoch mit größeren, langgestreckten (BK-H) bzw. zahlreicheren Subkörnern (BK-SH) im linken Korn. Ebenso entsprechen die in den Polfiguren zu BK-H und BK-SH sichtbaren Kristallrotationen im Grundsatz qualitativ Abb. 4.16a. In Versuch BK-NI mit invertierter Gleitrichtung ist ähnlich wie in Absch. 4.3.2 eine Umkehr des Vorzeichens der Kristallrotationen um TD (gegen den Uhrzeigersinn) sowie eine Richtungsumkehr der für Versuch BK-N beschriebenen, lateralen Verschiebung der Datenpunkte im rechten Korn sichtbar (in -SD). Bei Versuch BK-NI können keine Subkörner mit Missorientierungen zum umliegenden Gefüge nahe der Zwillingsbeziehung  $M_Z$  identifiziert werden.

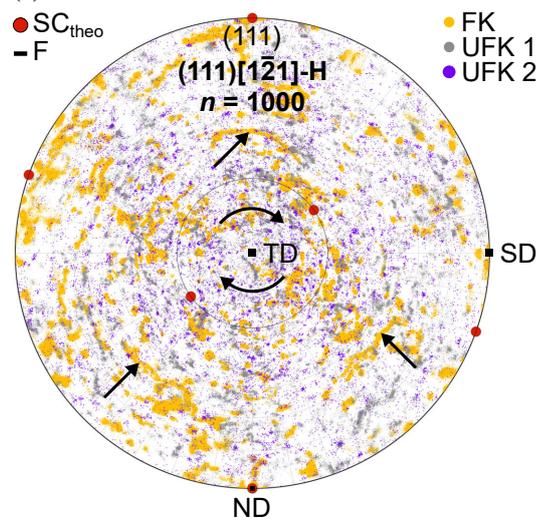
### **Langfristige Entwicklung: Struktur der UFK-Schicht**

Wie in Absch. 4.3.3 ausgeführt, zeigt sich nach 1000 Übergleitungen in der Mehrzahl der Versuche eine ultra-feinkörnige, sog. *UFK-Schicht*, die sich jedoch mittels Querschnittsbildern

aufgrund der beschränkten Auflösung im Sekundärelektronenkontrast nur unzureichend charakterisieren lässt. Abb. 4.17 zeigt daher eine hochauflösende STEM-Hellfeld-Aufnahme (4.17a) sowie eine zugehörige TKD-Messung (4.17b) des oberflächennahen Bereiches von Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H bei  $n = 1000$ , wo nach Absch. 4.3.3 die ausgeprägteste UFK-Schichtbildung auftrat (vgl. Abb. 4.14d).

(a) STEM:  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H,  $n = 1000$ (b) TKD:  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H,  $n = 1000$ 

(c)



**Abbildung 4.17:** Detaillierte UFK-Schichtcharakterisierung am Beispiel  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H ( $n = 1000$ ). **a:** STEM-Hellfeld-Aufnahme mit drei Bereichen in abnehmendem Abstand zur Oberfläche: FK, UFK1 und UFK2. Pfeil D: Delamination. Weiße Bereiche: Löcher in der TEM-Lamelle. **b:** Zugehörige TKD-Aufnahme mit SD-Farbcodierung. Manuell definierte Polygone (schwarze Linien) markieren Bereiche, zweiseitige Pfeile Orientierungsgradienten innerhalb langgestreckter Körner. **c:**  $(111)$ -Polfigur zu TKD-Daten in b.  $SC_{\text{theo}}$  (rot) markiert die theoretische Einkristall-Orientierung, F die zugehörige Orientierungsfaser für Rotation um TD (vgl. Pfeile). Kleine Punkte entsprechen Datenpunkten der Regionen FK (gelb), UFK1 (grau) und UFK2 (lila, doppelte Größe). Pfeile markieren ungefähr konzentrisch um TD liegende FK-Datenpunkte.

Die STEM-Aufnahme lässt von der Oberfläche nach unten drei durch linienförmige Diskontinuitäten klar voneinander abgegrenzte Bereiche erkennen: Die Korngröße nimmt dabei mit zunehmendem Abstand zur Oberfläche von UFK2 über UFK1 bis zu einer im Vergleich grobkörnigen FK-Schicht jeweils sprunghaft zu. Zwischen UFK2 und UFK1 ist Delamination (Pfeil

D) erkennbar, in Schicht UFK1 sind einige Körner vortexförmig angeordnet (vgl. Pfeil). Sehr hell oder weiß erscheinende Bereiche der TEM-Lamelle entsprechen im Hellfeld-Kontrast sehr dünnen Bereichen oder voll elektronentransparenten Löchern.

In Abb. 4.17b ist die TKD-Messung eines etwas größeren Bereiches um die Aufnahme in Abb. 4.17a mit SD-Farbcodierung dargestellt. Nicht indizierte Messpunkte erscheinen weiß. Der Vortex sowie die drei Bereiche UFK2, UFK1 und FK sind klar erkennbar; letztere wurden mittels manuell gezeichneter Polygone (schwarze Linien) in MTEX maskiert. Während die FK-Schicht fast vollständig indiziert werden konnte (84,4 %), nimmt der Anteil indizierter Pixel von UFK1 (26,8 %) zu UFK2 (4,0 %) stark ab. Die erfolgreich indizierten Datenpunkte zeigen jedoch eindeutig, dass in beiden UFK-Schichten sehr kleine Kupferkörner vorliegen. Als sehr grobe Näherung wurde in den drei Bereichen FK, UFK1 und UFK2 der mittlere Korndurchmesser berechnet (längste Gerade zwischen zwei beliebigen Punkten der Einhüllenden, Korn-Grenzwinkel  $2^\circ$ , mind. 3 Pixel pro Korn, außer bei UFK2): Mit Werten von ca. 484 nm, 87 nm und 43 nm kann in den UFK-Schichten von nanokristallinen Körnern gesprochen werden, wobei der Wert insbesondere für UFK2 aufgrund der geringen Indizierungsrate zu großen Korngrößen hin verzerrt ist. In der FK-Schicht sind einzelne, langgestreckte Körner erkennbar, in denen bezüglich SD ein Orientierungsgradient entlang der langen Kornachse erkennbar ist (vgl. Doppelpfeile).

Schließlich gibt die (111)-Polfigur in Abb. 4.17c Aufschluss über die Verteilung kristallographischer Orientierungen innerhalb der drei in Abb. 4.17b markierten Schichten. Alle Datenpunkte pro Schicht sind dabei in den Farben gelb (FK), grau (UFK1) und lila (UFK2, Punkte doppelt so groß) eingezeichnet. Zur Orientierung wurde außerdem die theoretische Orientierung des Einkristalls in Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]\text{-H}$  ( $SC_{\text{theo}}$ , also  $-\text{ND} = [111]$  und  $\text{SD} = [\bar{1}\bar{2}1]$ ) mittels großer, roter Pole markiert, sowie die zugehörige Orientierungsfaser F für Rotation um TD (vgl. Pfeile und schwarze Linien). Die Polfigur lässt für keine der Schichten einen systematischen Zusammenhang der Datenpunkte zur initialen Einkristall-Orientierung  $SC_{\text{theo}}$  erkennen. In der FK-Schicht lassen sich jedoch einzelne Bereiche identifizieren, die sich ungefähr auf konzentrischen Kreisen um TD erstrecken (siehe Pfeile). Ansonsten erscheinen die Pole in allen Schichten zufällig verteilt, wobei die Anzahl sichtbarer Orientierungs-Anhäufungen in der Reihenfolge FK, UFK1, UFK2 zunimmt. Deren jeweilige Größe nimmt gleichzeitig ab. Rein qualitativ erweckt die Polfigur-Darstellung also den Anschein, dass sich die Orientierungsverteilung innerhalb der drei Schichten in dieser Reihenfolge zunehmend einer Gleichverteilung annähert.

## 5 Diskussion

In Absch. 2.5 wurden anhand der Literatur drei Leitfragen für diese Arbeit motiviert. Die Diskussion der Ergebnisse aus Kap. 4 erfolgt entlang dieser Leitfragen ebenfalls in drei Abschnitten: Zunächst werden in 5.1 elementare, tribologisch induzierte Verformungsmechanismen im *Frühstadium* identifiziert und der Einfluss von Kristallorientierung, Belastungsbedingungen und Korngrenzen auf dieselben erörtert. 5.2 bespricht darauf aufbauend anhand der kristallorientierungs- und laststufenabhängigen *Entwicklung* von Mikrostruktur und Verformung die Frage, welche *Bedeutung die ursprüngliche Kristallorientierung* nach vielfacher Übergleitung noch für die ablaufenden Verformungsprozesse und Reibspurtopographie besitzt. Schließlich folgt vor dem Hintergrund dieser beiden Abschnitte in 5.3 abschließend eine Betrachtung der Interdependenz von anisotroper *Reibung und Verformung*.

### 5.1 Mechanismen tribologisch induzierter Verformung im Frühstadium

Voraussetzung und Vorfrage für eine Diskussion der *Entwicklung* tribologisch induzierter Verformung und Reibung in Abhängigkeit von der Kristallorientierung ist die Analyse und Einordnung von im *Frühstadium* wirkenden Verformungsmechanismen wie Kristallrotation und Scherung.

#### 5.1.1 Kristallrotation und Zwillingsbildung

Eine Reihe von Arbeiten identifizieren Rotationen des Kristallgitters um TD infolge tribologischer Belastung von Metallen als wichtigen Verformungsmechanismus (z.B. [10, 149, 153], vgl. Absch. 2.3). Sowohl Eigenschaften, Kinematik, Randbedingungen als auch Abhängigkeit von initialer Kristallorientierung und Belastungsbedingungen solch tribologisch induzierter Kristallrotationsprozesse sind hingegen - insbesondere im Frühstadium - bisher noch nicht hinreichend gut verstanden. Eine detaillierte Analyse dieser Fragestellung wurde in Haug et al. [152] anhand vollkommen zerstörungsfreier EBSD-Messungen (vgl. Absch. 4.3.2) für die Bikristall-Versuche BK-N, BK-NI (invertierte Gleitrichtung) und BK-SH (vierfache Normallast) bereits publiziert,

worauf die folgende Diskussion aufsetzt [152]. Hier wird die Analyse unter Zuhilfenahme der EBSD-Messungen an Einkristallen um eine noch differenziertere Betrachtung der Orientierungsabhängigkeit tribologisch induzierter Kristallrotationskinematik erweitert. Zusätzliche Erkenntnisse liefern auch die - nicht zerstörungsfreien, aber hochauflösenden - TKD-Messungen in Absch. 4.3.4.

### Die drei Typen der Kristallrotation

In den EBSD-Polfiguren sowohl der Bikristall- (Abb. 4.10, A.15) als auch der Einkristall-Versuche (Abb. 4.11, A.20) wurden (pro Korn) für die Datenpunkte innerhalb der Reibspur bis zu drei Cluster identifiziert, die eine charakteristische Orientierungsbeziehung zu den Datenpunkten außerhalb der Reibspur besitzen (vgl. Absch. 4.3.2). Diese lassen sich in Anlehnung an [152] für alle Versuche - unabhängig von (Korn-)Orientierung und Laststufe - drei charakteristischen Rotationsprozessen oder *Typen der Kristallrotation* zuordnen:

*Typ 1*-Kristallrotationen umfassen dabei sämtliche C1-Cluster (womit neben den C1-Einkristall-Clustern hier und im Folgenden stets auch die Bikristall-Cluster CL1 und CR1 gemeint sind, sofern nicht explizit differenziert wird). Diese sind dadurch charakterisiert, dass das Kristallgitter eine Rotation fast perfekt um  $+TD$  oder  $-TD$  (im Falle des Versuchs BK-NI mit invertierter Gleitrichtung) ausgeführt hat, also sehr gut durch die jeweilige Orientierungsfaser beschrieben wird (vgl. Absch. 4.3.2). Die Größe der Rotationswinkel um  $\pm TD$  unterscheidet sich je nach Orientierung und Last, ist jedoch mit bis zu ca.  $35^\circ$  im Vergleich zu den übrigen Datenpunkten (s.u.) relativ klein [152]. Es sei angemerkt, dass aufgrund der manuellen Definition der die Cluster begrenzenden Polygone sämtliche Angaben von Rotationswinkeln (und daraus abgeleitete Größen, z.B. (mittlere) Missorientierungen) als Größenordnungen zu verstehen sind, nicht als genaue Werte. Dies betrifft insbesondere Fälle mit kontinuierlicher, nicht-diskreter Verteilung von Datenpunkten entlang der Faser (z.B.  $(110)[\bar{1}10]$ -N in Abb. 4.11c). Neben einer Rotation fast genau um  $\pm TD$  ist also gerade ein im Vergleich zu den anderen Kristallrotationstypen kleiner Rotationswinkel bestimmendes Merkmal der Typ 1-Rotationen [152].

Im Unterschied dazu zeichnen sich *Typ 2*-Rotationen (C2-Cluster) durch größere Rotationswinkel von ca.  $20 - 105^\circ$  um  $\pm TD$  aus, sowie (in der Mehrzahl der Fälle) ein systematisches Abweichen der Rotationsachse von  $\pm TD$ . Letzteres ist in den EBSD-Polfiguren als laterale Verschiebung der Datenpunkte von der Orientierungsfaser sichtbar. Diese Abweichung lässt sich als eine die Haupt-Rotationsbewegung um  $\pm TD$  überlagernde, zusätzliche Rotation um eine zu TD orthogonale Achse interpretieren. Während diese Definition grundsätzlich jener in [152] entspricht, muss hier

bezüglich der konkreten Ausprägung der überlagerten Rotation nach (Ursprungs-)Orientierung differenziert werden.

So lässt sich der für die Bikristall-Versuche BK-N (Abb. 4.10a+b) und BK-SH (Abb. A.15c+d) in den EBSD-Polfiguren sichtbare Versatz in +TD als eine Rotation um –SD beschreiben; jener in –TD bei Versuch BK-NI (invertierte Gleitrichtung, Abb. 4.10c+d) wiederum als eine Rotation um +SD. Dies trifft für beide Körner zu. Entscheidend ist ferner, dass sich bei Inversion der Gleitrichtung gleichzeitig der Drehsinn (Vorzeichen) *beider* superponierten Rotationen (also um  $\pm$ TD und  $\pm$ SD) umkehrt [152]. Abseits dieser Idealisierung mag die resultierende Gesamtrrotationsachse in der Realität möglicherweise auch Anteile um  $\pm$ ND enthalten. Nach Abb. 4.10a+b zu urteilen sind diese jedoch gering [152].

Bei den Einkristall-Versuchen scheint sowohl die mit der Gleitrichtung SD als auch die mit der Normalenrichtung ND zusammenfallende Kristallrichtung bestimmend für den Charakter der Typ 2-Rotationsanteile zu sein, welche die Hauptrotation um +TD überlagern: So liegen die C2-Cluster der Orientierungen  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$  und  $(110)[\bar{1}10]$  jeweils nahezu genau auf der Orientierungsfaser, es existiert also keine überlagerte Rotationskomponente (vgl. Abb. 4.11b+c). Für die beiden anderen Orientierungen  $(111)[0\bar{1}1]$  und  $(110)[001]$  liegen wie bei den Bikristall-Versuchen superponierte Rotationskomponenten vor, die jeweils SD- und ND-Anteile enthalten (bei  $(111)[0\bar{1}1]$  v.a. –SD, bei  $(110)[001]$  v.a. +ND, vgl. Abb. 4.11a+d). Bezüglich  $(111)[0\bar{1}1]$  ist also sowohl eine Änderung der mit SD, wie auch der mit ND zusammenfallenden Richtung des Kristallgitters mit einer veränderten Typ 2-Ausprägung assoziiert. Dies ist mit der Lage der Gleitsysteme und Anisotropie der Reibspurtopographie dieser Einkristall-Orientierungen kompatibel, wie in Absch. 5.2.2 ausgeführt wird. Analog zu den Bikristall-Versuchen trifft diese Analyse unabhängig von der Laststufe zu (niedrige und hohe).

Schließlich sind die C3-Cluster dadurch charakterisiert, dass je einer ihrer Pole mit der Orientierungsfaser und einem C1-Pol zusammenfällt, die übrigen Pole aber abseits der Faser liegen (Ausnahme: Orientierung  $(110)[001]$ ). Damit hängt zusammen, dass die mittlere Missorientierung zu C3 ausgehend von C1 systematisch näher an einer  $M_Z$ -Zwillingsmissorientierung (vgl. Absch. 2.1.2) liegt als von der jeweiligen, unverformten Ausgangsorientierung  $A_m$  (vgl. Absch. 4.3.2, Tab. 4.2 und A.6). Daraus folgt, dass sich die diesen C3-Clustern entsprechenden Typ 3-Rotationen<sup>1</sup> als eine Kombination aus Typ 1-Rotation und mechanischer Zwillingsbildung

<sup>1</sup> Wegen der Kombination aus Rotation und Zwillingsbildung ist es strenggenommen ungenau, von Typ 3-Rotationen zu sprechen. Dessen ungeachtet wird diese Bezeichnung hier im Interesse besserer Lesbarkeit beibehalten.

interpretieren lassen [152]. Über die zeitliche Abfolge von Rotation und Zwillingsbildung (gleichzeitig oder nacheinander, Reihenfolge) kann auf Basis der vorliegenden Daten keine verlässliche Aussage getroffen werden. Da für die Orientierung  $(110)[001]$  weder bezüglich  $C1$  noch  $A_m$  eine  $M_Z$ -Missorientierung vorliegt, sind die mit den CR3-Cluster der Versuche  $(110)[001]$ -N und  $(110)[001]$ -H assoziierten Kristallrotationen einem Typ 2-Verhalten zuzurechnen, mit ggü. den C2-Clustern noch größeren Rotationswinkel um  $+TD$  und  $-SD$ .

Wie in [152] ausgeführt, hängt die Aktivierung von Zwillingsystemen bekanntermaßen von der Scherrichtung ab (vgl. z.B. [41, 59]), und damit implizit von der kristallographischen Orientierung. Vor diesem Hintergrund leuchtet es - erstens - ein, dass Typ 3-Rotationen im Falle der Bikristall-Versuche nur im rechten Korn und nur bei Gleiten in  $+SD$ -Richtung festgestellt wurden. Zweitens ist es plausibel, dass diese zwar nicht bei allen Einkristall-Orientierungen auftreten, dann jedoch über verschiedene Laststufen hinweg. Hier stellt sich die Frage, welche Wichtigkeit und Signifikanz die drei beschriebenen Rotationsmechanismen (Typ 1–3) relativ zueinander besitzen. Dieser Frage geht der folgende Abschnitt nach.

### **Relative Signifikanz der drei Typen der Kristallrotation**

In Absch. 4.3.2 wurde anhand von Tab. 4.1, A.5 festgestellt, dass in allen dort betrachteten Bikristall-Versuchen die C1-Cluster beider Körner die jeweils höchsten  $C_{ind}$ -Werte aufweisen, die C3-Cluster wiederum die niedrigsten von nur 2 %. Die absolut gemessene Häufigkeit von Typ 1-Kristallrotationen ist demnach ungefähr 2 – 7 Mal so groß wie die von Typ 2-Rotationen [152]. Gleichzeitig weisen C1-Cluster dabei im Mittel auch die höchste EBSD-Datenqualität im Sinne eines hohen Bandkontrasts (und vieler indizierter Kikuchi-Bänder [152]) auf. Wie in [152] im Detail ausgeführt, lässt sich hieraus auf Basis der qualitativ besten Daten schlussfolgern, dass Kristallrotationen des *Typ 1* im relativen Vergleich die höchste Signifikanz und Bedeutung besitzen, also ein Rotationsprozess um  $\pm TD$  - unabhängig von kristallographischer Orientierung, Gleitrichtung und Last - den *zentralen Mechanismus tribologisch induzierter Kristallrotationskinematik* im Frühstadium darstellt. Dies illustrieren beispielhaft auch die inversen Polfiguren zu den Versuchen BK-N und BK-NI in Abb. A.14 im Anhang: Die mit ND nach der Rotation zusammenfallenden Orientierungen (s. Pfeile) unterscheiden sich zwischen den Versuchen, nicht aber die primäre Rotationsachse (TD) [152]. Jeweils relativ geringere Signifikanz besitzen Typ 2- und Typ 3-Rotationen. Lässt sich die These der fundamentalen Bedeutung von Typ 1-Rotationen jedoch auch mit den Einkristall-EBSD-Daten in Einklang bringen und damit bestätigen?

Nach der Auswertung von Tab. 4.2, A.6 fallen zunächst drei potentielle Widersprüche auf. Erstens beträgt  $C_{ind}$  bei Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -N für C1 nur ca. ein Drittel von C2, Typ 2-Rotationen werden also in absoluten Zahlen öfter beobachtet als ihr Typ 1-Pendant. Für die Orientierung  $(111)[1\bar{2}1]$  ist dies sogar bei beiden Laststufen der Fall, wobei das Verhältnis mit ca. 8 – 12 noch deutlich größer ist. Drittens ist in Versuch  $(110)[\bar{1}10]$ -H der Bandkontrast des Clusters C2 ggü. Cluster C1 um zwei Punkte (ca. 1,5 %) erhöht - im Widerspruch zur sonst eindeutigen Systematik. Aufgrund der geringen prozentualen Differenz und dem nur einmaligen Auftreten in zwölf untersuchten Versuchen erscheint es wahrscheinlich, dass es sich bei Letzterem um einen Ausreißer handelt. Diesem Umstand wird hier daher geringe Bedeutung zugemessen.

Als relevant einzuschätzen sind hingegen die beiden ersten Beobachtungen. Frappant bezüglich Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -N ist die Tatsache, dass Cluster C2 bei hoher Laststufe und gleicher Orientierung, also Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -H, mit 2 % zugunsten eines sehr stark ausgeprägten Typ 1-Clusters C1 ( $C_{ind} \approx 71\%$ ) sowie eines weit überdurchschnittlich prävalenten C3-Clusters (21 %) beinahe verschwindet. Möglicherweise besitzen die Belastungsbedingungen für diese Orientierung eine herausragende Bedeutung, wobei bei niedriger Laststufe große Rotationswinkel um TD mit entsprechend überlagerter Rotation um  $-SD$  begünstigt sind, also eine Kristallrotation kinematisch oder energetisch einfacher möglich ist, bei hoher Laststufe aber nicht, wodurch möglicherweise verstärkt kombinierte Rotation und Zwillingsbildung auftreten. In [152] wird darauf hingewiesen, dass die Betrachtung von absoluten Pixelzahlen pro Cluster möglicherweise verzerrend wirken kann, und daher für Versuch BK-N auch die jeweilige *Belegungsdichte* betrachtet. Diese ist ein Maß für die Dichte von zum Cluster gehörenden Datenpunkten pro (auf der Einheitskugel eingeschlossener) Clusterfläche und im Fall beider BK-N-Körner für C1 systematisch größer als für C2. Tab. A.7 im Anhang zeigt, dass dies mit Ausnahme von Orientierung  $(111)[1\bar{2}1]$  (s. unten) auch für sämtliche Einkristall-Versuche zutrifft. Diese starke, räumliche Konzentration von Datenpunkten mit Typ 1-Charakter auch in Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -N bestätigt den grundlegenden Charakter und die Bedeutung von Typ 1-Rotationen.

Der zweite, vermeintliche Widerspruch - auch die Belegungsdichte für die Versuche  $(111)[1\bar{2}1]$ -N und  $(111)[1\bar{2}1]$ -H widerspricht scheinbar der These - lässt sich folgendermaßen auflösen. Für die Orientierung  $(111)[1\bar{2}1]$  treten zwar Typ 1-Rotationen unzweifelhaft häufiger und räumlich konzentrierter auf als Typ 2, gleichzeitig beinhalten Typ 2-Rotationen für diese Orientierung aber gerade *keine* weitere, jener um TD superponierte Rotationskomponente. Dies untermauert eindeutig die fundamentale Bedeutung von Rotationen um TD, also mit Typ 1-Charakter. Während der bimodale Charakter der Orientierungsverteilung später diskutiert wird, ist dies

ein möglicher Hinweis darauf, dass eine Kristallrotation um TD durch die der gegebenen Orientierung inhärenten Anordnung der Gleitsysteme besonders einfach ermöglicht wird. In der Gesamtschau bestätigen also auch die Einkristall-EBSD-Daten die oben formulierte These, dass Typ 1-Rotationen um  $\pm$ TD ungeachtet der Kristallorientierung eine herausragende Bedeutung besitzen. Gleichzeitig ist klar, dass Kristallorientierung, Last und Gleitrichtung beeinflussen, wie genau diese Kristallrotationen akkommodiert werden (relative Häufigkeit und konkrete Ausprägung der Typen 1–3).

Die Vermutung einer weitergehenden Allgemeingültigkeit dieser Analyse stützt der Befund, dass tribologisch induzierte Kristallrotationen um TD in der Literatur sowohl für verschiedene Materialpaarungen und Kontaktgeometrien (z.B. Saphirkugel auf Kupferplatte [146, 147, 149], Stahlring auf Kupferblock [153], Bronzepin auf Bronzescheibe [10] oder Stahlstift auf Eisenscheibe [154] usw.) als auch Stadien (einzelne [146, 149, 153] oder vielfache [10, 153, 154] Übergleitung / Scheibenumdrehung) berichtet wurden [152]. Dies legt nahe, dass tribologisch induzierte Kristallrotation nicht Folge eines bestimmten Spannungszustands ist, wie z.B. nach Hamilton bei Kugel-Platte-Kontaktgeometrie [37] - sondern vielmehr ein Resultat der tribologischer Belastung inhärenten Kombination aus Normal- und Scherbeanspruchung des unter einer kinematischen Zwangsbedingung [232] stehenden Gleitinterfaces infolge der Relativbewegung unter Normallast [152]. So sind beispielsweise auch an der Kornrotation von Aluminium unter uniaxialer Zugbelastung nahe der Oberfläche weniger Gleitsysteme beteiligt als im Materialinneren [233] (vgl. [152]).

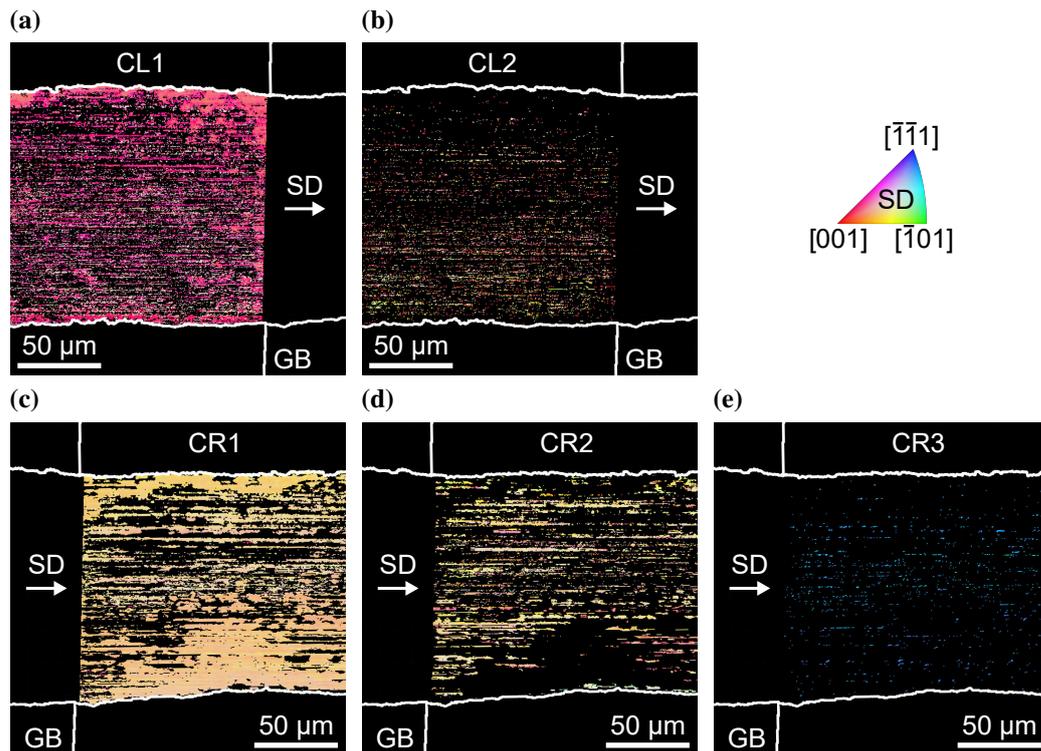
Auch wenn Typ 3-Rotationen (also Typ 1-Rotation um TD in Kombination mit Zwillingsbildung) hier mit Ausnahme von Versuch (111)[0 $\bar{1}$ 1]-H stets die geringste, relative Häufigkeit besitzen, wird dieser Mechanismus für 50 % der untersuchten Orientierungen beobachtet (vier von acht, Orientierung der beiden Körner in Versuch BK-NI berücksichtigt), und scheint damit keine seltene Ausnahmerecheinung zu sein. Während die Orientierungsabhängigkeit plausibel ist (s. oben), mag das Auftreten von mechanischer Zwillingsbildung in Anbetracht der mittleren Kupfer-Stapelfehlerenergie  $\gamma_{Cu}$  (vgl. Absch. 2.1.2) verwundern. Während tribologisch induzierte Zwillingsbildung [194] bei kfz-Metallen oder -Legierungen mit niedriger Stapelfehlerenergie wie Hadfield-Stahl [234] erwartbar ist [41, 46], trifft dies auf Kupfer nicht in gleichem Maße zu. Nichtsdestotrotz existieren Literaturbeispiele für Zwillingsbildung infolge tribologischer Last auch für Materialien mit mittelgroßer (CoCrFeMnNi [156]) oder sogar großer Stapelfehlerenergie (Nickel [235, 236]). Möglicherweise begünstigt tribologische Last unter bestimmten Bedingungen (Kristallorientierungen, Last usw.) also Zwillingsbildung gegenüber plastischer Verformung

durch Versetzungsgleiten. In der Gesamtschau zeigt sich, dass Typ 3-Kristallrotationen zwar nicht die Breite der Bedeutung ihrer Typ 1-Pendants besitzen, aber trotzdem einen wichtigen Mechanismus konstituieren.

### **Räumliche Verteilung, Oberflächenrauheit und Größe der Rotationswinkel**

Die großflächige Messung tribologisch induzierter Kristallrotationen mittels EBSD erlaubt eine Untersuchung der Frage, ob die drei Kristallrotationstypen möglicherweise mit einer charakteristischen Position innerhalb der Reibspur assoziiert sind, beispielsweise mit bestimmten Abstand zu den Seiten der Spur oder der Korngrenze. Abb. 5.1 zeigt hierzu exemplarisch für Versuch BK-N in jedem Teilbild ausschließlich die in je einem der fünf Cluster enthaltenen (indizierten) Datenpunkte innerhalb der Reibspur (eingefärbt bezüglich SD) [152]. Für beide Körner ist ersichtlich, dass die Datenpunkte aller Cluster grundsätzlich über den ganzen Messbereichs (des jeweiligen Kornes) verteilt liegen, wobei in einigen Fällen Häufungen auftreten (z.B. für CL1 am oberen Rand der Spur nahe der Korngrenze, vgl. Abb. 5.1a). Auffällig ist, dass die einzelnen Cluster in horizontalen, *zeilenartigen* Mustern angeordnet sind, welche an das typische Aussehen tribologisch beanspruchter Metalloberflächen mit (milder) Furchenbildung erinnern (vgl. Abb. 4 bei [29], aber auch Abb. A.11). In [152] wird ferner ausgeführt, dass diese Beobachtungen auch für die Bikristall-Versuche BK-SH (sehr hohe Laststufe) und BK-NI (invertierte Gleitrichtung) gelten, wobei insgesamt keine Systematik bezüglich bevorzugter Positionen je Rotationstyp erkennbar ist. Ebenso trifft dies auch für die Einkristall-Versuche zu, wie Abb. A.21 im Anhang beispielhaft anhand der Versuche  $(111)[0\bar{1}1]$ -N und  $(110)[\bar{1}10]$ -N zeigt. Von besonderem Interesse ist die Tatsache, dass auch Typ 3-Rotationen innerhalb der Reibspuren weit verteilt auftreten (vgl. Abb. 5.1e, A.21e), also keine Folge eines (einmaligen) lokalisierten Ereignisses sind [152]. Zunächst werden diese Beobachtungen auf Basis der zerstörungsfreien EBSD-Messungen weiter analysiert, bevor im nächsten Abschnitt deren physikalische Verträglichkeit mit der EBSD-Informationstiefe und der per TKD hochauflösend abgebildeten Querschnitts-Mikrostruktur abgeglichen wird, welche auch einen detaillierten Blick auf die unmittelbare Umgebung der Korngrenze erlaubt.

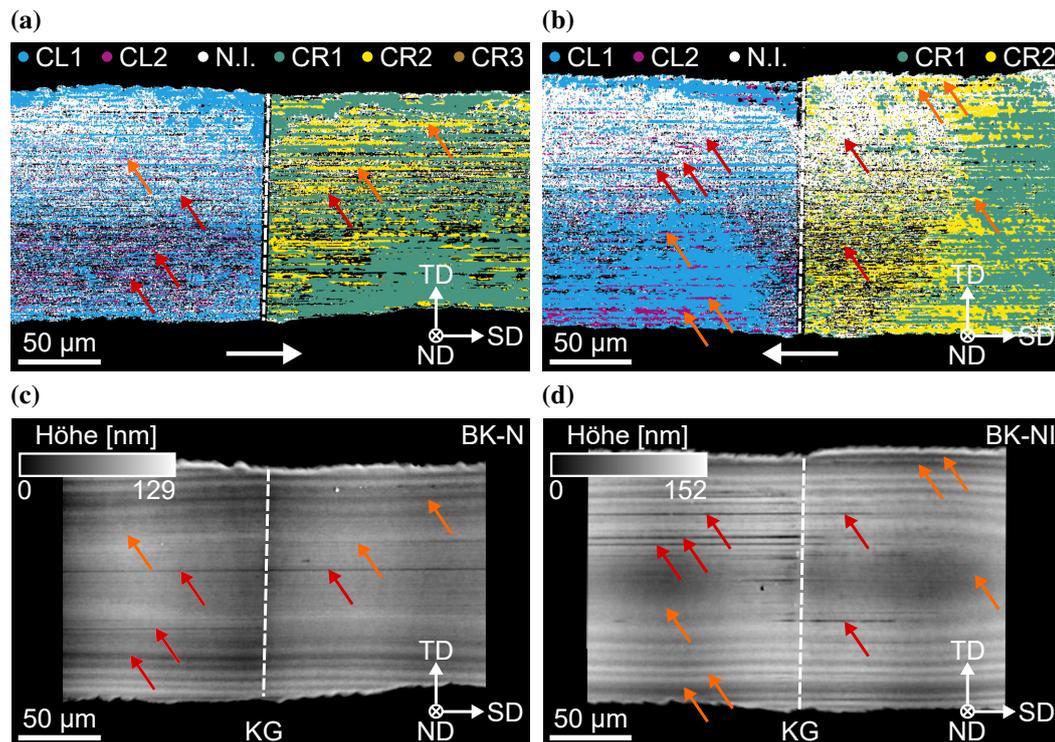
In Zusammenhang mit der zeilenartigen Anordnung von Bereichen verschiedener Rotationstypen (vgl. Abb. 5.1, A.21) ist erneut die Tatsache relevant, dass Typ 2- gegenüber Typ 1-Rotationen gleichzeitig mit größeren Rotationswinkeln und geringerer EBSD-Datenqualität (Bandkontrast, Anzahl indizierter Bänder, vgl. Absch. 4.3.2 / [152]) assoziiert sind. Es ist plausibel, dass größere Rotationswinkel mit stärkerer plastischer Verformung (resultierend in einer höheren



**Abbildung 5.1:** Räumliche Verteilung der Kristallorientierungen (Einfärbung bezüglich SD) je Cluster in Versuch BK-N. Je Teilabbildung sind ausschließlich die (indizierten) Orientierungen eines Clusters sowie der Umriss der Reibspur (weiß) dargestellt. Adaptiert von [152]

Versetzungsdichte) einhergehen. Gleichzeitig führt eine höhere Versetzungsdichte üblicherweise zu einer Verzerrung von EBSD-Rückstreubildern (und damit geringere Indizierungsrate) sowie einer Abnahme von EBSD-Qualitätsparametern wie dem Bandkontrast (vgl. [152, 237, 238]). Berücksichtigt man ferner, dass tribologische Belastung (im Anfangsstadium) meist mit einer Veränderung von Oberflächenrauheit und Topographie einhergeht (z.B. durch Einglätten von Asperitäten, vgl. [170, 184]), liegt es nahe, einen Zusammenhang zwischen Grad der plastischen Verformung, Kristallrotationstyp und finaler Oberflächentopographie zu vermuten.

Abb. 5.2 [152] stellt für die Versuche BK-N und BK-NI jeweils die räumliche Verteilung der jeweiligen Cluster (oben, jeder Pixel nach Zugehörigkeit zu Cluster eingefärbt) der profilometrisch gemessenen Oberflächentopographie gegenüber (unten, nivelliert durch Abzug eines Polynom dritten Grades, Bilder manuell bezüglich der EBSD-Daten registriert, vgl. [152]). Zur Untersuchung der Vermutung wurden einerseits in Abb. 5.2a+b ausgewählte Positionen mit C2-Clustern (Typ 2-Rotationen) mit Hilfe von orangen Pfeilen markiert, und diese in Abb. 5.2c+d an den jeweils gleichen Positionen eingezeichnet. Umgekehrt markieren rote Pfeile Positionen mit tiefen Oberflächenriefen (dunkel), an denen größere plastische Dehnungen vermutet werden. Es zeigt sich, dass in vielen - aber nicht allen - Fällen Typ 2-Rotationen mit stärker



**Abbildung 5.2:** Gegenüberstellung: Verteilung der Cluster (oben, eine Farbe pro Cluster / N.I.: nicht-indizierte Punkte) und Reibspurtopographie (unten, nach Untergrundabzug: Polynom 3. Grad, Ausrichtung: manuell im schwarzen Rahmen registriert) für Versuche BK-N (links) und BK-NI (rechts). Gestrichelte Linie markiert ungefähr Korngrenze (KG). Orange Pfeile markieren oben Typ 2-Cluster und wurden unten an gleicher Stelle gezeichnet, rote Pfeile markieren unten Vertiefungen (dunkel) und wurden oben an gleicher Stelle eingezeichnet. Adaptiert von [152].

verformten Bereichen (Riefen) zusammenfallen. Obwohl diese Analyse unsicherheitsbehaftet ist (beschränkte Auflösung der Profilometriedaten, manuelle Registrierung der Bilder, Beeinflussung der EBSD-Messbedingungen durch die Topographie usw.), bekräftigt sie die Hypothese, dass Typ 2-Rotationen, also größere Rotationswinkel, mit Spuren erhöhter plastischer Dehnung korrelieren [152]. Dies ist auch zu der von Heilmann et al. formulierten Vermutung [153] kompatibel, dass Rotationen um SD mit transversalem Materialfluss und der Oberflächentopographie assoziiert sein könnten [152].

### Verträglichkeit mit der Mikrostruktur im Querschnitt (TKD) und Einfluss der Korngrenze

Der vorige Abschnitt hat gezeigt, dass bei makroskopischer Betrachtung - also auf Skala der EBSD-Messungen - kein Einfluss der Korngrenze auf die Kristallrotationen detektiert werden kann. Gilt dies jedoch auch in unmittelbarer Nähe der Korngrenze, und wie verträglich sind die auf Basis der zerstörungsfreien EBSD-Messungen gewonnenen Erkenntnisse mit der Mikrostruktur im Querschnitt?

Hierzu liefern die TKD-Messungen und zugehörigen Polfiguren in Absch. 4.3.4 und Anhang A.7 wichtige Informationen. Der für Versuch BK-N im rechten Korn beschriebene Gradient mit Missorientierung  $11,7^\circ$  (Missorientierungsachse  $M_A \approx 25,8^\circ$  von TD, vgl. Abb. 4.15a) ist ein deutlicher Hinweis auf eine solche Beeinflussung der Kristallrotationen durch die Korngrenze: Während die Missorientierung zu  $RA_m$  direkt hinter der Korngrenze nur  $7,4^\circ$  beträgt ( $M_A$  ca.  $25,5^\circ$  zu TD, am linken Pfeilende), ist diese am rechten Ende des Pfeils mit  $17,7^\circ$  mehr als doppelt so groß und ihre Achse liegt mit nur  $12,6^\circ$  Abweichung deutlich näher an TD. Die Kristallrotationen direkt hinter der Korngrenze haben also Typ 2-Charakter - diese mag dort eine zusätzliche Zwangsbedingung auf die Rotationen ausüben [152] -, mit zunehmendem Abstand jedoch eher Typ 1-Charakter. Entsprechend lässt sich die in Abb. 4.15a dort kontinuierlich horizontal verlaufende Orientierungs-Diskontinuität (gestrichelte Linie in Tiefe  $t_{ON,R}$ ) als (schwach ausgeprägte) DTL (vgl. Absch. 2.3) interpretieren. Die sich oberhalb befindlichen Bereiche (ohne Subkörner) sind also in zunehmendem Abstand zur Korngrenze primär mit Typ 1-Rotationen assoziiert. Folgt man nun nach [149] der in Abb. 2.4b dargestellten Modellvorstellung der DTL, als Anordnung sesshafter Versetzungen mit Burgersvektor parallel zu ND, so lässt sich der Orientierungsgradient wie in [149] durch eine (teilweise) blockierte Transmission von (entsprechenden Versetzungscharakter anteilig enthaltenden) Versetzungen durch die Korngrenze erklären (vgl. [150, 151]).

Diese Interpretation von Abb. 4.15a (Versuch BK-N) liefert darüber hinaus einen Erklärungsansatz für die in der zugehörigen Polfigur in Abb. 4.9c für beide Bikristall-Körner markierte Lücke ohne Datenpunkte (zwischen Ursprungsorientierung und Punkten mit Typ 1-Rotation): Der DTL-ähnliche, diskrete Kristallorientierungsübergang entspräche in diesem Bild einem unteren Limit für Typ 1-Kristallrotationen um TD. Ferner erscheint es naheliegend, Typ 2-Kristallrotationen mit der DTL überlagerten, weiteren Kristallrotationen zu assoziieren, z.B. in Form von Subkörnern wie in Abb. 4.15a, oder allgemein eines Auftretens mehrerer DTLs (vgl. [146, 149, 152]). Demnach ließe sich auch die bimodale Orientierungsverteilung im rechten Korn (vgl. Abb. 4.10b) gegenüber dem kontinuierlichen Vorliegen von Datenpunkten entlang der Faser im linken Korn (vgl. Abb. 4.10a) mit dem Vorliegen einzelner, großer Subkörner (rechts) gegenüber vielen kleinen mit größerer Orientierungsvariation (links) in Einklang bringen. Zentral ist ferner, dass die Typ 3-Rotationen (d.h. Typ 1-Rotation und Zwillingsbildung) mit Hilfe der TKD-Messungen eindeutig Subkörnern zugeordnet werden können, welche nicht gegenüber der Ursprungsorientierung  $A_m$ , sondern den Typ 1-Bereichen oberhalb der DTL-artigen Diskontinuität verzwillingt sind. Dies folgt aus der TKD-Missorientierungsanalyse in Absch. 4.3.4,

nach der z.B. Korn 1 in Versuch BK-N (vgl. Abb. 4.15a) zum entsprechenden Typ 1-Bereich (am Referenzpunkt) eine Missorientierung näher an einer Zwillingsorientierung  $M_Z$  besitzt, als bezüglich der Ursprungsorientierung. Gleiches gilt auch für die Versuche BK-H, BK-SH und BK-N10 mit höheren Laststufen bzw. zehn Übergleitungen.

In diesem Zusammenhang ist wichtig, dass die per EBSD gemessene Information wie in [152] anhand einer Reihe von Arbeiten [223, 239–241] detailliert ausgeführt, vermutlich aus den obersten 50 – 100 nm unterhalb der Probenoberfläche stammen. Dies stützt mit  $t_{ON}$ -Werten im Bereich von ca. 180 – 220 nm (Versuch BK-N) einerseits die gegebene Interpretation der Zusammenhänge zwischen TKD- und EBSD-Messdaten. Außerdem liegt damit die EBSD-Informationstiefe im Bereich der initialen Kupfer-Oberflächenrauheit von ca. 62 nm - es ist also physikalisch plausibel, dass ein Einglätten von Asperitäten zu per EBSD messbaren Dehnungsunterschieden führt [152]. Die in Absch. 4.3.4 analysierten TKD-Polfiguren zeigen dreierlei: Erstens validiert Abb. 4.16a (Versuch BK-N) die in dieser Arbeit auf Basis der völlig zerstörungsfreien EBSD-Messungen durchgeführte Analyse tribologisch induzierter Kristallrotationskinematik, und bestätigt die Nützlichkeit dieses neuen Mess- und Analyseansatzes. So werden alle drei Typen der Kristallrotation auch per TKD nachgewiesen, wenn auch die jeweilige Ausprägung leicht abweicht. Beispielsweise sind für Typ 2-ähnliche Datenpunkte im linken Korn keine, im rechten Korn Verschiebungen in +SD sichtbar, was einer superponierten Rotation um –ND entspricht. Dies zeigt, zweitens, dass die Korngrenze in unmittelbarer Umgebung die Ausprägung der Kristallrotationen beeinflusst, ohne dass sich jedoch die grundlegende Systematik verändert. Dies bestätigen auch die Polfiguren für die Versuche BK-H, BK-SH und BK-NI in Abb. A.18.

### **Mehrfache Übergleitung und makroskopische Einordnung**

Drittens zeigt Abb. 4.16b für Versuch BK-N10, dass die diskutierten Mechanismen auch nach zehn Übergleitungen die beobachtete Kristallrotationskinematik noch gut beschreiben. Die gegenüber einer Übergleitung (bei ansonsten unveränderten Parametern) beobachteten, in beiden Körnern um ca.  $10^\circ$  größeren Typ 1-Rotationswinkel sind kompatibel zu der Hypothese, dass Kristallrotationen initial quantitativ am größten sind [153]. Die zunehmende Subkornbildung (vgl. Abb. 4.15b) ist auf Basis der in Absch. 2.3 dargestellten Theorien zu versetzungsbasierter Mikrostrukturentwicklung erwartbar [105, 119, 139, 142]. Dass sich die verzwilligten Typ 3-Subkörner bei  $n = 10$  (anders als bei  $n = 1$ ) unterhalb der Probenoberfläche befinden, lässt möglicherweise darauf schließen, dass erst nach mehrfacher Übergleitung auch in tieferliegenden Bereichen Typ 1-Rotationen die für Zwillingsbildung nötigen Voraussetzungen geschaffen haben,

während oberflächennahe Bereiche / Subkörner noch (inhomogen) weiter rotiert sind - und möglicherweise existierende  $M_Z$ -Beziehungen verloren gingen. Diese Hypothese ließe sich in zukünftigen Arbeiten ggf. durch Versuche mit fein abgestufter, maximaler Übergleitungsanzahl ( $n = 1, 2, 3$  etc.) und gezielter Wahl von Zwillingsbildung begünstigenden bzw. erschwerenden Orientierungen weiter untersuchen.

Schließlich stellt sich die Frage nach der Verträglichkeit der diskutierten Kristallrotationskinematik mit den übrigen, beobachteten Systemgrößen im Frühstadium. Bezüglich der Bikristall-Versuche ist eine zentrale Erkenntnis, dass die mit einer Inversion des Drehsinns sowohl der Typ 1- als auch Typ 2-Kristallrotationen (Anteil um  $\pm TD$  und  $\pm SD$ ) assoziierte Umkehr der Gleitrichtung von Versuch BK-N zu BK-NI sich gleichzeitig auch in Reibspurtopographie (Abb. 4.4) und aktiven Gleitebenen (Abb. A.11) widerspiegelt: Sowohl relative Aufwurfhöhe im linken und rechten Korn als auch aktive Gleitebenen (mit Ausnahme des rechten Kornes in Versuch  $(110)[\bar{1}10]$ -H) kehren sich dabei ebenfalls um. Dies ist wie in [152] ausgeführt auf Basis einfacher Symmetrieüberlegungen nachvollziehbar. Topographie und aktive Gleitebenen der Einkristall-Versuche werden in Abschn. 5.2.2, Zusammenhänge mit der Reibung in Abschn. 5.3 im Detail diskutiert.

### 5.1.2 Scherung

Es ist nicht nur unmittelbar einleuchtend, sondern für den (elastischen) Fall eines Kugel-Plattenkontakts auch analytisch belegt [37], dass infolge der Relativbewegung an tribologisch belasteten Oberflächen neben Normal- auch Scherspannungen in Gleitrichtung parallel zum Gleitinterface wirken. Aus Simulationsarbeiten von Gagel et al. [98] ist bekannt, dass (auch) infolge solcher Scherspannungen ein Transport von Versetzungen in Gleitrichtung stattfinden kann, wobei bevorzugt solche Gleitebenen aktiviert werden, die (möglichst) parallel zur Gleitrichtung liegen. Für den trockenen Reibkontakt aus Saphirkugel und Kupferplatte wurde im Frühstadium direkt unterhalb der Kupferoberfläche anhand einer initial geraden  $\Sigma 3$ -Zwillingskornengrenze das gleichzeitige Auftreten zweier Scherprozesse belegt: *einfache* und *lokalisierte* Scherung (vgl. Abb. 2.4 in Abschn. 2.3), in Kombination und kompatibel mit Typ 1-Kristallrotation um TD [149]. Beide Scherprozesse wurden von Haug et al. idealisiert im Sinne einer Bewegung von Stufenversetzungen mit Burgersvektor parallel zu SD erklärt [149].

Zusammengenommen ist also zu vermuten, dass sowohl Kristallorientierung (und damit Ausrichtung potentieller Gleitsysteme) als auch Laststufe (Bereitstellung der für die Überschreitung von

Versetzungsnukleation und -bewegung nötigen, aufgelösten Schubspannungen je Gleitsystem, vgl. Absch. 5.2.1) einen Einfluss auf die Ausprägung solcher tribologisch induzierter Scherprozesse haben. Unter sonst gleichen Bedingungen (gleiche Laststufe) wäre im Vergleich der Einkristall-Orientierungen unter Vorgriff auf Abschnitt 5.2.2 (Gleitsystemgeometrie)  $(111)[0\bar{1}1]$  ideal, Orientierung  $(110)[001]$  hingegen maximal ungünstig für die Akkommodation einfacher Scherung orientiert. Neben der Ausrichtung der Gleitebenen spielt hier auch die Richtung der Burgersvektoren eine Rolle: Ist der Burgersvektor eines Gleitsystems genau parallel zu SD, bewirkt eine Bewegung der entsprechenden Versetzung maximale Scherung in SD, ansonsten in Abhängigkeit vom eingeschlossenen Winkel entsprechend anteilig weniger. In Ermangelung eines Markers zum Messen der Scherung (z.B. einer Korngrenze) können diese Hypothesen zumindest im Frühstadium für die Versuche an Einkristallen jedoch leider nicht überprüft werden, da entsprechende (idealisierte) Versetzungen keine Kristallrotationen induzieren, die per EBSD oder TKD messbar wären [149]. Für die langfristige Entwicklung sei auf Absch. 5.2.3 verwiesen. Dementsprechend stellen die TKD-Messungen an den Bikristall-Versuchen in Absch. 4.3.4 die im Rahmen der vorliegenden Arbeit wichtigste Informationsquelle bezüglich tribologisch induzierter Scherprozesse im Frühstadium dar. Wie dort ausgeführt, lässt sich für Versuch BK-N zwar ein Abknicken der Korngrenze in SD vermuten (Abb. 4.15a) - in Anbetracht von Subkornbildung, nicht-indizierter Messpunkte nahe der Korngrenze sowie deren auch im oberflächenfernen Bereich welligen Verlauf nicht zweifelsfrei belegen und nur mit großer Unsicherheit quantifizieren. Ein solches Abknicken wäre zwar grundsätzlich mit oberflächennaher, einfacher Scherung kompatibel, allerdings erscheint der Winkel von ca.  $70^\circ$  zur Größe der mittleren Typ 1-Rotationswinkeln (grob:  $\leq 35^\circ$ ) inkompatibel groß [149]. Sicher festgehalten werden kann ferner, dass das vermeintliche Abknicken - und damit der von in diesem Bild von Scherprozessen betroffene Bereich - anders als in [149] nicht bis zur DTL-ähnlichen Diskontinuität bei  $t_{ON}$  reicht. Es erscheint konklusiv, dass entsprechend auch kein lokalisierter Scherprozess beobachtet werden kann. Der gleiche Befund gilt auch für die Bikristall-Versuche mit (sehr) hoher Laststufe (BK-H, BK-SH, Abb. A.17a+b) und unidirektionaler Mehrfachübergleitung (BK-N10, Abb. 4.15b), in welchen mit stärkerer Scherung zu rechnen ist.

Es lässt sich also nicht mit Bestimmtheit sagen, ob die Akkommodation einfacher Scherung durch entsprechende Versetzungsbewegung aufgrund der Bikristall-Kornorientierungen oder bestimmter Eigenschaften der generischen Bikristall-Großwinkelkorngrenze (z.B. Widerstand gegen Versetzungstransmission [150, 151]) erschwert wird, oder solche Scherung hier lediglich nicht sicher nachgewiesen werden kann. Letzteres erscheint jedoch in Anbetracht der diskutierten

Indizien sowie der Literatur wahrscheinlicher: Oberflächennahe Scherung, Dehnungsgradienten [106] und das gleichzeitige Auftreten von Kristallrotation und Scherung unter tribologischer Last sind vielfach belegt [37, 105, 119, 149]. Auch mögen die Scherspannungen für die untersuchten Laststufen z.B. gegenüber [149] zu gering für die Ausbildung nachweisbarer, einfacher Scherung sein. Diese Erkenntnisse verdeutlichen die Nützlichkeit von initial planaren Zwillingskorn Grenzen zur Untersuchung tribologisch induzierter Scherprozesse, welche z.B. in Kupfer mit Hilfe passender Wärmebehandlung zum Glück einfach zu erzeugen sind [242, 243].

## 5.2 Verformungsentwicklung in Abhängigkeit von Kristallorientierung und Laststufe

Im vorherigen Abschnitt 5.1 wurde gezeigt, dass tribologisch induzierte Kristallrotation - primär um TD - unabhängig von Kristallorientierung und Laststufe im Frühstadium einen zentralen Verformungsmechanismus darstellt, der vermutlich in Kombination mit einfacher Scherung auftritt. Gleichzeitig wurde jedoch klar, dass sowohl Kristallorientierung als auch Laststufe nichtsdestotrotz sehr wohl einen systematischen Einfluss darauf haben, *wie* selbige mikrostrukturell akkommodiert werden. Wie ändert sich diese Einschätzung, wenn nicht nur zehn, sondern anhand der Einkristall-Versuche bis zu 1000 unidirektionale Übergleitungen betrachtet werden? Lassen sich die gewonnenen Erkenntnisse übertragen, oder welche (anderen) Verformungsmechanismen spielen nun eine tragende Rolle? Wie wirkt sich insbesondere die initiale Kristallorientierung noch auf Verformung und weitere Mikrostrukturentwicklung aus, nachdem Mikrostruktur und Topographie bereits - wie für metallische, tribologische Kontakte typisch (vgl. 2.3, Absch. 2.2) - durch die vorherigen Übergleitungen verändert wurden? Der folgende Abschnitt untersucht diese Fragen, und liefert damit die Basis für eine Auseinandersetzung mit den Zusammenhängen zwischen anisotroper Verformung und Reibung in Absch. 5.3.

### 5.2.1 Physikalische Bedeutung der Laststufen für die Verformung

Die Diskussion des Einkristall-Orientierungseinflusses auf Verformungs- und Reibungsentwicklung muss entweder anhand einer einzelnen Laststufe erfolgen, oder aber versuchen, die Ergebnisse beider Laststufen zu subsumieren. Hierfür ist es lohnenswert, zunächst zu erörtern,

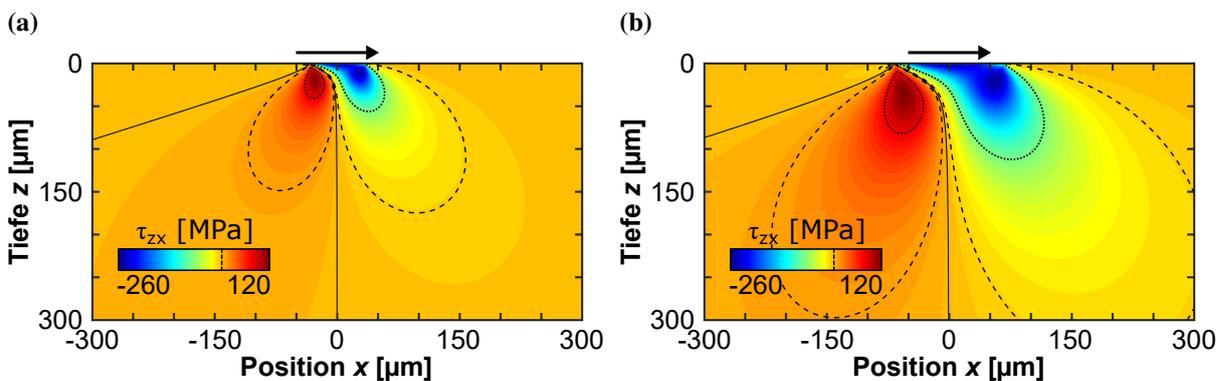
welche physikalische Bedeutung niedrige (N) und hohe (H) Laststufe besitzen (zur Erinnerung: N: Normallast  $F_N = 2\text{ N}$ , Kugeldurchmesser  $d_K = 5\text{ mm}$ ; H:  $F_N = 8\text{ N}$ ,  $d_K = 10\text{ mm}$ ).

### Kontaktmechanische Betrachtung: Spannung und Kontaktfläche

Da Scherspannungen die Triebkraft jeder Versetzungsbewegung sind, stellt sich die Frage, wie sich die infolge tribologischer Belastung auf die Kupferprobe einwirkenden Spannungen je nach Laststufe unterscheiden. Das rein elastische Hamilton-Modell [37] erlaubt es, orts aufgelöst und in Abhängigkeit vom Reibungskoeffizienten  $\mu$  den vollständigen, symmetrischen Spannungstensor zweiter Stufe  $\sigma_H$  in Gl. 5.1 zu berechnen.

$$\sigma_H = \begin{bmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{zx} \\ \tau_{xy} & \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{yz} & \sigma_z \end{bmatrix} \quad (5.1)$$

Trotz der starken Vereinfachungen (vgl. Absch. 2.1.1) kann das Modell wertvolle Informationen liefern: So zeigten Greiner et al. [146] die Wichtigkeit der in  $x$  (Kugel-Gleitrichtung) und  $z$  (Tiefe unter Platten-Oberfläche) wirkende Schubspannungskomponente  $\tau_{zx}$  für die Versetzungsbewegung und DTL-Bildung nach einer einzelnen Übergleitung. Abb. 5.3 stellt  $\tau_{zx}$  für die Fälle niedriger (links) und hoher Laststufe (rechts) exemplarisch bei  $\mu = 0,3$  gegenüber.



**Abbildung 5.3:**  $\tau_{zx}$ -Schubspannungskomponente in Kupferplatte bei Reibkontakt ( $\mu = 0,3$ ) mit Saphirkugel (Kontaktpunkt  $x = z = 0$ , Kugelbewegung nach rechts, vgl. Pfeil) nach Hamilton [37] für niedrige (N, links) und hohe (H, rechts) Laststufe. Gestrichelte Linie in Farbskala und volle Isolinie markieren 0 MPa. Gestrichelte und gepunktete Isolinien markieren  $\pm 10$  MPa und  $\pm 50$  MPa. Diskretisierung der Berechnungspunkte mit Schrittweite  $1\ \mu\text{m}$ , Materialparameter wie bei [146].

Charakteristisch ist, dass  $\tau_{zx}$  in Gleitrichtung vor dem Kontaktpunkt (rechts) ein Minimum (hier:  $\tau_{zx,min} \approx -253,6\text{ MPa}$ ), dahinter (links) ein Maximum (hier:  $\tau_{zx,max} \approx 115,4\text{ MPa}$ ) besitzt. Für eine detaillierte Diskussion weiterer, grundlegender Spannungsfeld-Eigenschaften und dem Einfluss von  $\mu$  sei auf [37, 38, 146] verwiesen. Im vorliegenden Fall ist Folgendes entscheidend: Die beiden Laststufen wurden zur Normierung so gewählt, dass infolge der unterschiedlichen

Kontaktgeometrie die betragsmäßig maximalen Spannungen (u.a.  $\tau_{zx,min}$ ,  $\tau_{zx,max}$ , aber auch die Von-Mises-Vergleichsspannung  $\sigma_{vm,max}$ ) jeweils identisch sind. Wie die in Abb. 5.3 für das Beispiel  $\tau_{zx}$  eingezeichneten Isolinien (gestrichelt:  $\pm 10$  MPa, gepunktet:  $\pm 50$  MPa) zeigen, ist auch die Form qualitativ gleich, jedoch wird eine gegebene Spannung bei hoher Laststufe (betragsmäßig) in einem genau viermal so großen Bereich überschritten (im gegebenen  $x-z$ -Schnitt). Dabei erstreckt sich die maximale Tiefenausdehnung (in  $+z$ -Richtung) genau doppelt so weit ins Materialinnere. Folglich kann also davon ausgegangen werden, dass Versetzungsbewegung im Fall hoher Laststufe bis in größere Tiefen stattfinden sollte. Dies wird dadurch potenziert, dass die Spannungsfeld-Ausdehnung auch parallel ( $\pm x$ ) sowie transversal ( $\pm y$ ) zur Gleitrichtung doppelt so groß ist. Insbesondere liegt also für einen gedachten Punkt in der  $x-z$ -Ebene der Kupferprobe eine gegebene Spannung während des Übergleitens der Kugel auch doppelt so lange an. Ähnlich argumentieren Gagel et al. [98] anhand der je Gleitsystem aufgelösten Schubspannung in Bezug auf Versetzungstransport mit dem Spannungsfeld der Kugel.

Auch der Radius der (elastischen) Kontaktfläche  $a_H$  nach Hertz ist bei hoher Laststufe mit  $a_H \approx 67,4 \mu\text{m}$  genau doppelt so groß wie bei niedriger ( $a_H \approx 33,7 \mu\text{m}$ ), die Kontaktfläche also entsprechend viermal so groß [32]. Natürlich ist eine solche, rein elastische Betrachtung - speziell für vielfache Übergleitung - eine extreme Vereinfachung (vgl. auch [89]). Nichtsdestotrotz hilft sie auch für das Verständnis der beim lokalen Überschreiten der Streckgrenze einsetzenden plastischen Verformung: Für die hohe Laststufe ist mit einer größeren (tatsächlichen) Kontaktfläche sowie stärkerer Versetzungsbewegung (plastischer Verformung) zu rechnen; zusammengenommen also auch mit dem - u.a. für die Reibung bedeutsamen - Verdrängen eines größeren Reibspurvolumens (Pflügen, vgl. Absch. 2.4). Spiegelt sich dies in der beobachteten Reibspurtopographie wieder?

### Topographische Betrachtung: Pflügen

Wie in Absch. 4.2.2 anhand von Abb. 4.5, 4.6 ausgeführt, sind die Reibspuren gleicher Orientierung bei hoher Laststufe systematisch breiter ( $pb$ ) und tiefer ( $pt$ ) als bei niedriger, und schließen größere Tal-, Aufwurf- und Gesamtflächen ( $pA_t$ ,  $pA_a$  und  $pA_{tot}$ ) ein (vgl. Absch. 3.4). Tab. 5.1 fasst in Abhängigkeit von der Übergleitungszahl  $n$  Mittelwert und Standardabweichung dieser Größen für beide Laststufen bei Mittelung über alle Einkristall-Orientierungen zusammen, wobei sich wegen der für die Orientierungen charakteristischen Profilformen (vgl. Absch. 4.2.2) z.T. große Standardabweichungen ergeben. Das dargestellte Verhältnis von hoher zu niedriger Laststufe zeigt, um welchen Faktor die jeweiligen Topographiekenngößen bei hoher gegenüber

niedriger Laststufe im Mittel erhöht sind (um den mittleren Einfluss der Laststufe möglichst unabhängig vom Einfluss der Orientierung auf die Reibspurtopographie zu erhalten, wurden hierzu die Quotienten  $\frac{H}{N}$  je Einkristall-Orientierung gemittelt).

**Tabelle 5.1:** Einfluss der Laststufe auf wichtige Topographiekenngößen (vgl. Absch. 3.4) je nach Übergleitungsanzahl  $n$ . Je Parameter sind Mittelwert und Standardabweichung (in Klammern) für niedrige (N) und hohe (H) Laststufe angegeben (gemittelt über alle Einkristall-Orientierungen), sowie das mittlere Verhältnis von hoher zu niedriger Laststufe (d.h. je Kenngröße Mittelwert und Standardabweichung (in Klammern) der Quotienten  $\frac{H}{N}$  aller Einkristall-Orientierungen).

Parameter	Einheit	Laststufe	$n = 1$	$n = 100$	$n = 1000$
<b>Breite</b> $pb$	$\mu\text{m}$	niedrige (N)	202,6 (30,7)	255,2 (33,8)	295,9 (20,5)
	$\mu\text{m}$	hohe (H)	392,7 (50,4)	524,1 (39,6)	578,3 (41,1)
	-	Verhältnis $\frac{H}{N}$	1,95 (0,12)	2,06 (0,12)	<b>1,95</b> (0,05)
<b>Tiefe</b> $pt$	$\mu\text{m}$	niedrige (N)	1,09 (0,23)	2,18 (0,20)	2,96 (0,38)
	$\mu\text{m}$	hohe (H)	2,66 (0,66)	5,13 (1,05)	6,05 (1,27)
	-	Verhältnis $\frac{H}{N}$	2,42 (0,18)	2,38 (0,20)	<b>2,03</b> (0,18)
<b>Aufwurf- fläche</b> $pA_a$	$\mu\text{m}^2$	niedrige (N)	81,2 (46,7)	151,5 (83,0)	225,5 (64,5)
	$\mu\text{m}^2$	hohe (H)	144,4 (54,4)	284,6 (46,2)	372,4 (92,5)
	-	Verhältnis $\frac{H}{N}$	2,06 (0,95)	2,26 (0,97)	1,72 (0,50)
<b>Talfläche</b> $pA_t$	$\mu\text{m}^2$	niedrige (N)	123,8 (44,9)	324,8 (131,6)	492,3 (102,1)
	$\mu\text{m}^2$	hohe (H)	580,7 (215,7)	1564,1 (497,8)	2007,0 (658,6)
	-	Verhältnis $\frac{H}{N}$	4,69 (0,42)	4,96 (0,60)	<b>4,02</b> (0,53)
<b>Gesamtfläche</b> $pA_{tot}$	$\mu\text{m}^2$	niedrige (N)	205,0 (91,6)	476,2 (209,3)	717,8 (154,3)
	$\mu\text{m}^2$	hohe (H)	725,1 (214,6)	1848,6 (477,3)	2379,4 (631,2)
	-	Verhältnis $\frac{H}{N}$	3,68 (0,43)	4,08 (0,67)	3,30 (0,20)

Tatsächlich zeigt sich, dass sich die Quotienten für die linearen Kenngrößen Breite und Tiefe bei zunehmender Übergleitungsanzahl immer stärker einem Faktor von 2 annähern, mit geringer Variation insbesondere der Breite. Jener der Talfläche  $pA_t$  variiert stärker, weist aber bei  $n = 1000$  fast exakt einen Faktor von 4 auf. Die Reibspurtopographie zeigt also eine hervorragende Übereinstimmung mit der oben auf rein geometrisch-elastischen Betrachtungen fußenden Vorhersage (doppelte Tiefe / Breite, vierfache Fläche der Ausdehnung einer gegebenen Spannungs-Isfläche) - dies gilt umso mehr, bedenkt man den starken Grad plastischer Verformung nach 1000 Übergleitungen. Aufwurf- und Gesamtfläche zeigen keine klare, entsprechende Systematik, stehen aber kontaktmechanisch-geometrisch auch in keinem unmittelbaren Zusammenhang mit dem Spannungsfeld. Für die weitere Analyse und Diskussion - insbesondere des Zusammenhangs zwischen Reibung und Verformung in Absch. 5.3 - entscheidend ist die Erkenntnis, dass die Änderung von niedriger zu hoher Laststufe in der Tat unabhängig von Einkristall-Orientierung

und Übergleitungsanzahl im Sinne eines (vierfach) stärkeren *Pflügens* interpretiert werden kann, also einer Zunahme des durch die Kugel verdrängten Kupfervolumens, v.a. bei  $n = 1000$ .

Diese Interpretation ist mit existierender Literatur kompatibel: Wie in Absch. 2.4 dargestellt, führen Korres et al. [207] den Pflügen-Anteil der Reibung auf die Änderungsrate der Reibspurbreite zurück, welche mit der für die Reibung durch Pflügen zentralen, in Gleitrichtung projizierten Querschnittsfläche verdrängten Materials (Pflügen-Querschnittsfläche) verknüpft ist. Diese Idee, unter Zuhilfenahme von (Kugel-)geometrie und Reibspurbreite die in Normalen- und Gleitrichtung projizierten Flächen zur Bestimmung des (Pflügen-)Reibungsabteils abzuleiten, ist nicht neu. Sie findet sich unter Berücksichtigung elastischer Rückfederung auch in den Arbeiten von Lafaye et al. [205, 206] und Mishra und Szlufarska [208], wobei Letzere den Einfluss möglicher Aufwürfe insbesondere für Einzelelaserititätskontakte hervorheben (vgl. auch Absch. 2.2). Der grundlegende Gedanke findet sich in einer Vielzahl weiterer Arbeiten für verschiedene Gegenkörpergeometrien [175, 204, 210, 244, 245]. Im Fall der Kugel ist ein wichtiger Aspekt, dass die Pflügen-Querschnittsfläche bei der ersten Übergleitung deutlich größer als in jeder weiteren Übergleitung ist [207, 245].

Diese Überlegungen belegen, dass die Entwicklung der Talfläche  $pA_a$  bei wiederholter Übergleitung ein wichtiges Maß für die Entwicklung des Pflügens (und dessen Beitrag zur Reibung, vgl. Diskussion in Absch. 5.3) darstellt, und die hohe Laststufe gegenüber der niedrigen im Mittel ungefähr mit (vierfach) stärkerem Pflügen assoziiert ist. Wie die obige, elastische Betrachtung nach Hamilton [37] legen auch Topographie-Daten und die diskutierte Literatur nahe, dass dabei die reale Kontaktfläche zwischen Kugel und Kupferplatte in grober Näherung vierfach so groß sein sollte (doppelter Kontaktradius), wobei ohne Berücksichtigung elastischer Rückfederung und Aufwurfbildung (in Gleitrichtung) die Kontaktfläche vermutlich unterschätzt wird [7, 208]. Eine Analyse der Gegenkörper für Orientierung  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$  zeigt, dass die Hypothese eines doppelten Kontaktradius näherungsweise zutrifft (vgl. Abb. A.27a+d im Anhang).

### **Mikrostrukturelle Betrachtung: Korngrößenentwicklung**

Vierfach so große Ausdehnung des (elastischen) Spannungsfelds (Abb. 5.3) und Verdrängung von Kupfer (Pflügen, Talfläche  $pA_t$ ) bei hoher Laststufe legen die Vermutung nahe, dass auch die oberflächennahe Mikrostruktur - unabhängig von Einkristall-Orientierung und  $n$  - systematisch einen höheren Grad der Verformung als bei niedriger Laststufe aufweisen sollte. Ist diese Hypothese zutreffend?

Zunächst sei daran erinnert, dass im vorliegenden Kontext die langfristige *Entwicklung* der Mikrostruktur (also nach 100 und 1000 Übergleitungen) in Abhängigkeit der Laststufe von Interesse ist. Phänomene des Frühstadiums - wie die Bildung von DTLs [146, 147] - treten in den vorliegenden Versuchen nach nur einer Übergleitung zwar durchaus auf (vgl. Abb. A.24a im Anhang: mehrere DTLs in STEM-Aufnahme zu Versuch (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N nach nur eine Übergleitung) - spielen hier aber gegenüber der massiven Neubildung von (Sub-)Körnern nach vielfacher Übergleitung nur eine untergeordnete Rolle.

Für  $n = 100$  und  $1000$  wurde in Absch. 4.3.3 die in Querschnittsbildern sichtbare, plastische Deformation mit Hilfe der neugebildeten Korngrenzlänge  $L_{KG}$  (vgl. Abb. 4.13) quantifiziert. Eine Korrelation großer  $L_{KG}$ -Werte (also kleiner, mittlerer Korngrößen) mit starker plastischer Verformung kann auf Basis der in Absch. 2.3 diskutierten Literatur als sicher angenommen werden: Die Arbeiten von Hughes et al. [119, 135, 142] und Rigney et al. [105, 120, 139] belegen eindeutig, dass versetzungsbasierte Plastizität bei ungeschmierter, tribologischer Belastung von Metallen zur Ausbildung von Zellstrukturen und Körnern führt, deren Durchmesser zum Gleitinterface hin abnehmen. Hughes und Hansen zeigen dabei eindeutig einen Zusammenhang (Potenzgesetz) zwischen (Zunahme der) Zell-Grenzfläche und plastischer (von Mises-)Dehnung [135]. Inwiefern die Neubildung von Korngrenzen mit der verrichteten (Reibungs)arbeit zusammenhängt, wird in Absch. 5.3 diskutiert.

Zwar ist  $L_{KG}$  in Abb. 4.13 für beide Übergleitungszahlen mit Ausnahme von Orientierung (110)[ $\bar{1}$ 10] bei hoher Laststufe erwartungsgemäß größer als bei niedriger, das jeweilige Verhältnis (festgehalten in Tab. A.8 im Anhang) weicht allerdings mit Werten von  $3,07 - 4,96$  ( $n = 100$ ) und  $1,52 - 4,14$  ( $n = 1000$ ) teils erheblich von  $4,0$  ab (bei (110)[ $\bar{1}$ 10]: jeweils  $0,94$ ). Auch die in den Querschnittsbildern in Abb. 4.12, 4.14, A.22 manuell markierten Tiefen erhöhter Deformation  $t_{ob}$  sind (sofern bestimmbar) für den Fall hoher Laststufe (außer für (110)[ $\bar{1}$ 10]) größer, zeigen aber ebenfalls keine strenge, quantitative Systematik.

Die Orientierung (110)[ $\bar{1}$ 10] nimmt hier offensichtlich eine Sonderstellung ein, da unabhängig von der Laststufe sowohl bei  $100$  als auch  $1000$  Übergleitungen  $L_{KG}$  bei beiden Laststufen nahezu gleich groß ist. Dass bei den übrigen Orientierungen der Quotient von  $100$  zu  $1000$  Übergleitungen jeweils etwas abnimmt, mag der Tatsache geschuldet sein, dass die Größe detektierbarer Körner nach unten hin begrenzt ist (vgl. Absch. 3.3.1), und die mittlere Korngröße bei hoher gegenüber niedriger Laststufe jeweils verringert ist, eine weitere Kornfeinung also weniger gut abgebildet wird. Dabei wird die Korngröße insbesondere in FK- und UFK-Bereichen (vgl. z.B. Abb. 4.12f) überschätzt (und  $L_{KG}$  damit unterschätzt). Trotz solcher Unsicherheiten - vgl. auch

Anhang A.2 - bestätigt diese Analyse die Hypothese, dass die hohe Laststufe grundsätzlich zu größerer plastischer Dehnung und Kornfeinung unterhalb der Kupferoberfläche führt (Ausnahme:  $(110)[\bar{1}10]$ ), wobei auch die Einkristall-Orientierung einen Einfluss zu besitzen scheint.

Da die oberflächennahe UFK-Struktur tribologisch sehr bedeutsam ist (vgl. Absch. 5.3), aber durch die quantitative  $L_{KG}$ -Auswertung an Querschnittsbildern nur teilweise erfasst wird, zeigt Abb. A.24 im Anhang am Beispiel der Orientierung  $(111)[0\bar{1}1]$  die Entwicklung der oberflächennahen Mikrostruktur hochaufgelöst mittels STEM-Hellfeld-Kontrast für beide Laststufen. Während bei hoher Laststufe bereits bei  $n = 100$  eine UFK-Schicht erkennbar ist, ist dies bei niedriger erst bei  $n = 1000$  der Fall - dabei ist jedoch die UFK-Schichtdicke in Versuch  $(111)[0\bar{1}1]$ -H mit ca.  $0,75 - 1,10 \mu\text{m}$  sehr viel größer als bei  $(111)[0\bar{1}1]$ -N (ca.  $0,06 \mu\text{m}$ ). In Übereinstimmung sowohl mit der quantitativen als auch der kontaktmechanischen Betrachtung legt dies den Schluss nahe, dass bei hoher Laststufe die Ausbildung von UFK-Schichten beschleunigt abläuft, vermutlich aufgrund größerer plastischer Dehnungen mit stärkerer Versetzungsbildung und -bewegung sowie der damit einhergehenden Ausbildung von Zellstrukturen und (Sub-)körnern [135].

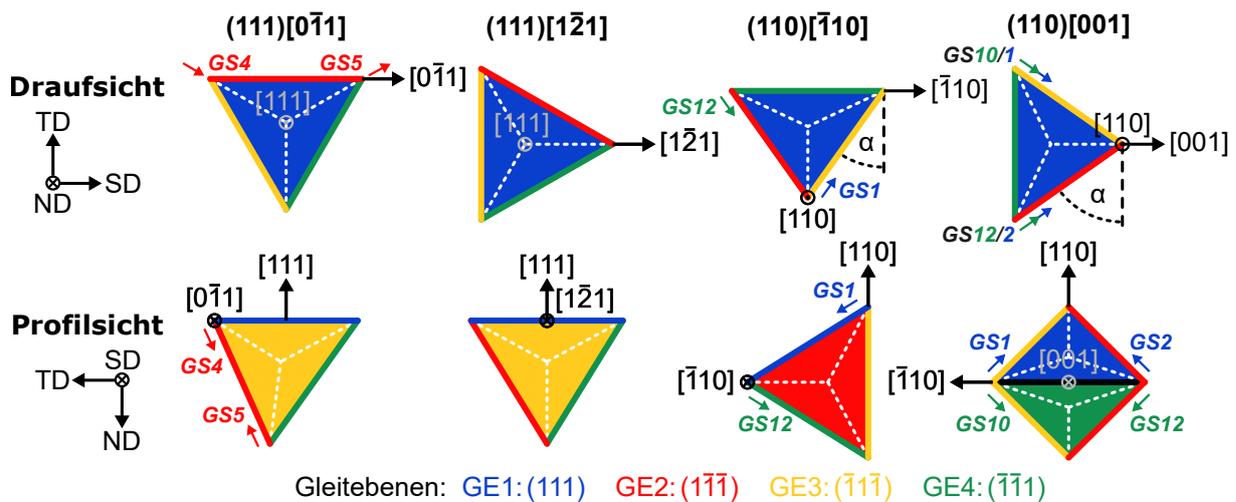
Die beiden folgenden Abschnitte nehmen vor der hier diskutierten, physikalischen Bedeutung der Laststufen die Auswirkung der Einkristall-Orientierung auf Reibspurtopographie und Mikrostruktur in den Blick. In Absch. 5.2.3 wird auch der Mechanismus der UFK-Schichtbildung näher betrachtet.

## 5.2.2 Gleitsystemgeometrie und Reibspurtopographie

Neben der starken elastischen Anisotropie von Kupfer (vgl. Abb. 2.1 sowie Absch. 5.2.4) spielen für die langfristige, orientierungsabhängige Verformungsentwicklung naturgemäß die räumliche Ausrichtung und Lage der Gleitsysteme als Träger versetzungsbasierter, plastischer Verformung eine entscheidende Rolle. Natürlich ändert sich bei den verschiedenen Einkristall-Orientierungen nicht die Lage der zwölf Gleitsysteme zueinander, wohl aber hinsichtlich der für Versuchskinematik und Verformung bedeutsamen Richtungen SD, ND und TD. Es ist lohnenswert, sich zunächst diese *Gleitsystemgeometrie* für die untersuchten Orientierungen zu vergegenwärtigen, um deren Auswirkung auf die Verformungsentwicklung verstehen zu können.

### Kristallographische Orientierung und Gleitsystemgeometrie

In Abb. 5.4 ist die Gleitsystemgeometrie der vier (nominellen) Einkristall-Orientierungen (Spalten) anhand sog. *Thompson-Tetraeder* [58, 230] dargestellt. Dabei zeigt die obere Zeile (Draufsicht) die jeweilige Lage der  $\{111\}$ -Gleitebenen in derselben Ansicht wie die Auswertung aktiver Gleitebenen in Abb. 4.7, 4.8. Die untere Zeile (Profilsicht) zeigt sie entsprechend der Reibspurtopographie-Darstellung anhand mittlerer Profile in Abb. 4.5. Farbige Flächen markieren die Projektion der dem Betrachter zugewandten Gleitebene(n), farbige Kanten die Schnittlinien der angrenzenden Gleitebenen mit der Zeichenebene - welche zugleich der Projektion der (sichtbaren) zugehörigen  $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtungen entsprechen. Die Zuordnung einzelner Gleitsysteme folgt aus Tab. 3.3. Gestrichelte Linien markieren auf dem Betrachter zugewandten Gleitebenen die Richtung der drei  $\langle 1\bar{2}1 \rangle$ -Richtungen (vgl. Absch. 2.1.2). Pro Orientierung und Ansicht sind (mindestens) die mit SD und ND zusammenfallende Kristallgitter-Richtungen (Miller-Indizes) markiert, welche die jeweilige Orientierung bestimmen (vgl. Tab. 3.2).



**Abbildung 5.4:** Gleitsystemgeometrie der vier nominellen Einkristall-Orientierungen  $(111)[0\bar{1}1]$ ,  $(111)[1\bar{2}1]$ ,  $(110)[\bar{1}10]$  und  $(110)[001]$  (Spalten v.l.n.r.) in Draufsicht (obere Zeile, wie EBSD-Messungen oder Gleitstufenbilder) und Profilsicht (untere Zeile, wie Reibspurprofile), Darstellung angelehnt an sog. *Thompson-Tetraeder* (vgl. [58, 230], Absch. 3.3.2).  $\{111\}$ -Gleitebenen und deren Schnittkanten mit der Zeichenebene entsprechend Legende (unten) eingefärbt. Weiße, gestrichelte Linien entsprechen den  $\langle 1\bar{2}1 \rangle$ -Shockley-Partialversetzungsrichtungen auf den sichtbaren Gleitebenen. Auf wichtige Gleitsysteme (GS, vgl. Tab. 3.3) und den Winkel  $\alpha$  wird im Text Bezug genommen.

Den Orientierungen  $(111)[0\bar{1}1]$  und  $(111)[1\bar{2}1]$  ist gemein, dass  $(111)$  (zur besseren Lesbarkeit: GE1, blau, vgl. Legende) jeweils orthogonal zu ND ist, also mit der SD-TD-Ebene (parallel zur Probenoberfläche) zusammenfällt. Wie aus den Orientierungs-Bezeichnungen hervorgeht (vgl. Absch. 3.2.2) ist einmal Burgersvektor- bzw. Gleitrichtung  $[0\bar{1}1]$  parallel zu SD, einmal die Partialversetzungsrichtung  $[1\bar{2}1]$ , das Kristallgitter ist also relativ  $30^\circ$  um ND zueinander verdreht. Dies führt dazu, dass bei  $(111)[0\bar{1}1]$  GE3 (gelb) und GE4 (grün) spiegelsymmetrisch

um die ND-TD-Ebene liegen (vgl. Draufsicht). GE2 (rot) ist parallel zu SD, jedoch gegenüber der SD-ND-Ebene um ca.  $24^\circ$  gegen den Uhrzeigersinn um SD verkippt (vgl. Profilsicht). Bei  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$  hingegen ist GE3 parallel zu TD, und GE2 und GE4 sind spiegelsymmetrisch um SD-ND angeordnet.

Bei beiden  $(110)$ -Orientierungen fällt  $-ND$  (Probennormale) mit der (Gitter-)Gleitrichtung  $[110]$  zusammen. SD ist bei  $(110)[\bar{1}\bar{1}0]$  zu der weiteren Gleitrichtung  $[\bar{1}\bar{1}0]$  parallel, bei  $(110)[001]$  zu  $[001]$  - einer zu  $[\bar{1}\bar{1}0]$  orthogonalen Richtung. In beiden Fällen liegen sowohl GE2 als auch GE3 in Draufsicht orthogonal zur Bildebene, also parallel zu ND.  $(110)[001]$  ist somit gerade  $90^\circ$  um ND ggü.  $(110)[\bar{1}\bar{1}0]$  verdreht. Die blau und grün markierten Gleitebenen GE1 und GE4 liegen entsprechend beide Male symmetrisch um die zur Probenoberfläche parallele SD-TD-Ebene verkippt (je um ca.  $35,5^\circ$ ) angeordnet. Gegenüber  $(110)[\bar{1}\bar{1}0]$  ist  $(111)[0\bar{1}\bar{1}]$  unter Berücksichtigung der Kristallsymmetrie wiederum  $54,7^\circ$  um  $-SD$  verkippt.

Wie Arbeiten zu Indentation [82–84, 246] und einmaligem Übergleiten [8, 94, 97] von Kupfer zeigen, spielt die Kristallsymmetrie des kfz-Gitters bezüglich ND für die Aktivierung von Gleitsystemen und der daraus resultierenden Topographie eine wichtige Rolle (vgl. Absch. 2.2). Abb. A.1 im Anhang visualisiert sämtliche Symmetrieeoperatoren der Raumgruppe 225. Hier wichtig sind die dreizählige Drehachse (also je  $120^\circ$ ) parallel zu  $\langle 111 \rangle$ , die zweizählige Drehachse ( $180^\circ$ ) parallel zu  $\langle 110 \rangle$  sowie die vierzählige Drehachse ( $90^\circ$ ) parallel zu  $\langle 100 \rangle$ . Es folgt unmittelbar, dass eine Rotation von  $180^\circ$  um  $ND = \langle 110 \rangle$  (gleichbedeutend mit einer Inversion der Gleitrichtung auf der gleichen Kristalloberfläche) der zwei in Abb. 5.4 gezeichneten  $(110)$ -Orientierungen kristallographisch äquivalent wäre: Die untere Kante des  $(110)[\bar{1}\bar{1}0]$ -Tetraeders in Draufsicht würde nach oben zeigen, jene des  $(110)[001]$ -Tetraeders nach links (statt rechts), aber die Lage aller  $(111)\langle 110 \rangle$ -Gleitsysteme bezüglich SD, ND und TD wäre äquivalent (wenn auch die explizite Zuordnung nach Tab. 3.3 nicht identisch). Für entsprechende Versuche (im gewählten Schema  $(110)[\bar{1}\bar{1}0]$  und  $(110)[00\bar{1}]$ ) wären ceteris paribus also vergleichbare Versuchsergebnisse (Gleitstufen, Reibspurtopographie, Kristallrotationen, Reibung usw.) zu erwarten. Für die beiden  $(111)$ -Orientierungen trifft dies wegen der  $120^\circ$ -Symmetrie um  $\langle 111 \rangle$  *nicht* zu - wie mehrere Publikationen zeigen [91, 95] - und die Lage der Tetraeder in Abb. 5.4 ist eindeutig festgelegt.

### Aktive Gleitebenen, Kristallsymmetrie und Reibspurtopographie

In der Literatur wird für *einzelne Übergleitungen* ein Zusammenhang zwischen Einkristall-Orientierung, Gleitstufen und Reibspurtopographie berichtet (z.B. bei [8, 91, 94], vgl. Absch. 2.2).

Besteht ein solcher Zusammenhang jedoch auch noch nach 1000 unidirektionalen Übergleitungen? Lässt sich also auch dann noch die für das Pflügen zentrale Reibspurtopographie (s. Absch. 5.2.1) eindeutig auf die jeweilige Einkristall-Orientierung zurückführen, d.h. die jeweilige Profilform in Abb. 4.5 mit Hilfe der in Abb. 4.7, 4.8 identifizierten, primären und sekundären Gleitebenen erklären?

Wie in Absch. 4.2.2 ausgeführt, besitzen die mittleren Einkristall-Reibspurprofile unabhängig von Laststufe und Anzahl Übergleitungen qualitativ eine für die vier Einkristall-Orientierungen charakteristische Form (vgl. Abb. 4.5c+d), sind jedoch bei  $n = 1000$  und hoher Laststufe am deutlichsten ausgeformt. Die beobachteten Gleitstufen zeigen zwar keine eindeutige Systematik bezüglich  $n$  (vgl. Abb. 4.7), lassen sich jedoch sehr gut mit Hilfe der theoretischen Einkristall-Orientierungen beschreiben. Außerdem sind sie ebenfalls qualitativ von der Laststufe unabhängig und bei hoher Laststufe und  $n = 1000$  am eindeutigsten zu erkennen (vgl. Absch. 4.3.1). Beides ist bereits ein sehr starker Indikator für das Fortbestehen des vermuteten Zusammenhanges. Es erlaubt ferner, die Betrachtung auf hohe Laststufe und  $n = 1000$  zu beschränken. Die charakteristischen Profilformen werfen zwei grundlegende Fragen auf.

Erstens: Warum zeigt nur  $(111)[0\bar{1}1]$  eine *asymmetrische Profilform* (höherer Aufwurf auf O-Seite, in Übereinstimmung mit [94] nach einer Übergleitung), welche sowohl bei Änderung der kristallographischen Richtung in SD (zu  $(111)[1\bar{2}1]$ ) als auch jener in ND (zu  $(110)[\bar{1}10]$ ) verschwindet? Und: Weshalb ist, zweitens, die Reibspur bei  $(110)[\bar{1}10]$  *breiter und tiefer* als bei  $(110)[001]$ , während bei letzterer Orientierung *spitze Aufwürfe* auftreten?

Das Verschwinden der Asymmetrie lässt sich für beide  $(110)$ -Orientierungen leicht erklären: Wie bereits ausgeführt, sind beide Orientierungen bezüglich einer Inversion der Gleitrichtung aufgrund der zweizähligen  $\langle 110 \rangle$ -Symmetrieachse parallel zu ND invariant. Da mit  $\langle 100 \rangle$  bzw.  $\langle 110 \rangle$  in beiden Fällen auch in  $\pm TD$  vier- bzw. zweizählige Symmetrieachsen liegen (beide enthalten also auch  $180^\circ$ ), folgt, dass auch das mechanische Verhalten bezüglich einer Kupfer-Verdrängung und Aufwurfbildung in  $+TD$  (in Richtung O) gleich jenem in  $-TD$  (also in Richtung U) sein muss - ein asymmetrisches Profil also (theoretisch) ausgeschlossen ist. Dass jedoch auch auf dem  $(111)$ -Einkristall mit dreizähliger Drehachse für  $(111)[1\bar{2}1]$  ein (weitgehend) symmetrisches Profil beobachtet wird, verdeutlicht weiter, warum ein (einzelnes) Kristallsymmetrieargument bezüglich ND im allgemeinen Fall nicht hinreichend zur Erklärung ist. Anders als bei Indentation spielt beim Gleiten auch die mit SD zusammenfallende, kristallographische Richtung eine entscheidende Rolle (vgl. [8, 97]). Die Literatur zur Indentation von  $\{111\}$ - und  $\{110\}$ -Kupferoberflächen mit Kegel- (vgl. Abb. 2.2 [82]) Berkovich- [246, 247] oder Kugellindentern

(vgl. Absch. 2.2) liefert trotzdem entscheidende Hinweise: Mehrere Arbeiten [82–84] zeigen nicht nur, dass die Aufwürfe um den Kugelindenter herum die Symmetrie der ND-Richtung besitzen, sondern auch die Lage der Aufwürfe bezüglich kristallographischer Richtungen in der SD-TD-Oberfläche: Diese fallen für Kugelindentation in Kupfer nach [83, 84] auf  $\{111\}$  um den Indent herum ungefähr mit den drei in der  $(111)$ -Ebene liegenden  $\langle 11\bar{2} \rangle$ -Richtungen zusammen, also den Shockley-Partialversetzungs-Richtungen in Richtung der Ecken des Thompson-Tetraedres (vgl. Abb. 5.4). Auch wenn experimentelle und Simulationsarbeiten zu einer Einzelübergleitung die obigen Symmetrieüberlegungen sowie die beobachtete Reibspurtopographieausprägung (phänomenologisch) bestätigen [94, 97], genügen diese Erkenntnisse aus Indentationsversuchen zusammen mit Symmetrieargumenten zur Erklärung, wie die folgenden Abschnitte zeigen:

Unterstellt man, dass die gleiche Aufwurfgeometrie auch mit überlagerter Gleitbewegung grundsätzlich erhalten bleibt, liegt für Orientierung  $(111)[1\bar{2}1]$  ein Aufwurf genau in SD, die beiden anderen Aufwürfe symmetrisch um die SD-ND-Ebene, für  $(111)[0\bar{1}1]$  jedoch nur ein Aufwurf in U-Richtung ( $-TD$ ), aber zwei in O-Richtung ( $+TD$ ). Dies lässt genau das beobachtete, symmetrische Profil bei  $(111)[1\bar{2}1]$ , sowie das asymmetrische Profil mit höheren Aufwurf in O-Richtung bei  $(111)[0\bar{1}1]$  erwarten. Bestimmt man je Einkristall-Versuch und Spurabschnitt (mit verschiedenem  $n$ ) näherungsweise die Höhe<sup>2</sup> des Aufwurfs  $ph_{SD}$  in der Mitte der Reibspur bezüglich des benachbarten Abschnitts mit weniger Übergleitungen (Tab. 5.2), bestätigt sich diese Analyse: Für Orientierung  $(111)[1\bar{2}1]$  ist der Aufwurf sowohl nach 100 als auch 1000 Übergleitungen bei beiden Laststufen höher als für Orientierung  $(111)[0\bar{1}1]$ . Im gleichen Bild sollte eine Umkehr der Gleitrichtung von  $[1\bar{2}1]$  zu  $[\bar{1}2\bar{1}]$  zu einer geringeren Aufwurfhöhe führen - was eine Analyse von Barquins et al. [91] (für eine Einzelübergleitung) tatsächlich zeigt.

Auch die beobachteten Gleitstufen in Abb. 4.7d+h für  $(111)[0\bar{1}1]$  und Abb. 4.8a+d für  $(111)[1\bar{2}1]$  sind hierzu kompatibel. Im ersteren Fall besitzen die primären Gleitebenen ober- und unterhalb der Spur (GE3 und GE4) den gleichen Winkel bezüglich TD (vgl. Abb. 5.4), im zweiten Fall ist mit GE3 die auf beiden Spurseiten primäre Gleitebene sogar parallel zu TD sowie die zusätzlichen primären Gleitebenen (GE4 und GE2) ebenfalls symmetrisch bezüglich TD - sind also sämtlich mit einem symmetrischen Profil verträglich. Bei  $(111)[0\bar{1}1]$  ist vermutlich primär die auf beiden Seiten der Spur aktive, sekundäre Gleitebene GE2 wichtig für die Asymmetrie:

2 Neben der Aufwurfhöhe könnten grundsätzlich auch das Aufwurfvolumen oder die Aufwurffläche (im Profil) herangezogen werden, um beispielweise einen noch genaueren, quantitativen Vergleich der Verformung mit der Reibung zu ermöglichen. Deren Validität ist im Falle der vorliegenden Messungen jedoch fraglich, da bereits die Höhenbestimmung wegen der Schwierigkeit des Findens einer zuverlässigen Bezugsgröße (Nullniveau) mit einer recht großen Unsicherheit behaftet ist, vgl. Abb. A.10).

**Tabelle 5.2:** Aufwurfhöhen in Gleitrichtung je Einkristall-Orientierung und Laststufe. In der Spurmittle am Ende des angegebenen Versuchsabschnitts bezüglich dem Reibspurgund im jeweils vorhergehenden Abschnitt gemessen (Beispiel: Aufwurf am Ende des Abschnitts mit  $n = 1000$  bzgl. Abschnitt mit  $n = 100$ ). Vgl. exemplarische, profilometrische Messung zu  $(111)[0\bar{1}1]$ -N ( $n = 1000$ ) samt Auswertung in Abb. A.10.

Aufwurfhöhen in SD $ph_{SD}$ [ $\mu\text{m}$ ]					
Laststufe	Abschnitt mit n	$(111)[0\bar{1}1]$	$(111)[\bar{1}\bar{2}1]$	$(110)[\bar{1}10]$	$(110)[001]$
niedrig (N)	100	0,4	0,5	0,3	0,5
	1000	0,7	1,6	2,1	1,4
hoch (H)	100	2,9	3,0	0,7	1,2
	1000	2,3	5,5	3,5	3,0

Für die Gleitstufen kann nur ein Gleitsystem verantwortlich sein, dessen Burgersvektor einen  $\pm\text{ND}$ -Anteil enthält. Weiter liegt die Vermutung nahe, dass insbesondere solche Gleitsysteme aktiviert werden, die zumindest anteilig Materialtransport (Scherung) in SD erlauben (vgl. [98]), und an den Seiten der Spur jeweils eine  $+\text{TD}$ - (O) bzw.  $-\text{TD}$ -Komponente (U) besitzen, um Materialfluss zur Seite zu erlauben, entlang des Normalenvektors am entsprechenden Kontaktpunkt der Saphirkugel. Entsprechend könnten die GE2-Gleitstufen für  $(111)[0\bar{1}1]$  an der O-Seite zu GS5 mit  $+\text{ND}$  und  $+\text{TD}$ -Komponenten gehören (welche einen hohen Aufwurf begünstigen), an der U-Seite jedoch GS4 mit  $-\text{ND}$  und  $-\text{TD}$ -Komponente (eher Materialfluss nach unten) (vgl. Tab. 3.3 und Markierungen in Abb. 5.4).

Die zweite Frage, nach den unterschiedlichen Profilformen der  $(110)$ -Versuche, lässt sich analog analysieren: In beiden Versuchen sind auf beiden Seiten der Spur (zumindest) GE1 und / oder GE4 primäre Gleitebenen, wobei eine Unterscheidung initial nicht möglich ist, da beide die Probenoberfläche unter dem gleichen Winkel schneiden. Schließt man auch hier wieder die Gleitsysteme ohne  $\pm\text{ND}$ -Komponente aus, verlangt einen  $+\text{SD}$ -Richtungsanteil sowie ober- bzw. unterhalb der Spur einen in  $+\text{TD}$  bzw.  $-\text{TD}$ , bleiben für  $(111)[0\bar{1}1]$  nur: Oben GS1 (auf GE1, parallel zur gelben Tetraederkante in der Draufsicht in Abb. 5.4) sowie unten GS12 (auf GE4, parallel zur roten Kante), beide mit  $-\text{ND}$ -Komponente. Analog findet man für  $(110)[001]$  GS12 (oben) und GS10 (unten, beide GE4), ebenfalls parallel zur roten und gelben Kante und mit  $-\text{ND}$ -Komponente (vgl. Abb. 5.4). Der in Abb. 5.4 eingezeichnete Winkel  $\alpha$  zwischen diesen Gleitsystemen und  $\pm\text{TD}$  beträgt für  $(111)[0\bar{1}1]$  nur  $30^\circ$ , für  $(110)[001]$  aber  $60^\circ$ . Dies erklärt, warum die Reibspur für  $(110)[\bar{1}10]$  breiter ist - Versetzungsbewegung auf den mutmaßlich aktiven Gleitsystemen zur Verdrängung von Kupfer durch die Kugel in SD hat für  $(110)[\bar{1}10]$  stets eine größere  $\pm\text{TD}$ -Komponente. Eine breite Reibspur wiederum begünstigt ein tieferes Einsinken der

Kugel (Spannungskonzentration unter der Kugel), was vermutlich zur größeren Reibspurtiefe  $pt$  bei  $(111)[0\bar{1}1]$  führt. Dieser Effekt fehlt bei  $(110)[001]$ , weshalb seitlich der Spur vermutlich auch die Gleitsysteme GS2 (oben) und GS1 (unten) auf GE1 aktiviert werden, welche eine starke +ND-Komponente besitzen, was zur Bildung der spitzen Aufwürfe führen könnte. Infrage kommende Gleitsysteme auf GE2 (oben) und GE3 (möglicherweise unten für wabenartige Oberflächenstruktur in Abb. 4.8f verantwortlich) schließen bei  $(110)[001]$  ebenfalls  $60^\circ$  mit TD ein. Auch diese Analyse ist mit der Kristallsymmetrie und dem Muster der Indentations-Aufwürfe bei [82–84] kompatibel: Wie Abb. 2.2 zeigt, liegen diese Aufwürfe in  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen weiter auseinander als in  $\langle 001 \rangle$ -Richtungen.

Zusammenfassend lässt sich die grundlegende Frage, ob Reibspurtopographie und Gleitstufen auch nach 1000 Übergleitungen noch eindeutig auf die Einkristall-Orientierungen zurückführen lassen, klar mit *Ja* beantworten. Wie in Anhang A.6 ausgeführt, erscheint eine stichhaltige *Vorhersage* der beobachteten Aktivierung von Gleitsystemen / -ebenen hingegen kaum möglich - wenn auch Hinweise vorliegen, dass bei Orientierung  $(111)[0\bar{1}1]$  gegenüber den übrigen Einkristall-Orientierungen aufgrund der Gleitsystemgeometrie weniger Gleitsysteme gleichzeitig aktiv sein könnten.

Außerdem lassen sich aus der Aufwurf-Geometrie (wie bereits ausgeführt) bei statischer Kugel-Indentation von Kupfer (qualitative) Vorhersagen zu der bei Gleitversuchen je nach Kristallorientierung in ND und SD zu erwartenden Reibspurtopographie treffen: Nach Abb. 8b+c bei [84] und Abb. 2d+e bei [83] (sowie Abb. 3b+c bei [82] für Kegelindentation, vgl. Abb. 2.2) fallen hohe Aufwürfe bei Indentation einer  $\{111\}$ -Ebene mit  $\langle 11\bar{2} \rangle$ -Richtungen um den Indent herum zusammen, im Falle von  $\{110\}$ -Oberflächen liegen zwei der vier Aufwürfe dicht um die entsprechende  $\langle 110 \rangle$ -Richtung, die anderen zwei weiter voneinander entfernt um die  $\langle 001 \rangle$ -Richtung. Gleicht man deren Lage mit Abb. 5.4 ab, und unterstellt dabei ein grundsätzliches Fortbestehen der Aufwurftopographie bei überlagerter Gleitbewegung, folgen ein symmetrisches Reibspurprofil mit hohem Aufwurf in Gleitrichtung für  $(111)[1\bar{2}1]$ , ein asymmetrisches Profil für  $(111)[0\bar{1}1]$ , sowie eine breite bzw. schmale Reibspur in den Fällen  $(110)[\bar{1}10]$  und  $(110)[001]$  - jeweils in Übereinstimmung mit Abb. 4.5c+d und Tab. 5.2.

Über die konkret diskutierten Fälle hinaus lässt sich demgemäß also schlussfolgern, dass mit Hilfe der zu ND parallelen Kristallsymmetrie und der in der Literatur gut verfügbaren Ergebnisse zur Aufwurfbildung bei Indentation ohne die Durchführung von Reibversuchen sich zentrale Charakteristika der zu erwartenden Reibspurtopographie - mit den wichtigen Konsequenzen für Pflügen und Reibung (vgl. Absch. 5.3) - zumindest qualitativ voraussagen lassen. Diese

Erkenntnis lässt sich vermutlich sogar auf weitere Kristallklassen wie kubisch-raumzentriert oder hexagonal-dichtestgepackt (vgl. z.B. [96]) übertragen.

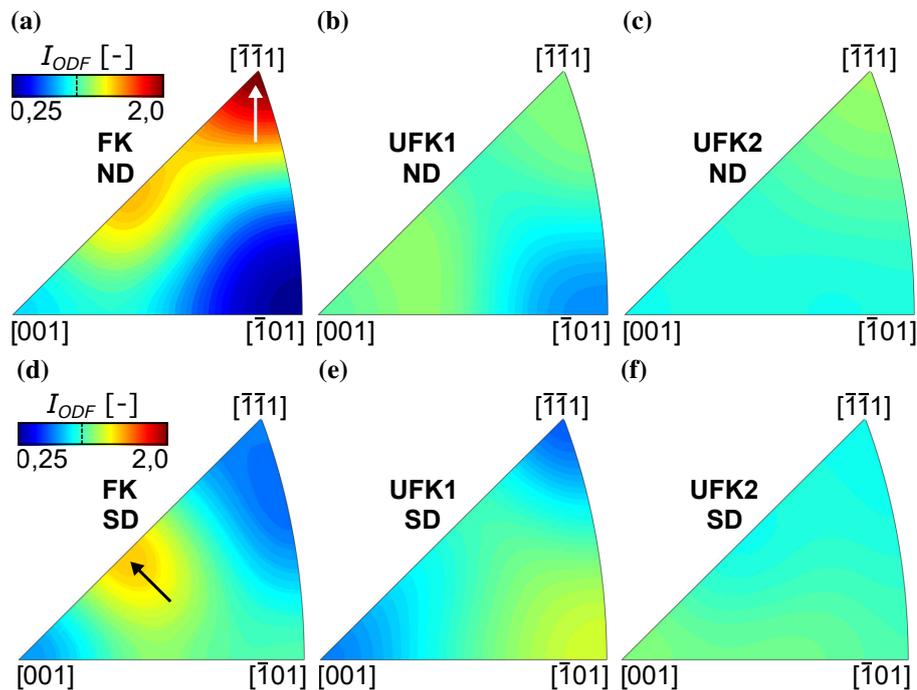
### 5.2.3 Mechanismen mikrostruktureller Transformation

In den vorangegangenen Abschnitten wurde bereits diskutiert, dass sich die beobachtete Mikrostrukturentwicklung grundsätzlich mit gängigen Modellen versetzungsbasierter Plastizität ungeschmierter, tribologisch belasteter Metalle beschreiben lässt [105, 119, 121, 135, 139] (vgl. Absch. 2.3). Zentral ist die Ausbildung feiner Zell- und Kornstrukturen, welche oberflächennah in der Entstehung nanokristalliner UFK-Schichten kulminiert, was bei hoher Laststufe beschleunigt abläuft (vgl. Absch. 5.2.1). Gleichzeitig konnte gezeigt werden, dass sich die Reibspurtopographie selbst nach 1000 Übergleitungen noch eindeutig auf die ursprüngliche Einkristall-Orientierung zurückführen lässt. Welchen Einfluss jedoch hat diese initiale Orientierung nach 100 oder 1000 Übergleitungen in Anbetracht derartiger plastischer Verformung noch für die (weitere) Mikrostrukturentwicklung und zugrundeliegende Verformungsprozesse wie UFK-Schichtbildung (Absch. 4.3.4) oder Kristallrotation (Absch. 4.3.2)?

#### UFK-Schicht: Textur, Anisotropieverlust und Eigenschaften

Versuch (111)[ $\bar{1}\bar{2}1$ ]-H weist nach 1000 Übergleitungen sowohl die dickste UFK-Schicht (vgl. Abb. 4.14d), als auch das längste Netzwerk neugebildeter Korngrenzen auf ( $L_{KG}$ , vgl. Abb. 4.13), nach den hier betrachteten Metriken also die insgesamt stärkste plastische Verformung aller Versuche. Als Extremfall eignet sich die zugehörige TKD-Analyse der UFK-Schicht(en) in Abb. 4.17 also besonders gut zur Untersuchung der Frage nach dem noch verbleibenden Einfluss der ursprünglichen Einkristall-Orientierung nach vielfacher, unidirektionaler Übergleitung. Bereits die in Absch. 4.3.4 durchgeführte, qualitative Analyse der Polfigur in Abb. 4.17c legt nahe, dass sich die Orientierungsverteilung in den Schichten FK, UFK1 und UFK2 zur Oberfläche hin zunehmend einer Gleichverteilung annähert. Lässt sich diese Hypothese quantitativ erhärten? Zur Klärung wurde für jede der drei Schichten aus den jeweiligen, diskreten Orientierungsdaten mit Hilfe von MTEX [248] eine kontinuierliche Orientierungsdichteverteilungsfunktion (ODF) berechnet und in Abb. 5.5 mit Hilfe inverser Polfiguren visualisiert. Jede Spalte zeigt die ODF-Intensität  $I_{ODF}$  innerhalb einer Schicht (s. Legende) in Abhängigkeit von der kristallographischen Richtung, welche mit ND (oben) bzw. SD (unten) zusammenfällt. Alle Teilgrafiken sind gleich skaliert, wobei  $I_{ODF}$ -Werte vereinfacht als Vielfaches der Gleichverteilung interpretiert werden

können, ein Wert von 1,0 also bedeutet, dass die entsprechende Orientierung genauso häufig vorkommt, wie es von einer komplett untexturierten Probe erwartet würde (vgl. [249]).



**Abbildung 5.5:** Inverse Polfiguren in ND (oben) und SD (unten) der Orientierungsdichteverteilungsfunktion (ODF) je Bereich der TKD-Messung in Abb. 4.17b (Versuch (111)[121]-H,  $n = 1000$ ): FK, UFK1 und UFK2 (v.l.n.r.). Die ODF-Berechnung wurde in MTEX durchgeführt [248]. Die de La Vallée Poussin-Kernel wurden dafür je Bereich optimiert (Kullback Leibler Kreuzvalidierung, resultierende Halbwertsbreiten: 9,4°, 9,4° und 12°). Die ODF-Intensitäten  $I_{ODF}$  (Vielfaches der Zufallsverteilung) sind in allen inversen Polfiguren mit gleicher Skalierung dargestellt, vgl. Skala (vertikaler Strich markiert den Wert 1).

Abb. 5.5a+d zeigt, dass in der vergleichsweise grobkörnigen und weit von der Probenoberfläche entfernten FK-Schicht ähnlich wie bei Wheeler und Buckley [155] bevorzugt  $\langle 111 \rangle$ -Richtungen (bzw.  $\{111\}$ -Ebenennormalen) mit ND zusammenfallen (weißer Pfeil), und auch in SD eine (weniger deutliche) Häufung von Orientierungen ungefähr in der Mitte des  $\langle 100 \rangle \langle 111 \rangle$ -Bisektors auftreten (schwarzer Pfeil). Diese Häufungen gehen in UFK1 (Abb. 5.5b+e) und UFK2 (Abb. 5.5c+f) kontinuierlich und stark zurück. Die inverse Polfigur der UFK2-ODF ist beinahe einheitlich eingefärbt, mit  $I_{ODF}$ -Werten nahe 1,0 (ca.  $\leq 1,3$ ) - also nahezu ohne kristallographische Textur. In der Literatur ist das Auftreten von Schertexturen wie  $\{111\} \langle 110 \rangle$  [106, 162] oder  $\{110\} \langle 211 \rangle$  [161] infolge tribologischer Belastung beschrieben (vgl. Absch. 2.3). Wertet man die ODFs für die beiden, jenen Texturen entsprechenden Orientierungen aus, ergeben sich für die Schichten FK / UFK1 / UFK2 Werte von ca. 2,26 / 1,32 / 0,84 bzw. 0,09 / 0,77 / 0,66. Es tritt also nur in der FK-Schicht eine nennenswerte  $(111)[110]$ -Texturkomponente auf, diese verschwindet aber in UFK1 und UFK2 zunehmend. Wichtig ist ferner, dass die Intensität von  $(111)[110]$  in der FK-Schicht

größer als jene der Ausgangsorientierung  $\{111\}\langle\bar{1}\bar{2}1\rangle$  (ca. 1,39) ist. Die (schwach ausgeprägte) Schertextur in FK ist also vermutlich kein Überbleibsel der ursprünglichen Orientierung, sondern eine Folge der tribologischen Belastung.

Diese Texturanalyse bestätigt also auch *quantitativ* die Hypothese, dass sich die Orientierungsverteilung in Versuch (111)[ $\bar{1}\bar{2}1$ ]-H zur Oberfläche hin immer stärker einer Gleichverteilung annähert. Betrachtet man den ursprünglich einkristallinen Zustand als Extremfall einer Textur (hier: (111)[ $\bar{1}\bar{2}1$ ]), lässt sich also mit fortschreitender Übergleitung und Ausbildung der UFK-Schicht(en) von einem fortschreitenden Rückgang kristallographischer Textur sprechen. Daraus folgt, dass die UFK-Schichtbildung zwangsläufig auch mit einem (oberflächlichen) Verlust mechanischer Anisotropie verbunden ist - da dort statistisch betrachtet jede Kornorientierung ungefähr gleich häufig anzutreffen ist. Insbesondere liegt also direkt an der Oberfläche (UFK2) keine Textur vor, die Scherung in Gleitrichtung besonders einfach ermöglicht, wie dies z.B. Kuhlmann-Wilsdorf diskutiert [162]. Außerdem ist im Zuge der gegenüber dem einkristallinen, deformationsarmen Ausgangszustand extrem verringerten Korngröße (ungefähr im Bereich  $\leq 100$  nm, vgl. Absch. 4.3.4 / Abb. 4.17) und erhöhten Versetzungsdichte mit einer starken Verfestigung [74, 77] in den UFK-Schichten, aber auch der FK-Schicht zu rechnen, was das Scheren und Verdrängen von Kupfer durch die Saphirkugel im Versuch erschwert - solange kein Korngrenzgleiten auftritt [128, 132, 133] (vgl. Absch. 2.3). Beides ist entscheidend für die Reibung, und wird in Absch. 5.3 näher diskutiert.

Wie jedoch lässt sich die Entstehung dieser drei Schichten und die mit ihnen assoziierte Textur (oder das Fehlen derselben) verstehen, und lassen sich diese Erkenntnisse auf die übrigen Einkristall-Versuche generalisieren? Wie lässt sich außerdem die Ausbildung isotroper Oberflächenschichten mit den orientierungsabhängig charakteristischen Reibspurprofilen (vgl. Absch. 5.2.2) in Einklang bringen?

### **UFK-Schichten: Entstehungsmechanismus und Einkristall-Orientierung**

Zwei bisher nicht diskutierte Beobachtungen in Abb. 4.17a+b, sind zum Verständnis der Entstehung der gegebenen FK- und UFK-Schichten entscheidend: In UFK1 ist ein Vortex erkennbar. Mindestens UFK2 und UFK1, vermutlich aber auch UFK1 und FK sind (zumindest lokal) durch Delamination getrennt - wobei sich die Korngröße an beiden Schicht-Übergängen zur Oberfläche hin jeweils sprunghaft verringert. Ferner ist zu berücksichtigen, dass sich im gleichen Versuch bei  $n = 100$  zunächst nur eine ca. 100 – 250 nm dünne FK-Schicht an der Oberfläche gebildet hatte (Abb. 4.14a), welche sich nach 900 weiteren Übergleitungen zu der besprochenen

Mikrostruktur mit zwei bis zu ungefähr  $2,69 \mu\text{m}$  dicken UFK-Schichten weiterentwickelt hat. Zusammengenommen liegt es also nahe, die zwei weiter von der Oberfläche entfernt liegenden Schichten UFK1 und FK in Abb. 4.17b sowohl hinsichtlich ihres Verformungszustandes als auch mit Blick auf wiederholte Übergleitung als Vorläufer der extrem feinkörnigen und nahezu texturfreien Schicht UFK2 zu interpretieren. Zwei Überlegungen stützen dieses Bild:

Erstens ist der Zusammenhang zwischen zunehmender plastischer Dehnung (Nähe zum Gleitinterface, Anzahl Übergleitungen) und abnehmender Zell- bzw. Korngröße im Falle einer Dehnungs-Akkomodierung durch versetzungs-basierte Plastizität gut belegt [105, 119, 135, 142] (vgl. Absch. 2.3). Dies erklärt nicht nur die diskutierte Entwicklung der oberflächennahen Mikrostruktur in Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H, sondern legt auch allgemein nahe, dass verstärkte Versetzungsaktivität (Nukleation, Bewegung und Interaktion) im Zuge größerer plastischer Dehnungen mit einer beschleunigten Bildung von FK- und UFK-Schichten einhergeht, sowie dem damit einhergehenden Anisotropieverlust und der Veränderung mechanischer Eigenschaften (mutmaßliche Verfestigung). Dies gilt wie bereits diskutiert mit Blick auf die Laststufe (vgl. Absch. 5.2.1), aber wohl auch im Hinblick auf die initiale Einkristall-Orientierung: Begünstigt eine Orientierung das Verdrängen einer besonders großen Reibspurquerschnittsfläche  $pA_t$  (z.B.  $(110)[\bar{1}10]$ , vgl. Abb. 4.6) oder aufgrund der Gleitsystemgeometrie die mutmaßlich gleichzeitige Aktivierung vieler Gleitsysteme (z.B.  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ , vgl. Abb. 5.4 und Anhang A.6), ist mit einer beschleunigten und stärkeren Neubildung von Zell- und Korngrenzenstrukturen sowie UFK-Schichten zu rechnen - was für  $(110)[\bar{1}10]$  und  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$  tatsächlich beobachtet wird (vgl. Abb. 4.13, 4.14). In diesen Fällen wäre auch mit größerer Reibung zu rechnen [162, 250], vgl. Absch. 5.3. Nimmt man im Gegenteil für  $(111)[0\bar{1}1]$  die Aktivierung weniger Gleitsysteme an (vgl. Abb. 5.4, Absch. 5.2.2 und Anhang A.6), erklären sich die geringen  $L_{KG}$ -Werte in Abb. 4.13.

Zweitens ist es nachvollziehbar, dass voll ausgebildete Delamination oder deren Vorläufer wie ein zusätzliches Interface wirkt, Scherung akkomodiert, und zu einer Diskontinuität in der plastischen Dehnung und Korngrößenentwicklung führt, die darunter liegenden Bereiche (hier: v.a. FK) also gewissermaßen von der tribologischen Belastung abschirmt (natürlich wirken Spannungen - insbesondere Normalspannungskomponenten - mehrere Mikrometer tief [32, 37], auch über eine solche Diskontinuität hinweg; durch die fehlende Kohäsion der Atome an der Störstelle wird die Kraft- / Spannungsübertragung ins Materialinnere aber gestört, und insbesondere Scherspannungskomponenten durch den zusätzlichen Freiheitsgrad in SD fraglos zum Teil akkomodiert). Infolgedessen konzentriert sich die Belastung umso stärker in den

darüberliegenden Bereichen (UFK) und beschleunigt die dortige Dehnungsakkumulation, was in diesem Bild möglicherweise zu weiterer, verstärkter Delamination zwischen UFK1 und UFK2 führt [251]. Hierzu passen auch die parallel zum FK-UFK1-Übergang gestreckten Körner und Orientierungsgradienten in der FK-Schicht (vgl. Abb. 4.17b): Nach Hughes und Hansen [142] bilden sich langgestreckte Zell- und Subkornstrukturen (genauer: GNBs) bei hoher Dehnung bevorzugt entlang der primären Belastungsrichtung (hier: Scherung in SD, bzw. parallel der Delamination / Grenzfläche).

Die Bildung von Poren und Vortices (vgl. Abb. 4.17a) wiederum lässt sich wie in Absch. 2.3 beschrieben einfach durch Faltenbildung aufgrund mechanischer Anisotropie benachbarter Körner bezüglich der Reibbelastung verstehen [165, 166]. Diese Erklärung ist überzeugender als solche in Anlehnung an in Fluiden beobachtete Kelvin-Helmholtz-Instabilitäten [110, 164]: Als Voraussetzung genügt grundsätzlich das Vorliegen hinreichend kleiner Körner verschiedener Orientierung (oder Scherinstabilitäten am Interface von metallischen Mehrlagensystemen [167]). Dies ist entsprechend der vorigen Ausführungen nach einer Akkumulation hinreichend großer, plastischer Dehnungen nach Ausbildung von UFK-Schichten unabhängig von der initialen Einkristall-Orientierung gegeben. Wie in Abb. 2.5 exemplarisch dargestellt, folgt nach Sundaram et al. [166], dass bezüglich der Belastung „harte“ (Pseudo-)Körner zwischen „weichen“ Körnern in die Tiefe gedrückt werden. Dies erklärt möglicherweise, warum UFK-Schichten in einigen Fällen in das umliegende FK-Material hineinzuwachsen scheinen (s. z.B. Abb. 4.12f) [29, 30]. Wiederholt sich dieser Prozess vielfach, ist bis zur Sättigung mit einer immer weiter fortschreitenden Verfestigung der Schicht zu rechnen.

Gleichzeitig folgt eine weitere, wichtige Erkenntnis aus dem kontinuierlichen Hineinwachsen von UFK-Schichten in darunterliegende FK-Bereiche und der gleichzeitigen Ausbreitung Letzterer in wiederum noch tiefer liegende, oberflächenferne Bereiche (engl. *bulk*): Mit jeder Übergleitung findet somit notwendigerweise auch eine zyklische Umformung (d.h. Plastizität) in der Tiefe statt (vgl. z.B. Abb. 4.12), also von Material größerer Korngrößen bzw. - in hinreichender Entfernung von der Oberfläche - in (initial) einkristallinem Zustand (vgl. Absch. 5.2.4 zur Bedeutung elastischer Anisotropie in diesem Zusammenhang). Die entsprechende Verformung hängt - auch in fortgeschrittenen Stadien nach vielfacher Übergleitung - stark von der initialen Einkristall-Orientierung ab. Vor diesem Hintergrund ist auch erklärlich, warum trotz Ausbildung isotroper UFK-Schichten an der Oberfläche die makroskopische Reibspurtopographie auch nach 1000 Übergleitungen noch durch die initiale Einkristall-Orientierung determiniert wird (vgl. Absch. 5.2.2).

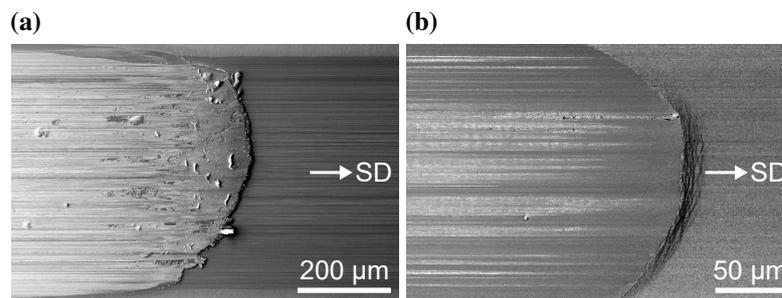
In der Gesamtschau lassen sich mehrere wichtige Erkenntnisse zusammenfassen: Die Mikrostrukturentwicklung lässt sich schlüssig auf Basis versetzungsbasierter Plastizität erklären, es liegen keine Hinweise auf Korngrenzengleiten vor (ein solcher wäre z.B. eine starke Abnahme des Reibungskoeffizienten im Zuge der Ausbildung von UFK-Schichten [11, 128, 132]). Eine Zunahme plastischer Dehnung - durch wiederholte Übergleitung, Erhöhung der Belastung, geringeren Abstand zum Gleitinterface oder infolge Versetzungsnukleation und -bewegung begünstigender Einkristall-Orientierungen - geht mit verstärkter und beschleunigter Bildung feinkörniger Korngrenzennetzwerke einher, bis zur Entstehung nanokristalliner UFK-Schichten nahe der Oberfläche. Dieser Prozess ist mit einem fortschreitenden Verlust mechanischer Anisotropie infolge verschwindender, kristallographischer Textur assoziiert, einschließlich der am Beispiel  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H im Zwischenstadium (FK-Schicht) beobachteten, milden  $(111)[110]$ -Schertextur. Es scheint, dass die initiale Einkristall-Orientierung nicht die Natur der ablaufenden Verformungsmechanismen beeinflusst, wohl aber deren Ablaufgeschwindigkeit und die damit einhergehende, quantitative Ausprägung, welche nach einer gegebenen Anzahl Übergleitungen beobachtet wird.

### **Interaktionen mit Atmosphäre und Gegenkörper**

Es ist bekannt, dass die eben diskutierten Verformungsmechanismen der Faltenbildung [165, 166, 252] und Delamination [253] zur Ablösung plättchenförmiger Verschleißpartikel führen können. Außerdem ist auch im Falle trockener Reibbelastung von Metallen eine Beeinflussung von Verformung und Reibung durch Interaktionen mit Umgebungsatmosphäre oder Gegenkörper möglich, z.B. durch Oxidation [49, 113] oder mechanische Vermischung und Übertrag [28, 30]) (vgl. Absch. 2.3 und 2.4). Spielen derartige Effekte hier eine Rolle?

Da alle Versuche in trockener Stickstoffatmosphäre durchgeführt wurden (vgl. Absch. 3.2.2), scheint massive Tribooxidation unter Bildung von  $CuO$  oder  $Cu_2O$  unwahrscheinlich, wie sie bei tribologischer Belastung von Kupfer an Luft typisch ist [49, 50]. Wie die Analyse in Abb. A.26 im Anhang zeigt, konnte mittels Energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX, engl. *energy dispersive x-ray spectroscopy*) tatsächlich nur innerhalb oberflächennaher UFK-Schichten Spuren von Sauerstoff (<5 %) nachgewiesen werden. Auch wenn eine zuverlässige Quantifizierung leichter Spezies wie Sauerstoff schwierig ist (vgl. z.B. [254, S.293]), wären bei einer Oxidbildung deutlich größere Sauerstoffkonzentrationen sowie eine Reduktion des Reibungskoeffizienten zu erwarten [50] - beides ist nicht der Fall (vgl. Abb. 4.3). Es erscheint naheliegend, dass der gemessene Sauerstoff nach Ende der Versuche beim Entnehmen der

Probe in die durch tribologische Aktivierung neu erzeugten Diffusionspfade innerhalb der stark verformter UFK-Schichten eindiffundiert ist [51].



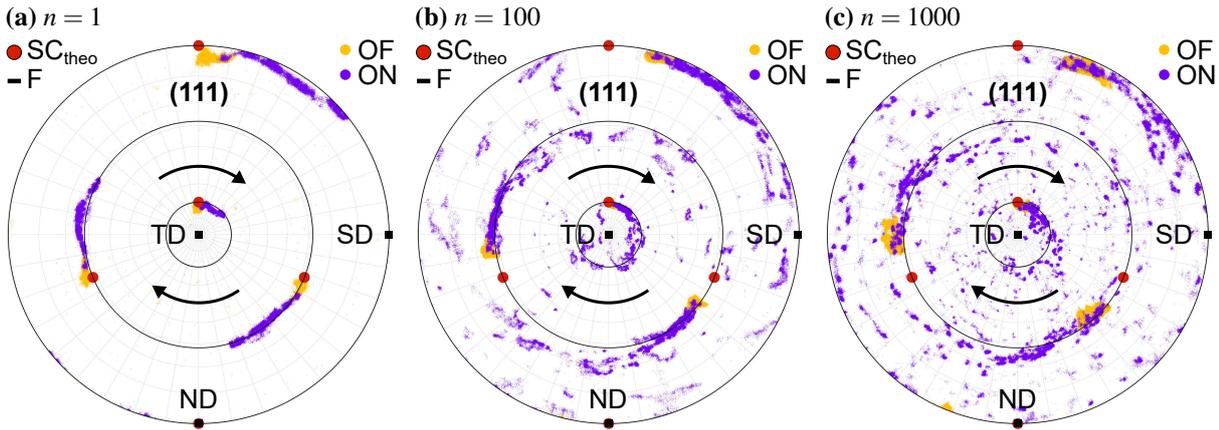
**Abbildung 5.6:** Draufsicht Reibspuren (Sekundärelektronenkontrast) am Übergang der Bereiche  $n_{1000}$ - $n_{100}$  (linke / rechte Bildhälfte): Einkristall-Versuche  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H (links) und  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -N (rechts).

Abb. 5.6a zeigt, dass in Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H im Bereich  $n_{1000}$  (links im Bild) - mit der ausgeprägtesten UFK-Schichtbildung - tatsächlich plättchenförmige Verschleißpartikel aus der Kupferoberfläche herausgelöst wurden. Nach nur 100 Übergleitungen (rechts in Abb. 5.6a) sowie in Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -N bei  $n_{1000}$  (Abb. 5.6b), also in Bereichen, in denen nur eine FK-Schicht vorliegt, ist dies nicht zu sehen, bzw. weit weniger stark ausgeprägt. Es lässt sich schlussfolgern, dass UFK-Schichtbildung in Übereinstimmung mit der Literatur [252] zu geringfügiger Verschleißpartikelbildung führt. EDX- und lichtmikroskopische Untersuchungen der beiden zugehörigen Gegenkörper in Abb. A.27 im Anhang belegen ferner, dass geringe Mengen Kupfer auf die Saphirkugeln übertragen werden. Dieses haftet bei Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -N insbesondere an der (bezüglich der Relativbewegung) führenden Seite der Saphirkugel an, ist aber bei  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H in geringem Umfang auch innerhalb der mutmaßlichen Kontaktfläche der Kugel nachweisbar, wobei auf dieser Saphirkugel milde Abrasivspuren sichtbar sind. Obwohl jeweils keine massive Transferschicht vorzuliegen scheint, muss dies bei der Analyse der Reibung in Abschn. 5.3 berücksichtigt werden [29, 108]. Ferner kann Materialübertrag zu einer Begünstigung von Faltung und Vortexbildung führen [166], sodass einmal einsetzender Materialübertrag möglicherweise in einen selbstverstärkenden Prozess weiterer Delamination und Übertrag mündet.

### Kristallrotation und Scherung bei vielfacher Übergleitung

Während Abschn. 5.1.1 die grundsätzliche Bedeutung tribologisch induzierter Kristallrotation für das Frühstadium belegt, zeigt die obige ODF-Texturanalyse, dass bei hinreichend starker Verformung mit UFK-Schichtbildung nach 1000 Übergleitungen im oberflächennahen Bereich jegliche Verknüpfung mit der initialen Einkristall-Orientierung verloren geht. Jedoch finden sich selbst in Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H zumindest in der FK-Schicht in Abb. 4.17c noch konzentrisch

um TD liegende Orientierungsanhäufungen (s. Pfeile). Dieser Befund lässt sich so interpretieren, dass selbst nach massiver Verformung und Korngrenzenneubildung noch Ensemble von Körnern existieren, welche gegeneinander um TD verdreht sind. Ist dies auf die diskutierten Kristallrotationsprozesse zurückzuführen, stammen diese Körner also möglicherweise aus Bereichen, die im Frühstadium unterschiedlich starke Typ 1- (oder Typ 2-)Rotationen ausgeführt haben, und anschließend weiter verformt und fragmentiert wurden?



**Abbildung 5.7:** (111)-Polfiguren: Oberflächennahe Entwicklung der Kristallorientierung nach 1, 100 und 1000 Übergleitungen (v.l.n.r) in Versuch (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N nach TKD-Messungen in Abb. A.25 im Anhang. Alle Orientierungen in den dort markierten, oberflächenfernen OF- (gelb) und oberflächennahen ON-Bereichen (lila) sind in den Polfiguren als Punkte dargestellt.  $SC_{\text{theo}}$  / F: Theoretische Einkristall-Orientierung und zugehörige Orientierungsfaser für Rotation um TD (vgl. Legende und Pfeile). Im Vergleich zu Versuch (111)[1 $\bar{2}$ 1]-H in Abb. 5.5 (Länge neugebildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  sowie Ausprägung der UFK-Schichten maximal) handelt es sich hier um den gegenteiligen Extremfall, d.h. mit minimaler Verformung (kleinster  $L_{KG}$ -Wert bei  $n = 1000$ , vgl. Abb. 4.13).

Eine Antwort liefert Abb. 5.7: Die (111)-Polfiguren zeigen die Entwicklung der kristallographischen Orientierungsverteilung in Versuch (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N (mit dem geringsten  $L_{KG}$ -Wert nach 1000 Übergleitungen) anhand von TKD-Messungen an TEM-Lamellen, die in den Bereichen mit  $n = 1, 100$  und  $1000$  extrahiert wurden. Dabei wurde jede Messung in einen stark verformten, oberflächennahen ON- und einen oberflächenfernen OF-Bereich unterteilt (vgl. Abb. A.25 im Anhang). Die entsprechenden Orientierungen sind in gelb und lila zusammen mit der initialen Einkristall-Orientierung  $SC_{\text{theo}}$  (rot) und der zugehörigen Faser OF in Abb. 5.7 visualisiert. Nicht nur zeigt die  $n_1$ -Messung eine gute Übereinstimmung mit der EBSD-Messung in Abb. 4.11a (Rotationswinkelbereich um TD vergleichbar, Vorliegen von Typ 2-Rotationen, hier v.a. mit  $-ND$ - und  $+SD$ -Komponenten), bekräftigt also erneut die Ausführungen in Absch. 5.1.1. Entscheidend ist vielmehr, wie sich die Orientierungsverteilung von  $n_1$  zu  $n_{100}$  bzw.  $n_{1000}$  weiterentwickelt: Die oberflächenfernen Bereiche rotieren von  $SC_{\text{theo}}$  aus konsekutiv um je ca.  $10^\circ$  weiter um TD, die oberflächennahen Bereiche ebenfalls, einzelne Teile letzterer sogar noch deutlich weiter

(gesamt z.T.  $> 180^\circ$ ). Gleichzeitig zerfallen die ON-Bereiche in kleine, diskrete Punktwolken (entsprechend einer Vielzahl Subkörner), fächern weiter zu den Seiten der Faser aus und zeigen im Mittel größere Abweichungen der Rotationsachse von +TD (Typ 2).

Die Signatur der Typ 1- und Typ 2-Kristallrotationsprozesse kann also selbst nach 1000 Übergleitungen noch unzweifelhaft nachgewiesen werden. Dies lässt einen noch differenzierteren Schluss als die obige Hypothese zu: Es zeigt sich, dass tribologisch Kristallrotationen bei der ersten Übergleitung am größten sind (übereinstimmend mit [153]) und damit zu großen Teilen die nachfolgende Mikrostrukturentwicklung determinieren: Zwar rotieren oberflächennahe Bereiche in konsekutiven Übergleitungen geringfügig (und mit abklingender Rate pro Übergleitung) weiter; insbesondere aber erfolgt gleichzeitig eine Fragmentierung bereits rotierter Gefügebestandteile im Zuge der Neubildung von Zell- und Korngrenzen bzw. (Sub-)Körnern, ausgehend von der Kristallorientierung nach initialer Rotation. Erst nach massiver Dehnungsakkumulation wie in den UFK-Schichten in Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H geht diese Beziehung verloren und mündet in Isotropie. Demgegenüber stellt der hier diskutierte Fall  $(111)[0\bar{1}1]$ -N einen gegenteiligen Extremfall dar, mit geringster Verformung (Länge neugebildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  minimal, vgl. Abb. 4.13) und keiner (in Querschnittsbildern) sichtbaren UFK-Schicht (vgl. Abb. 4.12e sowie Abb. A.24c). Dies bestätigt erneut, dass die Einkristall-Orientierung zwar nicht die ablaufenden Verformungsmechanismen als solche beeinflusst, wohl aber die konkrete, mikrostrukturelle Ausprägung und die Geschwindigkeit des Anisotropieverlustes.

Dank der neugebildeten Korngrenzen bieten die Einkristall-Versuche bei  $n = 100$  und  $1000$  auch Aufschluss über tribologisch induzierte *Scherung* (vgl. Absch. 5.1.2): Die in den Querschnittsaufnahmen (Abb. 4.12, 4.14, A.22) sichtbare Korngrenzen-Verkipfung ( $\gamma_{KG}$ ) ist zu (einfacher) Scherung in SD kompatibel (vgl. [98, 149]), lässt sich aber nur in vergleichsweise wenig verformten Bereichen (d.h. weit unter der Oberfläche) auswerten. Eine quantitative Systematik hinsichtlich der Einkristall-Orientierungen kann daher nicht konstatiert werden. Der Fall  $(111)[0\bar{1}1]$  zeigt aber beispielsweise, wie nach Absch. 5.2.1) erwartet, dass die Verkipfung  $\gamma_{KG}$  bei hoher Laststufe größer als bei niedriger ist (Abb. 4.12e+f).

#### 5.2.4 Die Bedeutung elastischer Anisotropie

In den vorherigen Abschnitten wurde der Einfluss der Einkristall-Orientierung auf die Verformungsentwicklung insbesondere vor dem Hintergrund plastischer Anisotropie diskutiert, also dem Einfluss von Gleitsystemgeometrie (vgl. Absch. 5.2.2) und Versetzungsbewegung auf die

plastische Verformung. Wie in Abschn. 2.1.2 dargelegt, ist Kupfer aber auch stark elastisch anisotrop, mit richtungsabhängigem Elastizitätsmodul  $E_{uvw}$  (vgl. Abb. 2.1). Wie ist die Bedeutung der elastischen Anisotropie gegenüber der diskutierten, plastischen Anisotropie im Verlauf fortschreitender Übergleitung einzuschätzen?

Nach Gl. 2.1 folgt für die hier betrachteten ND- und SD-Richtungen der Einkristalle:  $E_{111} > E_{110} = E_{\bar{1}\bar{2}1} > E_{100}$  (analog für kristallographisch äquivalente Richtungen), wobei  $\frac{E_{111}}{E_{100}} \approx 2,87$  und  $\frac{E_{111}}{E_{110}} \approx 1,47$ . Berechnet man zunächst rein elastisch den Spannungstensor  $\sigma_H$  nach Hamilton [37], erhält man unter Verwendung von  $E_{111}$  gegenüber  $E_{110}$  betragsmäßig um je ca. 19 % größere Spannungskomponenten und einen um ca. 9 % kleineren Kontaktradius - was intuitiv einleuchtet: der elastische Kontakt ist wegen  $E_{111} > E_{110}$  steifer. Dieses Bild ist jedoch irreführend, da im vorliegenden Fall elastisch-plastische Verformung von Interesse ist. Betrachtet man stattdessen in grober Anlehnung an den Fall statischer (Kugel-)Indentation ohne Relativbewegung einen einachsigen Druckspannungszustand, würde man intuitiv erwarten, dass eine gegebene Druckspannung in ND unterhalb der Fließgrenze bei einem (111)-Einkristall eine ungefähr um ca. 32 % geringere, elastische Dehnung bewirkt, als auf einem (110)-Einkristall. Um eine gegebene, größere und elastisch-plastische Dehnung / Eindringtiefe zu erreichen, müsste man also im Falle des (111)-Einkristalls eine entsprechend größere Spannung / Belastung anlegen. Tatsächlich bestätigt die Literatur zur Nanoindentation von Kupfer-Einkristallen dieses Bild: Bei Indentation eines (111)-Einkristalls ist zum Erreichen der Fließgrenze eine höhere Last nötig als bei einem (110)-Einkristall [80]. Liu et al. zeigen ferner, dass auch die (111)-Indentationshärte etwas größer als ihr (110)-, insbesondere aber ihr (100)-Pendant ist [255]. Diese Erkenntnisse werden allerdings durch die Tatsache relativiert, dass die Fließgrenze von Kupfer-Einkristallen anisotrop ist - wegen der Lage der Gleitsysteme, also plastischer Anisotropie [76, 77]. Schließlich zeigen Yeap et al. [256], dass mit zunehmender Indentationstiefe die elastische Anisotropie aufgrund von Ausmittelungseffekten (komplexes, elastisches Spannungsfeld) zunehmend verschwindet. Weitere Arbeiten zu Indentation und Kratzhärte (engl. *scratch hardness*) zeigen, dass die Relevanz elastischer Rückfederung mit zunehmender Eindringtiefe (und plastischer Verformung) abnimmt [244, 257]. Schließlich ist der Indentationsmodul von kfz-(111)-Oberflächen nach Vlassak und Nix nur geringfügig größer als jener von (110)-Oberflächen [79].

Natürlich lassen sich diese Erkenntnisse nicht unmittelbar auf die hier vorliegende Situation mit Relativbewegung und Reibspurtiefen im Mikrometerbereich übertragen (z.B. ist die Spurtiefe  $pt$  für (111)[0 $\bar{1}$ 1] tatsächlich  $\ll$  (110)[ $\bar{1}$ 10], jedoch andererseits: (110)[001]  $<$  (111)[0 $\bar{1}$ 1] / (111)[1 $\bar{2}$ 1]). Trotzdem leuchtet es auch anschaulich unmittelbar ein, dass im Angesicht starker

plastischer Verformung von weichem Kupfer (Streckgrenze bei geringer Versetzungsdichte nur ca. 70 MPa [39, S. 295]) die Lage der Gleitsysteme eine deutlich größere Bedeutung als die elastische Anisotropie besitzt. Steigt die Fließgrenze lokal (und nur lokal) durch Verfestigung, führen die mit dieser Verfestigung assoziierten Mikrostrukturänderungen jedoch auch unmittelbar zu einem graduellen Verlust elastischer Anisotropie (vgl. Absch. 5.2.3).

Zu bedenken ist ferner, dass mehrere Effekte zu einer weiteren Ausmittelung anisotroper elastischer Konstanten beitragen. Erstens ist der Spannungszustand viel komplexer als einachsiger Druck [37], sodass eine Rechnung mit  $E_{uvw}$  in ND (oder SD, bei Betrachtung der Gleitrichtung) grob vereinfachend ist. Zweitens wurde gezeigt, dass bei vielfacher Übergleitung im oberflächennahen Wirkungsbereich der Spannungen die initiale Anisotropie der Einkristalle zunehmend verloren geht (vgl. Absch. 5.2.3). Berechnet man in Anlehnung an [258] das Voigt-Reuss-Hill-Mittel des Elastizitätsmoduls von Kupfer, zeigt sich, dass  $E_{110} \approx E_{VRH}$ . Stellt man sich die isotrope Oberflächenschicht auf dem anisotropen Einkristall-Grundgefüge als Reihenschaltung von Druckfedern [259, S. 339] oder ein Kompositmaterial mit isotropen Fasern in einer anisotropen Matrix vor [53, S. 302ff.], folgt: Mit zunehmender Dicke der anisotropen Schicht nähert sich der effektive Elastizitätsmodul des (111)-Einkristalls jenem des (110)-Einkristalls an, während sich bei letzterem kaum eine Änderung ergibt. Auch sind die diskutierten Tiefen der Einkristall-Reibspuren in Abb. 4.5 auf dem (110)-Einkristall langfristig ( $n = 1000$ ) nicht systematisch tiefer als auf dem (111)-Einkristall - die Unterschiede konnten jedoch auf Basis plastischer Anisotropie erklärt werden (vgl. Absch. 5.2.2).

Zusammenfassend gilt also, dass mit zunehmender Verfestigung bei Mehrfachübergleitung im Vorgriff auf Absch. 5.3 zwar der Anteil pro Übergleitung elastisch dissipierter Energie steigt (vgl. [173, 175, 208]), elastische Anisotropie gegenüber plastischer Anisotropie jedoch höchstwahrscheinlich nur eine untergeordnete Bedeutung besitzt.

### 5.3 Reibungsanisotropie in Abhängigkeit von der Verformung

In den vorherigen Abschnitten wurden Zusammenhänge zwischen initialer Kristallorientierung und tribologisch induzierten Verformungsmechanismen im Detail analysiert, insbesondere mit Blick auf deren Entwicklung bei wiederholter Übergleitung. Während die Mikrostrukturentwicklung im Frühstadium ( $n \leq 10$ ) sehr gut auf Basis tribologisch induzierter Kristallrotationskinematik (Kristallrotationen Typ 1–3) verstanden werden kann (Absch. 5.1), geht der

direkte Zusammenhang zwischen initialer Kristallorientierung und oberflächennaher, verformter Mikrostruktur langfristig ( $n \leq 1000$ ) immer mehr verloren - mit unterschiedlicher Geschwindigkeit und Ausprägung je nach Laststufe (Absch. 5.2.1) und Kristallorientierung (Absch. 5.2.3). Gleichzeitig wurde gezeigt, dass bei jeder Übergleitung auch zyklische Umformung initial einkristalliner Bereiche weiter unterhalb der Oberfläche stattfindet und die für den Pflügen-Reibungsanteil wichtige Reibspurtopographie selbst nach 1000 Übergleitungen noch eindeutig auf die initiale Kristallorientierung zurückzuführen ist (Absch. 5.2.2). Diese Erkenntnisse erlauben es, im Folgenden den Verlauf der gemessenen Reibungskoeffizienten (Absch. 4.1) zu diskutieren. Im Zentrum steht dabei die Frage nach dem initialen Bestehen und der Entwicklung einer möglichen Reibungsanisotropie im Zuge wiederholter Übergleitung, also einer Abhängigkeit der Reibung von der anfänglichen Kristallorientierung. Um zu klären, ob (und wie) sich gemessene Reibungs- auf Orientierungsunterschiede zurückführen lassen, ist eine Analyse der Zusammenhänge zwischen Reibung und (anisotropen) Verformungsmechanismen vonnöten.

### 5.3.1 Physikalische Bedeutung der Reibkraft: Energiedissipation und Struktur

Aus Absch. 2.4 geht hervor, dass Reibung eine sehr komplexe Größe ist, die von einer Vielzahl Systemgrößen abhängt, darunter Umgebungsbedingungen, Kontaktgeometrie und -kinematik sowie Materialpaarung und -zustand (Mikrostruktur, Topographie, Rauheit usw.) [18, 19]. Häufig sind einige solcher Einflussfaktoren im Versuchsverlauf außerdem veränderlich - u.a. durch ablaufende Verformungsmechanismen - und somit trotz sorgfältigem Versuchsdesign nicht oder nur teilweise bekannt. Vor einer Betrachtung konkreter Versuche wird zunächst diskutiert, welche Beiträge zur Reibung für das vorliegende Kupfer-Saphir-System zu erwarten sind, und welche Metriken zur Beschreibung wirkender Mechanismen zur Verfügung stehen. Am Ende dieses Abschnitts wird das entsprechende physikalische Bild in Form einer Schemazeichnung (Abb. 5.8) grafisch zusammengefasst.

Einige Einflussgrößen können ausgeschlossen werden: Aufgrund der geringen Gleitgeschwindigkeit (vgl. Absch. 3.2.2), guten Wärmeleitfähigkeit von Kupfer und vergleichsweise milden Belastung [147] spielen Dehnrateneffekte [177], lokale Erwärmung (vgl. das umstrittene „Blitztemperatur“-Konzept [75, 260]) sowie dynamische Rekristallisation [114–116] für Reibung und Verformung in den vorliegenden Versuchen höchstwahrscheinlich keine Rolle. Wegen der großen Härtedifferenz zwischen Saphir und Kupfer sowie der geregelten, trockenen Stickstoffatmosphäre beschränkt sich die plastische Verformung auf die Kupferprobe [118]. Auch die

bei hoher Luftfeuchtigkeit beobachtete Erweichung von Saphir [261] ist irrelevant. Tribooxidation wurde in vergleichbaren Systemen selbst an Luft erst nach mehr als zehn reversierenden Gleitzyklen beobachtet [49], ist also im Frühstadium in  $N_2$ -Atmosphäre kein Faktor. Auch in den späten Stadien der Einkristall-Versuche scheint Oxidation - wie in Absch. 5.2.3 diskutiert - keine zentrale Rolle für Mikrostruktur- und Reibungsentwicklung einzunehmen. Bei Ausbildung einer Oxidschicht wäre eine Reibungsreduktion zu erwarten [50], was jedoch in keinem Versuch beobachtet wird (s. Absch. 4.1). Das Fehlen einer solchen Reibungsreduktion trotz der oberflächennahen Ausbildung nanokristalliner Körner (UFK-Schicht) erlaubt ferner die wichtige Feststellung, dass Korngrenzgleiten [129–131, 133] - anders als z.B. bei [11, 128, 138] - auch in fortgeschrittenen Versuchsstadien kein wichtiger Verformungsmechanismus zu sein scheint. Auch konnte die Mikrostrukturentwicklung konklusiv auf Basis versetzungsbasierter Plastizität erklärt und verstanden werden [119, 135] (vgl. Absch. 5.2.3).

Einen direkten Zugang zur Analyse wichtiger Reibungsbeiträge liefert die B&T-Theorie [170] (Absch. 2.4): Im Gegensatz zu Oxidation wäre bei Verschleiß und Kupferübertrag - also lokalem Kupfer-Kupfer-Kontakt - im Sinne des  $S$ -Terms (*Scherung*) eine Reibungserhöhung zu erwarten [29, 108]. Bei reinem Saphir-Kupfer-Kontakt hingegen ist starke Adhäsion oder gar ein Ausbilden und Scheren von Kaltverschweißungen kaum vorstellbar, der  $S$ -Term also vermutlich klein - oder zumindest konstant, also für eine Richtungsabhängigkeit irrelevant. Vereinfachend kann hier also das Maß an UFK-Schichtbildung (welche mit mildem Verschleiß und Übertrag assoziiert ist, vgl. Absch. 5.2.3) zur Abschätzung des  $S$ -Terms herangezogen werden.

Der  $P$ -Term (*Pflügen*) ist nach Gl. 2.2 das Produkt aus verdrängter Querschnittsfläche  $A'$  und Fließdruck  $p$ . Die Talfläche  $pA_t$  (vgl. Absch. 4.2) ist - (nur) bei der ersten Übergleitung  $n_1$  - ein sehr gutes Maß für  $A'$ . Wie in Absch. 5.2.1 ausgeführt, ist die hohe Laststufe ggü. der niedrigen über  $pA_t$  mit im Mittel ca. vierfach stärkerem Pflügen, d.h. Verdrängen von Kupfer, assoziiert - ceteris paribus müsste also auch die Reibkraft aufgrund Pflügens  $P$  steigen. Bei wiederholtem Übergleiten trägt allerdings nur die zusätzlich je Übergleitung erzeugte  $pA_t$ -Fläche zu  $P$  bei [207, 245]. Die B&T-Theorie wurde für einen ideal plastischen Metall-Metall-Kontakt erdacht [170]. Während elastische Anisotropie (nicht aber: elastische Verformung) wie in Absch. 5.2.4 diskutiert hier vermutlich von untergeordneter Bedeutung ist, kann (anisotrope) Verfestigung der wärmebehandelten, weichen Kupferproben keinesfalls ignoriert werden [73, 74, 77]. Vereinfachend ist anzunehmen, dass im Zuge einer Verfestigung der Fließdruck  $p$  in Gl. 2.2 (lokal) steigt,  $P$  also zunehmen müsste. Eine tribologisch induzierte Zunahme plastischer Dehnung korreliert mit steigender Versetzungsdichte und daraus resultierend feineren Zell-

und Kornstrukturen [119, 135] - also Versetzungs- und Korngrenzenverfestigung [126]. Daher kann angenommen werden, dass auch große  $L_{KG}$ -Werte (Länge neugebildeter Korngrenzen, vgl. Absch. 4.3.3) qualitativ mit einer Erhöhung des Fließdrucks  $p$  korrelieren sollten, also einer  $P$ -Reibungszunahme.

Auch ist die Erkenntnis wichtig, dass die nach einer, 100 oder 1000 Übergleitungen beobachtete Mikrostruktur (samt abgeleiteter Metriken) einer Hysterese unterliegt, also von der Vorgeschichte abhängt: Sie zeigt stets die Gesamtwirkung der bis dahin abgelaufenen Verformungsmechanismen. Anstatt also z.B.  $L_{KG}$  bei  $n = 1000$  lokal mit dem zugehörigen Reibungskoeffizient  $\bar{\mu}(n_{1000})$  oder der Reibkraft  $F_R(n_{1000})$  zu vergleichen, kann es hilfreich sein, die bis dahin *insgesamt* umgesetzte Reibungsenergie  $E_R$  (bzw. verrichtete Reibungsarbeit) zu betrachten. Diese lässt sich je Übergleitung  $n = n_i$  durch Integration der lokalen Reibkraft  $F_{R,n_i}(x)$  über den Gleitweg  $x$  ( $E_{R,n_i} = \int_{x_0}^{x_1} F_{R,n_i}(x) dx$ ) und anschließender Addition ( $E_R(n_i) = \sum_{n=n_1 \dots n_i} E_{R,n}$ ) berechnen. Abb. A.6 im Anhang zeigt die für die Einkristall-Versuche berechneten  $E_R$ -Werte (und wird in Absch. 5.3.2 diskutiert).

Die umgesetzte Energie spielt auch in den Reibungsmodellen von Tsuya [9] und Rigney et al. [173, 202] eine wichtige Rolle (vgl. Absch. 2.4). Grundidee ist das Gleichsetzen der Reibungsarbeit mit der plastischen Arbeit, die im hochverformten, oberflächennahen Bereich verrichtet wird (wo sich feine Zell- und Kornstrukturen ausbilden) [202]. Nach Rigney und Hirth [173] gilt im Gleichgewichtszustand:  $\mu = \frac{wt\tau\varepsilon}{L}$ .  $\mu$  ist also von Breite  $w$  und Tiefe  $t$  der hochverformten Schicht, darin *pro Reibzyklus* eingebrachter „Netto-Dehnung“  $\varepsilon$  (engl. *average net strain per cycle*) sowie Scherspannung  $\tau$  und dem Kehrwert der Last  $L$  abhängig [173].

$w$  und  $t$  können hier näherungsweise aus Reibspurbreite  $pb$  und Querschnittsbildern abgeleitet werden,  $\varepsilon$  ist nicht direkt verfügbar - und kann höchstens grob durch die Zunahme von  $L_{KG}$  z.B. von  $n_{100}$  zu  $n_{1000}$  abgeschätzt werden: Ist diese groß, wurde im Mittel vermutlich große plastische Dehnung pro Übergleitung in Form von Versetzungsbewegung und der Bildung von neuen Körnern akkommodiert (da plastische Dehnung mit der Bildung von Versetzungs- und Korngrenzennetzwerken assoziiert ist, vgl. Absch. 2.3 und [119, 142]).

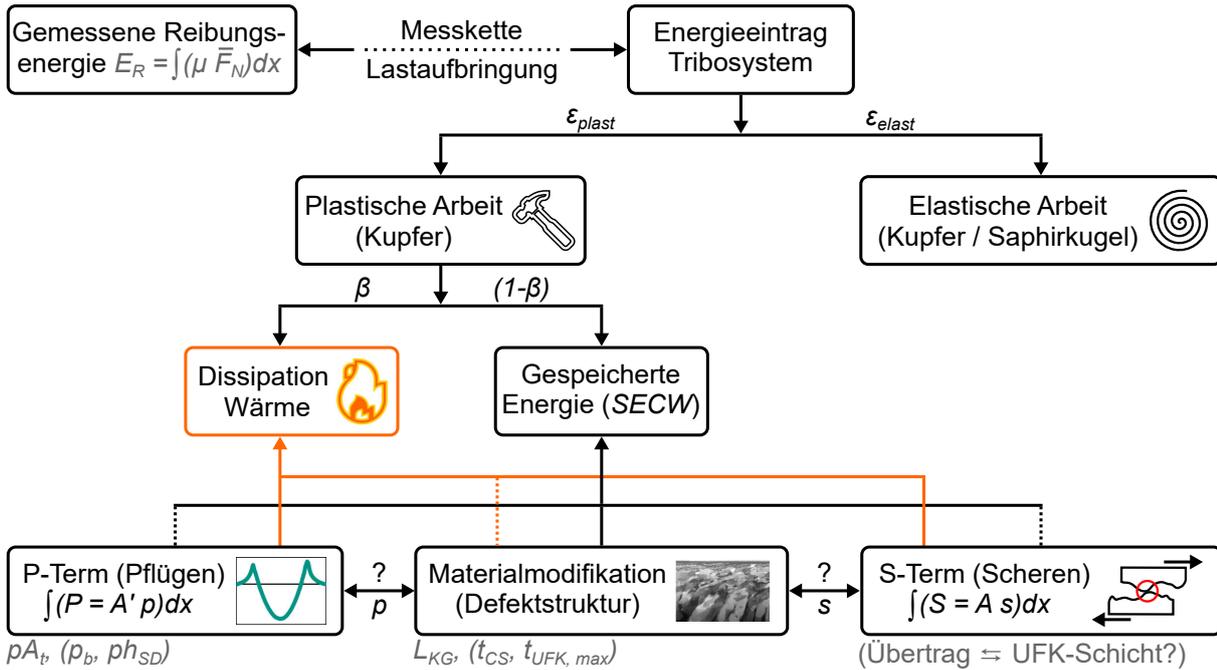
Während im Modell [173] angenommen wird, dass die plastische Arbeit im Gleichgewichtszustand von einer Gleichgewichtszustands-Mikrostruktur abhängt, plastische Arbeit also vollständig als Wärme dissipiert, und nicht zusätzlich in der Gleichgewichtszustands-Mikrostruktur gespeichert wird [173, S. 350], ist klar: Im (hier ebenfalls relevanten) Zustand vor Erreichen eines Gleichgewichtszustandes wird stets ein Teil der Reibungsarbeit zur Erzeugung hochverformter Mikrostruktur umgesetzt - sichtbar als Zunahme von  $w$ ,  $t$  (Ausdehnung des hochverformten

Bereiches) und  $L_{KG}$  (als Maß für plastische Dehnung in diesem Bereich) - womit auch  $\mu$  steigt. Dieser Reibungsbeitrag aufgrund plastischer Umformarbeit wird in Anlehnung an [203] auch als *Mikrostruktur- bzw. Materialmodifikation* bezeichnet.

Zu den Anteilen plastischer Arbeit bei plastischer Verformung von Metallen ist seit den bahnbrechenden Arbeiten von Farren und Taylor [262] und Taylor und Quinny [263] bekannt, dass typischerweise ca. 80 – 100 % (häufig auch: Faktor  $\beta = 0,8 - 1,0$ ) der plastischen Arbeit in Wärme umgesetzt, und nur ein geringerer Anteil ( $1 - \beta$ ) in Form von Defekten gespeichert wird, mit Erhöhung der inneren Energie, sog. *stored energy of cold work*, kurz: *SECW* (vgl. auch umfangreiche Übersichtsarbeit von Bever et al. [264]). Im Fall von Kupfer wird häufig  $\beta = 0,9 = konst.$  angenommen, wobei polykristallines Kupfer - wohl im Zusammenhang mit den Korngrenzen - mehr Energie (*SECW*) als Einkristalle speichern kann [265]. Gleichzeitig ist bekannt, dass der *SECW*-Anteil von Art und Reinheit des Metalls sowie Belastung [264], Dehnung und Dehnrates [266] oder Kristallorientierung [267] abhängen kann. Außerdem kann es bei der Speicherung von Energie bei sehr großen Dehnungen bzw. insgesamt verrichteter, plastischer Arbeit zu einer Zunahme von  $\beta$  bis hin zur Sättigung ( $\beta = 1$ ) kommen (vgl. [263]), entsprechend der Annahme von Rigney et al. [173]. Eine exakte Quantifizierung der Anteile ist hier nicht möglich, gleichzeitig ist außerdem zu beachten, dass als Wärme dissipierte, plastische Arbeit auch Versetzungsbewegung (und Bildung und Annihilation von Punktdefekten) beinhalten kann [264, S.165ff.], welche zur gemessenen Reibenergie  $E_R$  beiträgt und nicht direkt in der Mikrostruktur sichtbar ist (z.B. als Erhöhung von  $L_{KG}$ ).

Hinzu kommt bei Mehrfachübergleitung, dass bei starker (vorheriger) Verfestigung (des Kupfer-Gefüges) ein relevanter Teil der Reibungsarbeit pro Übergleitung elastisch umgesetzt wird (reversibel, Erzeugung elastischer Dehnungen  $\epsilon_{elast}$  und Rückfederung, vgl. [173, 175]), mit entsprechend geringeren, irreversiblen, plastischen Dehnungsanteilen  $\epsilon_{plast}$ . Für die Betrachtung einer *Orientierungsabhängigkeit* ist dies jedoch wegen der vermuteten, elastischen Isotropie im besonders relevanten (da verfestigten), oberflächennahen Bereich weniger wichtig (vgl. Absch. 5.2.4). Hinsichtlich hier bekannter Metriken folgt in der Gesamtschau, dass große  $pb$ - /  $L_{KG}$ -Werte bzw. Verformungstiefen (in Querschnittsbildern) auf Grundlage von [173] in allen Stadien mit hoher Reibung aufgrund Materialmodifikation in Verbindung gebracht werden.

Abb. 5.8 fasst die diskutierten, physikalischen Verhältnisse schematisch zusammen. Die wichtigsten Erkenntnisse sind wie folgt: Durch Integration von Reibkraft-Anteilen (über den Gleitweg  $x$ ) ist eine energetische Betrachtung möglich. Dabei ist zu beachten, dass die gemessene Reibenergie  $E_R$  trotz sorgfältiger Tribometer-Kalibrierung neben dem Energieeintrag in das Tribosystem



**Abbildung 5.8:** Schematische Zusammenhänge zwischen Energieumsatz, Anteilen an der Gesamtreibung (untere Zeile) und zugehöriger Messgrößen (grau, z.B. Länge neugebildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  / Profil-Talfläche  $pA_t$ ; zu  $t_{CS} / t_{UFK,max}$ : vgl. Tab. 5.3) im Saphirkugel-Kupfer-Tribosystem. Je nach Integrationsbereich (Gleitweg  $x$ ) Abbildung einzelner Übergleitungen oder Gesamtbilanz (Summe). Der Energieeintrag (ungefähr  $E_R$ ) in das Tribosystem setzt sich aus (reversibler, aber erfasseter) elastischer Arbeit sowie irreversibler plastischer Arbeit zusammen, verrichtet zur Erzeugung elastischer ( $\epsilon_{elast}$ ) und plastischer ( $\epsilon_{plast}$ ) Dehnungen (Anteile bei Mehrfachübergleitung veränderlich, vgl. [173, 175]). Ein (veränderlicher [266]) Großteil (Faktor  $\beta$ ) der plastischen Arbeit wird als Wärme dissipiert (kann trotzdem mit Versetzungsbewegung assoziiert sein, welche die innere Energie nicht erhöht, z.B. einfache Scherung durch das Material verlassende Versetzungen; oder Bildung und Annihilation von Punktdefekten [264, S.165 ff.]), der Rest wird in Form der erzeugten Defektstruktur im Material gespeichert (SECW, engl. *stored energy of cold work*) [262–264, 268]. Die Pflügen- und Scheren-Reibungsbeiträge (vgl. [6, 170]) lassen sich nicht scharf von Reibung durch Materialmodifikation (vgl. [173, 203], hier: Umformung unterhalb Oberfläche und Erzeugung Defektstruktur) trennen (u.a. Beeinflussung Fließdruck  $p$  / Scherfestigkeit  $s$ ).

grundsätzlich auch durch eine endliche Instrumentensteifigkeit (kleine, elastische Verformungen) und die Piezo-Messkette (evtl. geringfügiger Drift) beeinflusst wird. Sowohl die Aufteilung der verrichteten Arbeit in elastische (Saphir / Kupfer) und plastische (Kupfer) Anteile, als auch der Anteil als Wärme dissipierter Energie ( $\beta$ ) an letzterem sind bei Mehrfachübergleitung veränderlich, hängen von der Vorgeschichte ab (Verfestigung, Defektstruktur usw. - wenn auch ohne keine strenge Verknüpfung zwischen SECW /  $\beta$  und Defektstruktur oder Paramtern wie dem Fließdruck besteht [265][264, S.130ff.]) und lassen sich nicht genau quantifizieren. Durch Verwendung bekannter Größen (Reibspur-Talfläche  $pA_t$ , Länge neugebildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  etc.) können Reibungsanteile zumindest qualitativ und vergleichend abgeschätzt werden. Insbesondere eine genaue Separierung der Pflügen- und Scheren-Reibung (nach B&T [6, 170]) von Reibung durch Materialmodifikation (vgl. [173, 203]) ist jedoch schwierig: So

hängen Pflügen-Reibkraft  $P$  und Scheren-Reibkraft  $S$  von Fließdruck  $p$  bzw. Scherfestigkeit  $s$  ab [6, 171], welche beide durch (vorangegangene) Mikrostrukturänderungen beeinflusst werden. Berechnet man den Pflügen-Reibungskoeffizient  $\mu_P$  nach Lafaye et al. [205] aus einem geometrischen Flächenverhältnis unter Annahme eines mittleren Kontaktdrucks (siehe Absch. 5.3.2), wird die zur Erzeugung dieses (erhöhten) effektiven Fließdrucks vorher umgesetzte Energie (Materialmodifikation) darin zwar nicht berücksichtigt. Auch können das Abscheren möglicher Kaltverschweißungen ( $S$ -Term) und Verdrängen von Kupfer in Gleitrichtung ( $P$ -Term) als auf Anteilen plastischer Arbeit basierend betrachtet werden, die nicht notwendigerweise mit Mikrostrukturänderung / Erhöhung von  $SECW$  assoziiert sind (idealisiert u.a. Scherung in SD, z.B. durch Versetzungen, die das Volumen verlassen, vgl. auch Abb. 2.4 / Absch. 2.3 [149]. Gleichzeitig erzeugt aber das Verdrängen von Kupfer nach unten fraglos persistente Mikrostrukturänderungen (und erhöht die innere Energie  $SECW$ , vgl. gestrichelte Linien in Abb. 5.8) - was hier nicht von Reibung durch Materialmodifikation im Sinne zugänglicher Parameter wie  $L_{KG}$  separabel ist. Zu unterscheiden ist außerdem das Abscheren von Kupfer-Kupfer-Kontaktstellen im Sinne des  $S$ -Terms (d.h. an Kaltverschweißungen an der realen Kontaktfläche  $A$ ) von Scherung *innerhalb* des Kupfers, das im vorliegenden Bild der Materialmodifikation zugerechnet wird.

### 5.3.2 Konkrete Ausprägung und Ursachen der Reibungsanisotropie

Die in Absch. 5.3.1 ausgeführten Überlegungen erlauben es, die konkrete Reibungsanisotropie-Ausprägung im Frühstadium (Bikristall-Versuche) und bei vielfacher Übergleitung (Einkristalle) vor dem Hintergrund anisotroper Verformung und zugehöriger Metriken zu analysieren.

#### Frühstadium

Im Frühstadium ( $n \leq 10$ , Bikristall-Versuche) sind anisotrope Beiträge zur Reibung insbesondere durch Materialverdrängung (Pflügen) und Mikrostrukturmodifikation (des Kupfers) zu erwarten (s. Absch. 5.3.1). Interaktionen mit Gegenkörper und Atmosphäre sowie Verschleiß und Übertrag spielen hingegen keine Rolle, also kann der  $S$ -Term als vernachlässigbar angenommen werden (die reale Kontaktfläche ist natürlich trotzdem für die plastische Verformung des Kupfers relevant, ohne Kupfer-Kupfer-Kontakt findet jedoch keine starke Adhäsion / Scherung von Kaltverschweißungen im Sinne des  $S$ -Terms statt, vgl. Absch. 5.3.1 [6]) Lässt sich die Wichtigkeit der beiden ersteren Beiträge quantifizieren?

Zwei Aspekte sind hierfür besonders von Interesse: Erstens ist die Reibung bei einer einzelnen Übergleitung für alle betrachteten Laststufen (Versuche BK-N, BK-H, BK-SH) im linken Korn größer als im rechten Korn ( $\mu_L > \mu_R$ , Abb. 4.1) - auch bei Inversion der Gleitrichtung (BK-NI). Zweitens wird nach fünf- bzw. zehnfacher Übergleitung (BK-N5 und BK-N10, Abb. 4.2) das Gegenteil beobachtet: In  $n_5$  und  $n_{10}$  ist  $\mu_L < \mu_R$ .

Eine Arbeit von Lafaye et al. [205] erlaubt es, die durch Pflügen verursachte Reibung für einen Kugel-Gegenkörper inklusive elastischer Erholung des Kupfers zu berechnen. Grundannahme ist die Überlegung, dass die in ND und SD projizierten Kontaktflächen  $A_{ND}$  und  $A_{SD}$  über einen mittleren Kontaktdruck  $p_m$  mit Normalkraft  $F_N$  und Pflügen-Reibkraft  $P$  verknüpft sind [205]. Dabei gilt für den Pflügen-Reibungskoeffizient  $\mu_P = \frac{P}{F_N} = \frac{p_m A_{SD}}{p_m A_{ND}}$  [205]. Als Eingangsgrößen genügen der Kontaktradius (entspricht  $\frac{pb}{2}$ , bei Versuch BK-N in beiden Körnern ca.  $\frac{107,9}{2} \mu\text{m}$ ) sowie der unbekannte, rückwärtige Kontaktwinkel  $\omega$  infolge elastischer Erholung.  $A_{ND}$  und  $A_{SD}$  folgen aus geometrischen Betrachtungen [205]. Hier wird jedoch stattdessen direkt  $A_{SD} = pA_a$  verwendet (Werte in Abb. A.8 im Anhang). Dies ist für eine Einzelübergleitung und ohne elastische Erholung ( $\omega = 0$ ) zulässig, welche  $P$  bis zu  $P = 0$  für  $\omega = \frac{\pi}{2}$  (maximale elastische Erholung bei maximalem rückwärtigem Kontaktwinkel, d.h. symmetrischem Kontakt) verringert, da  $A_{ND}$  zunimmt [205]. Unter diesen Bedingungen erhält man für Versuch BK-N im linken und rechten Korn  $\mu_P$ -Werte von 0.0089 und 0.0087, was nur 2,86 % bzw. 2,94 % der tatsächlich gemessenen, mittleren Reibungskoeffizienten entspricht.

In Anbetracht der gegenüber ihrem Radius extrem geringen Eindringtiefe ( $pt \approx 0,59 \mu\text{m}$ ) der Kugel und der Werte in [205] erscheint dies plausibel - im Unterschied beispielsweise zu Kratzversuchen [94]. Der Kontaktdruck  $p_m$  (hier aus  $A_{ND}$ ) beträgt ca. 437 MPa. Auch dies ist ein realistischer Wert für Kupfer, das durch die Übergleitung etwas verfestigt wurde; folgt doch nach der Tabor-Beziehung (vgl. Absch. 2.2) für die Fließgrenze  $Y \approx \frac{437}{2,8} \text{ MPa} \approx 156 \text{ MPa}$  - was nach [39, S. 295] genau in dem für Kupfer tabellierten Bereich von 69 – 325 MPa liegt (im unteren Drittel, bei ca. 34 % der Spanne).

Wichtig ist die Erkenntnis, dass  $P$  zwar in der Tat im linken Korn größer als im rechten Korn ist (auch für Versuch BK-NI), allerdings nur einen geringen Anteil an der Gesamtreibung ausmacht. Für die Versuche mit hoher und sehr hoher Laststufe (BK-H und BK-SH) erhält man erwartungsgemäß einen etwas größeren  $P$ -Term, mit mittleren  $P$ -Anteilen von ca. 3,3 bzw. 6 %, wobei auch dann  $\mu_{P,L} > \mu_{P,R}$ . Bei mehrfacher Übergleitung wiederum muss implizit über alle fünf bzw. zehn Übergleitungen gemittelt werden: Sowohl die gemessenen Reibungskoeffizienten, als auch berechneten  $\mu_P$ -Werte sind dabei im rechten Korn größer als im linken Korn

(weil Spurbreite  $pb$  und Talfläche  $pA_t$  dort größer sind). Diese Analyse ist kompatibel mit der Umkehr der Reibungsverhältnisse bei Mehrfachübergleitung, erklärt aber nur einen Teil der Reibungsunterschiede. Da  $> 94\%$  der Gesamtreibung mutmaßlich weder auf  $P$ - noch  $S$ -Term (kein Kupfer-Kupfer-Kontakt) zurückzuführen sind, muss der Großteil der Reibung nach der Vorstellung in Abb. 5.8 mit Materialmodifikation assoziiert sein. Trägt also auch *deren Anisotropie* zu den Reibungsunterschieden bei?

In der Tat belegen die TKD-Messungen in Abb. 4.15, dass in Versuch BK-N die Verformung im linken Korn etwas tiefer als im rechten Korn reicht ( $t_{ON,L} > t_{ON,R}$ ), in Versuch BK-N10 ist es umgekehrt. Auch die Reibspurbreite  $pb$  ist in Versuch BK-N10 mit  $121,2\ \mu\text{m}$  im rechten Korn größer als im linken Korn ( $112,9\ \mu\text{m}$ ). Beide Befunde sind mit größerer Reibung infolge größerer, zur Materialmodifikation verrichteter plastischer Arbeit verträglich (vgl. Absch. 5.3.1 und Abb. 5.8). Gleichzeitig führt die (Sub-)Korn-Neubildung (vgl. Fragmentierung von Clustern in den Polfiguren in Abb. 4.16) zu einer Verfestigung, welche offenbar im rechten Korn schneller als im linken Korn vonstatten geht, mit entsprechender Erhöhung des B&T-Fließdruckes und  $P$ -Terms. Die aktiven Gleitebenen ändern sich bei BK-N10 gegenüber BK-N nicht, jedoch nimmt die Dichte und Schärfe sichtbarer Gleitstufen in Übereinstimmung mit verstärkter Versetzungsbewegung deutlich zu - oberhalb der Spur insbesondere im rechten Korn (vgl. Abb. A.12).

Einen direkten, quantitativen Zusammenhang der Reibung mit konkreten Eigenschaften der beobachteten Kristallrotationen (Typ 1-Rotationswinkel, Typ 2-Rotationsachse, Auftreten von Typ 3-Rotation mit Zwillingsbildung usw.) herzustellen, ist hingegen schwierig: Sowohl in Versuch BK-N als auch BK-N10 sind die maximalen Typ 1-Rotationswinkel im linken Korn um ca.  $10^\circ$  größer, gleichzeitig treten jedoch nur im rechten Korn Zwillingsbildung und eine bimodale Orientierungsverteilung (bei BK-N) auf. Offenbar wirkt der Kristallrotationsprozess jedoch wie beschrieben nach zehn Übergleitungen im rechten Korn bis in größere Tiefen (vgl. Abb. 4.15), mit entsprechend stärkerer Mikrostrukturmodifikation und Verfestigung - was nach Absch. 5.3.1 kompatibel zu größerer Reibung ist.

Schließlich stellt sich die Frage nach dem *Einfluss der Korngrenze* auf die Reibung. Da nur in unmittelbarer Nähe der Korngrenze ein Einfluss auf die Verformung festgestellt wurde (vgl. Absch. 5.1), kann ein solcher über  $10\ \text{mm}$  Gleitweg auch auf die Reibung ausgeschlossen werden. Weil auch in keinem der Versuche eine eindeutig dem Überqueren zuzuordnende Reibungsspitze (vgl. Abb. 4.1, 4.2) auftritt, scheint die gegebene Korngrenze also keine (relevante) Auswirkung auf die Reibung zu besitzen. Die Literatur zeigt, dass dies - je nach Material, Kontaktgeometrie, Korngrenze etc. - plausibel ist (vgl. z.B. [198, 199, 201, 269] und Absch. 2.4).

In Summe lassen sich die Reibungsunterschiede zwischen linkem und rechtem Korn also klar auf ein Kombination aus abweichendem Energieumsatz für Materialmodifikation (Kristallrotation, Subkornbildung und Verfestigung) und - untergeordnet - unterschiedlich starkem Pflügen zurückführen, wobei  $P$  wohl weniger als 10 % der Gesamtreibung ausmacht. Handelt es sich hierbei jedoch auch tatsächlich um eine Reibungsanisotropie, also Richtungsabhängigkeit? Obwohl kein expliziter Zusammenhang zwischen Gleitsystem-Ausrichtung und Reibung belegt werden kann, ist dies doch sehr wahrscheinlich: Die sehr gute Reproduzierbarkeit der  $\mu$ -Unterschiede über mehrere Versuche und Laststufen hinweg (Abb. 4.1), Verknüpfung von Orientierung und Verformung einerseits, von Verformung und Reibung andererseits, sowie die Literatur [7, 9, 186, 187, 190] legen dies nahe. Eine entscheidende Erkenntnis ist ferner, dass mit Blick auf Reibungsanisotropie stets auch die Verformungsentwicklung je Kristallorientierung betrachtet werden muss: Bereits wenige Übergleitungen können die Reibungsverhältnisse fundamental verändern - eine Unterscheidung in „weiche“ und „harte“ Orientierungen auf Basis von Versuchen mit nur einer einzelnen Übergleitung erscheint wenig sinnvoll.

### Langfristige Entwicklung: Laststufe

Wie in Absch. 4.1.2 beschrieben, lassen sich die Reibungsverläufe der Einkristall-Versuche in zwei Typen unterscheiden, deren Auftreten vornehmlich mit der Laststufe zusammenzuhängen scheint. So sind die Versuche mit hoher Laststufe sämtlich mit einem zügigen Anstieg des Reibungskoeffizienten und frühem Erreichen eines konstanten Gleichgewichtszustands assoziiert (Typ 1), jene mit niedriger Laststufe hingegen mehrheitlich (Ausnahme:  $(110)[\bar{1}10]$ -N) mit einem ausbleibenden, oder vergleichsweise langsamen Reibungsanstieg (Typ 2). In Absch. 5.2.3 wurde wiederum gezeigt, dass die hohe gegenüber der niedrigen Laststufe bei gleicher Einkristall-Orientierung mit einer schnelleren und stärkeren Ausbildung von feinkörnigen Korngrenzen-Netzwerken (d.h.  $L_{KG}$ ) und nanokristallinen UFK-Schichten an der Oberfläche assoziiert ist. Dies wiederum ist nach Absch. 5.2.1 konklusiv, da für die hohe Laststufe stärkere Versetzungsaktivität (Nukleation, Bewegung, Interaktion) zu erwarten ist.

Auf Basis der in Absch. 5.3.1 diskutierten Zusammenhänge lässt sich somit auch der schnellere Reibungsanstieg der Typ 1-Versuche erklären: Starke  $L_{KG}$ -Zuwächse und / oder UFK-Schichtbildung von  $n_1$  zu  $n_{100}$  bzw.  $n_{100}$  zu  $n_{1000}$  bedeuten in Rigneys Modellvorstellung [173] vermutlich große, mittlere Dehnungszuwächse pro Übergleitung  $\varepsilon$  sowie eine Zunahme von

$w$  und  $t$  - damit also zunehmende plastische Arbeit und Reibungskoeffizienten. Damit kompatibel ist auch eine infolge der Mikrostrukturmodifikation zu erwartende Verfestigung, womit Fließdruck  $p$  und  $P$ -Term steigen sollten (vgl. [170]).

Die für das Frühstadium vorgenommene Abschätzung des vergleichsweise geringen  $P$ -Beitrags zur Gesamtreibung lässt sich für die ersten Übergleitungen übertragen (ähnliches Eindringtiefe-Kugelradius-Verhältnis). Nach vielen Übergleitungen verringert sich zwar die projizierte Kontaktfläche in Normalenrichtung (vgl. [207, 245]), jedoch nimmt auch die mittlere  $pA_a$ -Zunahme pro Übergleitung stark ab. Gleichzeitig steigt aufgrund von Verfestigung auch die elastische Rückfederung mit entsprechender  $P$ -Abnahme (vgl. [205]), sowie einer Zunahme des Beitrags pro Übergleitung verrichteter elastischer Arbeit [173, 175] (vgl. Absch. 5.3.1, Abb. 5.8), welche zwar reversibel ist, jedoch zu  $\bar{\mu}$  und  $E_R$  beiträgt. In Summe erscheint es also wahrscheinlich, dass Pflügen-Reibung auch langfristig wohl einen vergleichsweise geringen Einfluss besitzt.

Bei hinreichend starker Verformung setzen milder Übertrag und Verschleiß ein (vgl. Absch. 5.2.3), mit entsprechender Erhöhung des  $S$ -Terms (und größeren  $\mu$ -Schwankungen innerhalb jeder Übergleitung, vgl. Abb. A.4). In diesem Bild stagniert  $\mu$  (steigt also nicht weiter an), sobald die *Summe* der Reibungsbeiträge einen Gleichgewichtszustand erreicht hat.  $\mu$  hängt dann stark von der bis dahin erzeugten Gleichgewichtszustands-Mikrostruktur ab (Spurbreite, Ausdehnung FK- / UFK-Schichten usw.), also der Vorgeschichte des Kontakts. In diesem Kontext relevant ist außerdem, dass auch bei konstantem Reibungskoeffizient im Gleichgewichtszustand (z.B. ohne weiteren Anstieg von  $n_{100}$  zu  $n_{1000}$  bei  $(111)[0\bar{1}1]$ -H und  $(111)[1\bar{2}1]$ -H, vgl. Abb. 4.3a) FK- bzw. UFK-Schichten weiter in die Tiefe wachsen sowie zyklische Umformung initial einkristalliner Bereiche unterhalb der Oberfläche stattfindet (vgl. Absch. 5.2.3), also Materialmodifikation (vgl. Abb. 5.8). In diesem Zuge nimmt die Länge neugeildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  weiter zu, ebenso wie die Tiefe des hochverformten Bereiches  $t$  im Modell von Rigney und Hirth [173] (wonach  $\mu$  durch Materialmodifikation steigen müsste). Was zunächst widersinnig erscheint, lässt sich verstehen, wenn man berücksichtigt, dass die *insgesamt* umgesetzte Reibungsarbeit  $E_R$  hingegen natürlich weiter zunimmt (vgl. Abb. 5.8). In Modell [173] muss also z.B. die *in der hochverformten Schicht* pro Zyklus eingebrachte, plastische Netto-Dehnung  $\varepsilon$  entsprechend sinken - was bei einem stetig zunehmenden Schichtvolumen  $wt$  und zunehmender elastischer Dehnungsanteile plausibel erscheint. Lassen sich diese Überlegungen auch auf einen möglichen Einkristall-Orientierungseinfluss übertragen?

### Langfristige Entwicklung: Einkristall-Orientierung

Es ist zweckmäßig, eine solche Betrachtung auf materialwissenschaftlich besonders relevante Fälle zu beschränken. Dies sind, erstens, eine Änderung der Gleitrichtung von  $[0\bar{1}1]$  zu  $[\bar{1}2\bar{1}]$  auf dem (111)-Einkristall (Fall 1), sowie von  $[\bar{1}10]$  zu  $[100]$  auf dem (110)-Einkristall (Fall 2). Zweitens interessiert eine Änderung der Normalorientierung von (110) zu (111) bei Beibehaltung einer  $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtung (Fall 3). Tab. 5.3 stellt die wichtigsten Reibungs-, Topographie- und Mikrostrukturparameter (vgl. Absch. 5.3.1 / Abb. 5.8 zu deren Bedeutung) für diese Fälle nach einer, 100 und 1000 Übergleitungen bei hoher Laststufe (H) gegenüber (bei Fall 1 auch für niedrige Laststufe (N)). Dabei sind nicht die Werte selbst angegeben, sondern deren Quotient für die zum jeweiligen Fall gehörenden Versuche, was einen direkten Vergleich ermöglicht.

**Tabelle 5.3:** Quantitativer Vergleich der Entwicklung (eine bis 1000 Übergleitungen) von Reibungs- ( $\bar{\mu}$ : mittl. Reibungskoeffizient,  $E_R$ : gesamte Reibungsenergie), Topographie- ( $pA_t$ : Talfläche,  $ph_{SD}$ : Aufwurfhöhe in Spurmittle in SD, vgl. Tab. 5.2,  $pb$ : Spurbreite) und Mikrostrukturkenngrößen in Abhängigkeit von der Kristallorientierung (Einkristall-Versuche). Siehe auch Abb. 5.8. Mikrostrukturkenngrößen:  $L_{KG}$ : Länge neugebildeter Korngrenzen.  $t_{CS}$ : Tiefe Übergang feinkörniger zu grobkörniger Mikrostruktur (gemittelt aus je 3 Querschnittsbildern mit horizontaler Feldbreite von 20,7  $\mu\text{m}$ ).  $t_{UFK,max}$ : Maximale Tiefe von UFK-Schichten (gemittelt aus je 11 Querschnittsbildern mit horizontaler Feldbreite von 5,18  $\mu\text{m}$ ). Alle Zahlenwerte sind Quotienten der jeweiligen Kenngrößen für die angegebenen Versuche (N: niedrige, H: hohe Laststufe) und dienen als Maß für Anisotropie (1,00 = Isotropie).

Größe	Fall 1 (N)			Fall 1 (H)			Fall 2 (H)			Fall 3 (H)		
	$\frac{(111)[\bar{1}2\bar{1}]-N}{(111)[0\bar{1}1]-N}$	$n_1$	$n_{100}$	$n_{1000}$	$\frac{(111)[\bar{1}2\bar{1}]-H}{(111)[0\bar{1}1]-H}$	$n_1$	$n_{100}$	$n_{1000}$	$\frac{(110)[\bar{1}10]-H}{(110)[001]-H}$	$n_1$	$n_{100}$	$n_{1000}$
$\bar{\mu}$	1,02	1,03	1,83	1,01	1,32	1,41	1,05	0,90	1,15	1,12	1,19	1,38
$E_R$	1,02	1,04	1,40	1,01	1,16	1,37	1,05	0,96	1,03	1,12	1,09	1,32
$pA_t$	0,93	1,00	0,99	0,85	1,00	0,92	1,99	1,93	1,95	1,71	1,66	1,62
$pb$	0,94	1,16	1,19	0,94	1,18	1,24	0,97	1,16	1,26	0,99	1,16	1,24
$ph_{SD}$		1,25	2,29		1,03	2,39		0,58	1,17		0,24	1,52
$L_{KG}$		1,34	2,18		1,48	1,51		0,49	0,85		0,60	0,99
$t_{CS}$		1,22	1,36		3,15	2,01		0,29	0,57		1,16	1,12
$t_{UFK,max}$						1,92			0,94			0,72

Obwohl  $L_{KG}$  näherungsweise als Maß für die akkumulierte plastische Dehnung angesehen werden kann (vgl. Absch. 5.2.1), ist nach Absch. 5.3.1 auch die Tiefenausdehnung der stark plastisch verformten Bereiche für die umgesetzte, plastische Arbeit zentral [173]. Daher sind in Tab. 5.3 zwei zusätzliche Parameter je Einkristall-Orientierung und Übergleitungszahl  $n$  aufgeführt:  $t_{CS}$  markiert die Tiefe des Übergangs sehr kleiner Körner an der Oberfläche zu

größeren, langgestreckten Körnern (ähnl.  $t_{ob}$  in Abb. 4.12, 4.14) und wurde aus je drei Querschnittsbildern geringer Vergrößerung (horizontale Feldbreite = 20,7  $\mu\text{m}$ ) ermittelt.  $t_{UFK,max}$  entspricht der gemittelten, maximalen Tiefenausdehnung der UFK-Schichten (auch wenn diese dazwischen Unterbrechungen aufweisen), ermittelt aus je elf Querschnittsbildern mit hoher Vergrößerung (horizontale Feldbreite = 5,17  $\mu\text{m}$ ). Zwei Beispiele zur Bestimmung der Größen sind in Abb. A.23 im Anhang dargestellt.

Die  $\bar{\mu}$ -Werte aller Fälle in Tab. 5.3 belegen, dass eine potentielle Reibungsanisotropie in den betrachteten Fällen stets nach 1000 Übergleitungen am stärksten ausgeprägt ist, verglichen mit  $n_{100}$  oder  $n_1$ . Dies gilt auch für die umgesetzte Energie  $E_R$  (Ausnahme: Fall 2), welche ein besseres Maß für die gesamte (Reibungs-)Vorgeschichte darstellt, als lokale Reibungskoeffizienten innerhalb ausgewählter Übergleitungen. Diese Umstände scheinen erstaunlich - geht doch die Ursprungsorientierung im oberflächennahen Bereich zunehmend verloren (vgl. Absch. 5.2.3) - lassen sich jedoch für beide Laststufen nachvollziehen, hier gezeigt am Beispiel von Fall 1.

Die für den Pflügen-Term kennzeichnende Talfläche  $pA_t$  ist für  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$  und  $(111)[0\bar{1}1]$  über den gesamten Versuchsverlauf näherungsweise identisch, allerdings entsprechen höhere Aufwürfe in SD (Verhältnis von  $ph_{SD} > 1$ ) einem größeren, effektiv verdrängten Volumen (bzw. Kontaktfläche in SD), kompatibel zu einem größeren  $P$ -Term (vgl. [8, 91, 95] im Frühstadium). Auch (und wie ausgeführt für die Gesamtreibung vermutlich wichtiger) ist die in  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$  zur Mikrostrukturmodifikation umgesetzte plastische Arbeit gegenüber  $(111)[0\bar{1}1]$  stark erhöht - passend zu größerer, mittlerer Reibung  $\bar{\mu}$  und Reibungsenergie  $E_R$ : Die Quotienten sowohl der Länge neugebildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  als auch der Metriken zur Verformungstiefe ( $t_{CS}$  und  $t_{UFK,max}$ ) sind  $\gg 1$ . Möglicherweise begünstigt Orientierung  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$  die gleichzeitige Aktivierung einer größeren Anzahl Gleitsysteme (vgl. Absch. 5.2.2), mit erschwerter Versetzungsbewegung durch verstärkte Interaktionen und entsprechenden Folgen für die Verformung (schnellere UFK-Schichtbildung, ausgeprägtere zyklische Umformung unterhalb der Oberfläche). In Übereinstimmung mit dem vorangegangenen Abschnitt zum Einfluss der Laststufe steigt das Verhältnis der entsprechend Reibungs- ( $\bar{\mu}$ ,  $E_R$ ) und Mikrostruktur-Metriken ( $L_{KG}$ ) in Tab. 5.3 bei niedriger Laststufe (Typ 1-Reibungsverlauf) erst von  $n_{100}$  zu  $n_{1000}$  stark an, während es bei hoher Laststufe schon bei  $n_{100}$  groß ist und zu  $n_{1000}$  nur noch weniger ansteigt.

Eine Betrachtung von Fall 2, also Vergleich von  $(110)[\bar{1}10]$  mit  $(110)[001]$ , bestätigt erneut die vermutlich untergeordnete Wichtigkeit des  $P$ -Terms gegenüber Reibung infolge Mikrostrukturmodifikation (und  $S$  infolge von Übertrag): Die Reibungs- ( $\bar{\mu}$ ) und insbesondere Reibungsenergieunterschiede ( $E_R$ ) bei  $n_{1000}$  sind eher gering (Faktor 1,03 - 1,15), obwohl die Talfläche  $pA_t$  in

$(110)[\bar{1}10]$  fast doppelt so groß ist (also viel mehr Material als in  $(110)[001]$  verdrängt wurde, was auf einen entsprechend größeren  $P$ -Term schließen lässt). Die Metriken zur Abschätzung der Reibung durch Materialmodifikation ( $L_{KG}$ ,  $t_{CS}$  und  $t_{UFK,max}$ ) sind hingegen nicht in gleichem Maße vermindert ( $L_{KG}$  z.B. nur um Faktor  $\frac{1}{0,85} \approx 1,18$ ). Dies lässt auf einen größeren Reibungsanteil durch Materialmodifikation schließen.

Gleichzeitig belegt jedoch Fall 3, dass der  $P$ -Term wohl auch nicht komplett vernachlässigbar ist: Trotz annähernd gleicher  $L_{KG}$  und  $t_{CS}$ -Werte (zur Abschätzung von Materialmodifikation) und verminderter UFK-Schichtbildung im Fall von Orientierung  $(110)[\bar{1}10]$  (also vermutlich kleinerem  $S$ -Term) sind Reibung und umgesetzte Reibenergie bei  $(111)[0\bar{1}1]$  ca. 1,3 – 1,4 Mal größer, was in diesem Fall nur durch einen größeren  $P$ -Term (Verhältnis der Talflächen  $pA_t$  und Aufwurfhöhen  $ph_{SD}$  ca. 1,5 – 1,6) erklärt werden kann. Fall 2 und 3 legen ferner nahe, dass es nicht ausreicht, die maximale Tiefe der UFK-Schichten ( $t_{UFK,max}$ ) als Tiefe des verformten Bereichs im Sinne Rigney's [173] heranzuziehen, sondern  $t_{CS}$  (Tiefe Korngrößen-Übergang) eine passendere Metrik hierfür darstellt. Wie in Absch. 5.3.1 diskutiert, zeigt sich in der Gesamtschau, dass die in Abb. 5.8 dargestellten Reibungsbeiträge nicht eindeutig quantitativ separierbar sind.

### Langfristige Entwicklung: Einordnung und Fazit

Die betrachteten Fälle bestätigen, dass sich die Reibungsentwicklung auch mit Blick auf verschiedene Einkristall-Orientierungen auf unterschiedliche Verformungsentwicklung zurückführen lässt. Beiträge zur Reibung konnten anhand der B&T-Theorie sowie Arbeiten zu Reibung durch Pflügen [204, 205] und plastischer Reibungsarbeit (die anteilig zu Mikrostrukturmodifikation führt) [9, 161, 173] zumindest qualitativ erklärt werden. Für einen Teil der untersuchten Fälle ist im Frühstadium auch ein konkreter Vergleich mit existierender Literatur möglich. Beispielsweise ist Fall 1 kompatibel mit der Aussage von Buckley, dass Reibung beim Gleiten auf dichtestgepackten Ebenen in die dichtestgepackte Richtung am niedrigsten sei (hier:  $(111)[0\bar{1}1]$ ) [190]. Nach Gagel et al. [98] ist Fall 3 plausibel, da  $ND = \{111\}$  weitreichenderen Versetzungstransport, also geringere Reibung (da aufgrund günstig orientierter Gleitebene vermutlich weniger Energie zur Scherung in SD nötig) gegenüber  $\{110\}$  erwarten lässt. Auch die topographischen Zusammenhänge hoher Reibung bei großer Reibspurbreite mit Gleitstufen parallel zu SD (bei  $(110)[\bar{1}10]$ ) und hohen Aufwürfen in SD (bei  $(111)[1\bar{2}1]$ ) sind im Frühstadium belegt [8, 94–96]. Die Vermutung von Kuhlmann-Wilsdorf, dass der Reibungskoeffizient von Einkristallen aufgrund oberflächennaher Schertexturierung langfristig isotrop sei, steht jedoch im Widerspruch zu den vorliegenden Ergebnissen und Schlussfolgerungen [162].

Während die Zusammenhänge zwischen Verformung und Reibung klar scheinen, ist es sehr viel schwieriger, einen unzweifelhaften Ursache-Wirkungs-Zusammenhang zwischen initialer Kristallorientierung und eben dieser Verformungsentwicklung - also eine Reibungsanisotropie - stichhaltig zu belegen. Während ein solcher Beleg für die Reibspurtopographie und damit den *P*-Term in Absch. 5.2.2 erbracht werden konnte, erscheint der Zusammenhang mit Blick auf die - sehr wichtige - Mikrostrukturentwicklung zwar wahrscheinlich, aber spekulativer, da sonstige Einflussfaktoren nicht sicher ausgeschlossen werden können (z.B. stochastische, tribologische Effekte (Übertrag, Verschleiß), Schwankungen initialer Defekt- und Versetzungsdichte sowie Kristallorientierung, Rauheitsentwicklung der Reibpartner usw.). Ein solcher Zusammenhang könnte in zukünftigen Arbeiten entweder empirisch durch statistische Betrachtung sehr vieler Versuche oder eine sehr grundlegende Untersuchung tribologisch induzierter Versetzungsnukleation, -bewegung und -interaktion in Abhängigkeit von der Einkristall-Orientierung weiter erhärtet werden.

Am Ende steht die Erkenntnis, dass sowohl eine rein mikrostrukturell-energetische Betrachtung der Deformation wie bei Rigney [173], als auch eine rein topographische Betrachtung wie bei Lafaye [205] zu kurz greifen. Beide tragen in relevanter Weise zur langfristigen Reibungsentwicklung bei, ebenso wie Scherung infolge von Verschleiß und Übertrag. Sämtliche Reibungsbeiträge sind also im Sinne einer Hysterese in erheblichem Maße von der Vorgeschichte der Verformung unterhalb des Tribokontakts abhängig, welche wiederum mit hoher Wahrscheinlichkeit durch die initiale Einkristall-Orientierung determiniert wird. Im Zuge der oberflächennahen Ausbildung isotroper, nanokristalliner Verformungsschichten kommt es nicht etwa zu einer Nivellierung von Reibungsanisotropie (vgl. [162]), sondern diese nimmt im Gegenteil sogar zu.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurden unidirektionale, tribologische Versuche mittels Saphirkugeln im ungeschmierten Gleitkontakt mit hochreinem Kupfer (Bi- und Einkristalle) in trockener Stickstoffatmosphäre durchgeführt. Dabei wurden Laststufe (Normallast und Kugeldurchmesser), Anzahl Übergleitungen sowie mit Normalen- und Gleitrichtung (ND und SD) zusammenfallende, kristallographische Kupfer-Orientierung systematisch variiert. Durch präzise Reibungsmessung in Kombination mit hochauflösender Elektronenmikroskopie und 3D-Profilometrie wurde die Entwicklung der Zusammenhänge zwischen anisotropen Verformungsmechanismen und Reibung untersucht.

Im Zentrum standen dabei die drei folgenden Fragen: Welche *Verformungsmechanismen* wirken in Abhängigkeit von *Kristallorientierung* und *Laststufe* im *Frühstadium*? Wie ändert sich dies *langfristig* bei vielfacher Übergleitung - und welchen Einfluss besitzt die *initiale Einkristall-Orientierung* dann noch? Schließlich: Besteht eine *Reibungsanisotropie*, und wie hängt diese in den verschiedenen Stadien mit anisotroper Verformung zusammen?

### Verformungsmechanismen im Frühstadium

Im Frühstadium wurde die Kinematik tribologisch induzierter Kristallrotation detailliert quantitativ analysiert, und deren grundlegende Bedeutung für die Mikrostrukturentwicklung gezeigt. Die völlig zerstörungsfreie, großflächige EBSD-Messung der Kristallrotationen innerhalb der Bikristall- und Einkristall-Reibspuren nach einer Übergleitung ließ dabei eine Unterscheidung dreier charakteristischer Typen der Kristallrotation zu: Unabhängig von der Anfangsorientierung besaßen Rotationen um die transversale Richtung (TD) eine herausragende Bedeutung (Typ 1). Besonders weit um TD rotierte Bereiche wiesen eine superponierte Rotation um  $\pm SD$  bzw.  $\pm ND$  auf (Typ 2), deren konkrete Ausprägung von der Kristallorientierung abhing. Für bestimmte Orientierungen traten kombinierte Typ 1-Kristallrotation und nicht-lokalisierte, mechanische Zwillingsbildung auf (Typ 3), was in Anbetracht der mittleren Stapelfehlerenergie von Kupfer überraschend ist. Laststufe, initiale Orientierung und Inversion der Gleitrichtung beeinflussten die konkrete Akkommodation dieser Kristallrotationen, änderten aber nicht deren grundsätzliche Systematik, welche vermutlich eine Folge der kombinierten Normal- und Scherbelastung des kinematisch eingeschränkten Gleitinterfaces ist.

Diese Erkenntnisse wurden mittels TKD-Messungen überprüft und physikalisch plausibilisiert. Rauheitsmessungen legten einen Zusammenhang zwischen lokal erhöhter plastischer Deformation und dem Auftreten von Typ 2-Rotationen nahe. Die Bikristall-Großwinkelkorngrenze beeinflusste Verformung und Kristallrotationen nur innerhalb eines Abstands weniger Mikrometer - vermutlich durch teilweise blockierte Versetzungstransmission - war jedoch kaum zur Detektion (einfacher) Scherung geeignet. Dies zeigt die wichtige Rolle initial planarer Korngrenzen (wie z.B.  $\Sigma 3$ -Zwillingskorngrenzen) zur zukünftigen Untersuchung tribologisch induzierter Scherprozesse an Kupfer auf. Eine geeignete Probe vorausgesetzt, erscheinen Versuche mit niedrigen, zunehmenden Übergleitungszahlen (ca. 1 – 5), Lasten und ggf. invertierter Gleitrichtung an derselben  $\Sigma 3$ -Korngrenze ideal, um die Zusammenhänge zwischen Kristallrotation, Versetzungstransmission und (einfacher) Scherung auch quantitativ besser zu verstehen.

Eine Übertragbarkeit der Erkenntnisse zu tribologisch induzierter Kristallrotationskinematik auf andere Kristallsysteme (z.B. kubisch-raumzentriert) erscheint naheliegend. Der neuartige EBSD-Messansatz zur Charakterisierung mild deformierter Reibspuren ist ein wichtiges Werkzeug für die zukünftige - auch statistische - Untersuchung dieser Hypothese.

### **Langfristige Verformungsentwicklung und Kristallorientierung**

Die Mikrostrukturentwicklung im Zuge vielfacher, unidirektionaler Übergleitung wurde durch die fortschreitende Ausbildung feiner Zell- und Kornstrukturen dominiert, die in oberflächennahen, nanokristallinen Bereichen (Schichten) kulminierten. Deren Entstehung konnte auf Basis versetzungsbasierter Plastizität und Falten- wie Vortexbildung ohne das Auftreten von Korngrenzgleiten erklärt werden. Ferner konnte gezeigt werden, dass Ausprägung und Entstehungsgeschwindigkeit dieser Mikrostrukturänderungen von Laststufe und wohl auch initialer Kristallorientierung beeinflusst wurden: Hohe Laststufe (hohe Normallast bei großem Kugelradius) sowie bestimmte Kristallorientierungen (insbesondere  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ ) schienen frühere und tiefer reichende Materialmodifikation sowie dicke nanokristalline Schichten zu begünstigen, somit also einer Hysterese zu unterliegen. Damit einher gingen Delamination, milder Verschleiß und Materialübertrag auf die Saphirkugel.

Eine Texturanalyse der Kristallorientierungen innerhalb der für die Orientierung  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$  am stärksten ausgeprägten nanokristallinen Schicht(en) zeigte, dass mit fortschreitender plastischer Deformation im oberflächennahen Bereich die Beziehung zur Ursprungsorientierung zunehmend verloren ging, und sich die Orientierungsverteilung einer Gleichverteilung annäherte, also auch elastisch-plastischer Isotropie. Dies gilt auch für den Kristallrotationsprozess, dessen Signatur

zwar bei besonders langsam fortschreitender Materialmodifikation (niedrige Laststufe, Orientierung  $(111)[0\bar{1}1]$ ) selbst nach 1000 Übergleitungen noch eindeutig nachgewiesen werden konnte, nicht aber bei starker Schichtbildung.

Anhand einer Analyse gebildeter Gleitstufen belegt die Arbeit, dass die hinsichtlich SD und ND anisotrope Reibspurtopographie auch nach tausendfacher Übergleitung noch eindeutig auf die initiale Einkristall-Orientierung zurückzuführen ist. Spurbreite, -tiefe und Aufwurfbildung ließen sich mit Blick auf die Ausrichtung der Reibspur bezüglich der mit ND zusammenfallenden Kristallsymmetrieeoperatoren (Kupfer: Raumgruppe  $Fm\bar{3}m$ ) sowie Arbeiten zu Indentation und Gleiten im Frühstadium erklären. Die Idee, auf Basis einfacher Indentationsversuche zentrale Charakteristika der langfristigen - für den Pflügen-Anteil der Reibung wichtige - Reibspurtopographieentwicklung vorhersagen zu können, sollte in zukünftigen Arbeiten für andere, kristalline Materialsysteme systematisch untersucht werden.

### **Reibungsanisotropie in Abhängigkeit von der Verformung**

Schließlich konnte im Frühstadium eine Reibungsanisotropie aufgrund anisotropen Pflügens (ca. 3 – 6 % der Reibung bei Einzelübergleitung) und Mikrostrukturmodifikation nachgewiesen werden, wobei nach wenigen Übergleitungen mutmaßlich orientierungsabhängige unterschiedliche Verfestigungsraten der Bikristall-Körner zu einer Umkehr der Reibungsverhältnisse führten.

Für den Fall vielfacher Übergleitung zeigte die Arbeit, dass Reibungsunterschiede in Abhängigkeit von Laststufe und initialer Einkristall-Orientierung mit anisotroper Mikrostrukturmodifikation (Kornfeinung, Bildung nanokristalliner Schichten, zyklische Umformung darunterliegender Bereiche) und - nachgeordnet - Verdrängung von Kupfer (Pflügen) korrelierten. Bestehende Anisotropie (beispielsweise systematisch größere Reibung in  $(111)[1\bar{2}1]$  als in  $(111)[0\bar{1}1]$ ) wurde im Mittel trotz zunehmender, oberflächennaher Isotropie bei wiederholter Übergleitung stärker, vermutlich unter anderem wegen zunehmenden Reibung durch Scheren ( $S$ -Term) infolge von mildem Materialübertrag. Eine wichtige Schlussfolgerung hieraus ist, dass bei der Analyse von Verformung und Reibung in Abhängigkeit von der Kristallorientierung sowohl Mikrostrukturentwicklung als auch (makroskopische) Reibspurtopographie beachtet werden müssen - die (in vielen Arbeiten anzutreffende) isolierte Betrachtung nur eines dieser Aspekte greift zu kurz.

Mit Blick auf Reibspurtopographie, Mikrostrukturentwicklung und Reibung erscheint es interessant, die vorliegenden Versuche mit reversierender, linearer Versuchskinematik zu wiederholen: Wegen der Kristallsymmetrie der Einkristall-Oberflächen wären für  $(111)$  ( $120^\circ$ ) große, für  $(110)$  ( $180^\circ$ ) jedoch nur geringe Änderungen zu erwarten - lässt sich diese Hypothese erhärten?

## Literaturverzeichnis

- [1] K. Holmberg und A. Erdemir. “The impact of tribology on energy use and CO2 emission globally and in combustion engine and electric cars”. *Tribology International* 135 (2019), S. 389–396.
- [2] J. R. Davis. *Copper and copper alloys*. ASM specialty handbook. Materials Park, Ohio: ASM International, 2001.
- [3] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk und C. Emmelmann. “Additive manufacturing of metals”. *Acta Materialia* 117 (2016), S. 371–392.
- [4] A. Vafadar, F. Guzzomi, A. Rassau und K. Hayward. “Advances in Metal Additive Manufacturing: A Review of Common Processes, Industrial Applications, and Current Challenges”. *Applied Sciences* 11.3, 1213 (2021).
- [5] F. P. Bowden und D. Tabor. “Mechanism of metallic friction”. *Nature* 150.3798 (1942), S. 197–199.
- [6] F. P. Bowden, A. J. W. Moore und D. Tabor. “The Ploughing and Adhesion of Sliding Metals”. *Journal of Applied Physics* 14.2 (1943), S. 80–91.
- [7] J. M. Bailey und A. T. Gwathmey. “Friction and Surface Deformation During Sliding on a Single Crystal of Copper”. *ASLE transactions* 5.1 (1962), S. 45–56.
- [8] D. G. Flom und R. Komanduri. “Some indentation and sliding experiments on single crystal and polycrystalline materials”. *Wear* 252 (2002), S. 401–429.
- [9] Y. Tsuya. “The anisotropy of the coefficient of friction and plastic deformation in copper single crystals”. *Wear* 14.5 (1969), S. 309–322.
- [10] W. Cai, P. Bellon und A. J. Beaudoin. “Probing the subsurface lattice rotation dynamics in bronze after sliding wear”. *Scripta Materialia* 172 (2019), S. 6–11.
- [11] S. V. Prasad, J. R. Michael, C. C. Battaile, B. S. Majumdar und P. G. Kotula. “Tribology of single crystal nickel: Interplay of crystallography, microstructural evolution, and friction”. *Wear* 458-459, 203320 (2020).
- [12] S. Y. Tarasov, A. V. Chumaevskii, D. V. Lychagin, A. Y. Nikonov und A. I. Dmitriev. “Subsurface structural evolution and wear lip formation on copper single crystals under unlubricated sliding conditions”. *Wear* 410-411 (2018), S. 210–221.
- [13] H. Czichos und K.-H. Habig, Hrsg. *Tribologie-Handbuch. Tribometrie, Tribomaterialien, Tribotechnik*. 4. Auflage. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2015.
- [14] K. H. Zum Gahr. “Tribologie: Reibung - Verschleiss - Schmierung”. *Naturwissenschaften* 72.5 (1985), S. 260–267.
- [15] Gesellschaft für Tribologie. *GfT Arbeitsblatt 7: Tribologie. Verschleiß, Reibung - Definitionen, Begriffe, Prüfung*. Jülich: Gesellschaft für Tribologie, 2002.
- [16] K. Holmberg und A. Erdemir. “Influence of tribology on global energy consumption, costs and emissions”. *Friction* 5.3 (2017), S. 263–284.
- [17] P. Stoyanov und R. R. Chromik. “Scaling Effects on Materials Tribology: From Macro to Micro Scale”. *Materials* 10.5, 550 (2017).
- [18] W. G. Sawyer, N. Argibay, D. L. Burriss und B. A. Krick. “Mechanistic Studies in Friction and Wear of Bulk Materials”. *Annual Review of Materials Research* 44.1 (2014), S. 395–427.

- [19] A. I. Vakis, V. A. Yastrebov, J. Scheibert, L. Nicola, D. Dini, C. Minfray, A. Almqvist, M. Paggi, S. Lee, G. Limbert, J. F. Molinari, G. Anciaux, R. Aghababaei, S. Echeverri Restrepo, A. Papangelo, A. Cammarata, P. Nicolini, C. Putignano, G. Carbone, S. Stupkiewicz, J. Lengiewicz, G. Costagliola, F. Bosia, R. Guarino, N. M. Pugno, M. H. Müser und M. Ciavarella. “Modeling and simulation in tribology across scales: An overview”. *Tribology International* 125 (2018), S. 169–199.
- [20] V. Popov. *Kontaktmechanik und Reibung. Von der Nanotribologie bis zur Erdbebendynamik*. 3. Auflage. Berlin Heidelberg: Springer Vieww, 2015.
- [21] E. Popova und V. L. Popov. “The research works of Coulomb and Amontons and generalized laws of friction”. *Friction* 3.2 (2015), S. 183–190.
- [22] P. J. Blau. “The significance and use of the friction coefficient”. *Tribology International* 34.9 (2001), S. 585–591.
- [23] K. Kato. “Wear in relation to friction — a review”. *Wear* 241.2 (2000), S. 151–157.
- [24] J. F. Archard. “Contact and Rubbing of Flat Surfaces”. *Journal of Applied Physics* 24.8 (1953), S. 981–988.
- [25] P. N. Suh. “The delamination theory of wear”. *Wear* 25.1 (1973), S. 111–124.
- [26] E. Popova, V. L. Popov und D.-E. Kim. “60 years of Rabinowicz’ criterion for adhesive wear”. *Friction* 6.3 (2018), S. 341–348.
- [27] E. Rabinowicz. “The effect of size on the looseness of wear fragments”. *Wear* 2.1 (1958), S. 4–8.
- [28] P. Heilmann, J. Don, T. C. Sun, D. A. Rigney und W. A. Glaeser. “Sliding wear and transfer”. *Wear* 91.2 (1983), S. 171–190.
- [29] D. A. Rigney, L. H. Chen, M. Naylor und A. R. Rosenfield. “Wear processes in sliding systems”. *Wear* 100.1-3 (1984), S. 195–219.
- [30] D. A. Rigney. “Sliding wear of metals”. *Annual Review of Materials Science* 18.1 (1988), S. 141–163.
- [31] P. J. Blau. “Fifty years of research on the wear of metals”. *Tribology International* 30.5 (1997), S. 321–331.
- [32] H. Hertz. “Ueber die Berührung fester elastischer Körper”. 1882. *Journal für die reine und angewandte Mathematik* 92 (1882), S. 156–171.
- [33] J. A. Greenwood und J. P. Williamson. “Contact of nominally flat surfaces”. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 295.1442 (1966), S. 300–319.
- [34] K. L. Johnson und Kendall, K., Roberts, A.D. “Surface energy and the contact of elastic solids”. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 324.1558 (1971), S. 301–313.
- [35] L. Pastewka und M. O. Robbins. “Contact between rough surfaces and a criterion for macroscopic adhesion”. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 111.9 (2014), S. 3298–3303.
- [36] L. Pastewka und M. O. Robbins. “Contact area of rough spheres: Large scale simulations and simple scaling laws”. en. *Applied Physics Letters* 108.22, 221601 (2016).
- [37] G. M. Hamilton. “Explicit Equations for the Stresses beneath a Sliding Spherical Contact”. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science* 197.1 (1983), S. 53–59.
- [38] G. M. Hamilton und L. E. Goodman. “The Stress Field Created by a Circular Sliding Contact”. *Journal of Applied Mechanics* 33.2 (1966), S. 371–376.

- [39] H. Warlimont und W. Martienssen, Hrsg. *Springer Handbook of Materials Data*. 2. Auflage. Cham: Springer International Publishing, 2018.
- [40] Wieland-Werke AG. *Wieland-Kupferwerkstoffe. Herstellung, Eigenschaften und Verarbeitung*. 6. Auflage. Ulm: Süddeutsche Verlagsgesellschaft Ulm, 1999.
- [41] I. J. Beyerlein, X. Zhang und A. Misra. “Growth twins and deformation twins in metals”. *Annual Review of Materials Research* 44 (2014), S. 329–363.
- [42] G. Gottstein. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. Physikalische Grundlagen*. 4. Auflage. Berlin: Springer Vieweg, 2014.
- [43] H. C. H. Carpenter und S. Tamura. “Experiments on the production of large copper crystals”. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 113.763 (1926), S. 28–43.
- [44] R. L. Fullman und J. C. Fisher. “Formation of annealing twins during grain growth”. *Journal of Applied Physics* 22.11 (1951), S. 1350–1355.
- [45] R. Krakow, R. J. Bennett, D. N. Johnstone, Z. Vukmanovic, W. Solano-Alvarez, S. J. Lainé, J. F. Einsle, P. A. Midgley, C. M. F. Rae und R. Hielscher. “On three-dimensional misorientation spaces”. *Proceedings. Mathematical, physical, and engineering sciences* 473, 20170274 (2017).
- [46] J. W. Christian und S. Mahajan. “Deformation twinning”. *Progress in Materials Science* 39.1-2 (1995), S. 1–157.
- [47] I. Platzman, R. Brenner, H. Haick und R. Tannenbaum. “Oxidation of polycrystalline copper thin films at ambient conditions”. *The Journal of Physical Chemistry C* 112.4 (2008), S. 1101–1108.
- [48] S. Suzuki, Y. Ishikawa, M. Isshiki und Y. Waseda. “Native Oxide Layers Formed on the Surface of Ultra High-Purity Iron and Copper Investigated by Angle Resolved XPS”. *Materials Transactions, JIM* 38.11 (1997), S. 1004–1009.
- [49] Z. Liu, C. Patzig, S. Selle, T. Höche, P. Gumbsch und C. Greiner. “Stages in the tribologically-induced oxidation of high-purity copper”. *Scripta Materialia* 153 (2018), S. 114–117.
- [50] J. S. Lehmann, R. Schwaiger, M. Rinke und C. Greiner. “How Tribo–Oxidation Alters the Tribological Properties of Copper and Its Oxides”. *Advanced Materials Interfaces* 8, 2001673 (2020).
- [51] J. S. Rau, S. Balachandran, R. Schneider, P. Gumbsch, B. Gault und C. Greiner. “High diffusivity pathways govern massively enhanced oxidation during tribological sliding”. *Acta Materialia* 221, 117353 (2021).
- [52] J. F. Nye. *Physical Properties of Crystals. Their Representation by Tensors and Matrices*. Oxford: Clarendon Press, 1985.
- [53] J. Rösler, H. Harders und M. Bäker. *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. 4. Auflage. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2012.
- [54] C. Zener. “Contributions to the Theory of Beta-Phase Alloys”. *Physical Review* 71.12 (1947), S. 846–851.
- [55] U. F. Kocks, H.-R. Wenk, A. J. Beaudoin, H. Mecking und C. N. Tomé, Hrsg. *Texture and Anisotropy*. Cambridge: Cambridge University Press, 1998.
- [56] J. Nordmann, M. Aßmus und H. Altenbach. “Visualising elastic anisotropy: theoretical background and computational implementation”. *Continuum Mechanics and Thermodynamics* 30.4 (2018), S. 689–708.
- [57] T. Davis. *Arrow3*. Version 5.18.1. MATLAB Central File Exchange, 2022.
- [58] J. P. Hirth und J. Lothe. *Theory of dislocations*. 2. Auflage. Malabar, Florida: Krieger Publishing Company, 1982.

- [59] J. A. Venables. "Deformation twinning in face-centred cubic metals". *Philosophical Magazine* 6.63 (1961), S. 379–396.
- [60] S. Mahajan und G. Y. Chin. "Formation of deformation twins in f.c.c. crystals". *Acta Metallurgica* 21.10 (1973), S. 1353–1363.
- [61] S. Mahajan. "Critique of mechanisms of formation of deformation, annealing and growth twins: Face-centered cubic metals and alloys". *Scripta Materialia* 68.2 (2013), S. 95–99.
- [62] I. M. Hutchings. "The contributions of David Tabor to the science of indentation hardness". *Journal of Materials Research* 24.3 (2009), S. 581–589.
- [63] D. Tabor. "Indentation hardness: Fifty years on a personal view". *Philosophical Magazine A* 74.5 (1996), S. 1207–1212.
- [64] W. C. Oliver und G. M. Pharr. "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments". *Journal of Materials Research* 7.6 (1992), S. 1564–1583.
- [65] G. M. Pharr und W. C. Oliver. "Measurement of Thin Film Mechanical Properties Using Nanoindentation". *MRS Bulletin* 17.7 (1992), S. 28–33.
- [66] A. C. Fischer-Cripps. "Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data". *Surface and Coatings Technology* 200.14-15 (2006), S. 4153–4165.
- [67] A. Gouldstone, N. Chollacoop, M. Dao, J. Li, Minor A. und Y. Shen. "Indentation across size scales and disciplines: Recent developments in experimentation and modeling". *Acta Materialia* 55.12 (2007), S. 4015–4039.
- [68] N. A. Stilwell und D. Tabor. "Elastic Recovery of Conical Indentations". *Proceedings of the Physical Society (1958-1967)* 78.2 (1961), S. 169–179.
- [69] D. Tabor. "A simple theory of static and dynamic hardness". *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 192.1029 (1948), S. 247–274.
- [70] D. Tabor. *The Hardness of Metals*. Oxford: Clarendon Press, 1951.
- [71] D. Tabor. "The hardness of solids". *Reviews of Physics in Technology* 1.3 (1970), S. 145–179.
- [72] Y. J. Park und G. M. Pharr. "Nanoindentation with spherical indenters: finite element studies of deformation in the elastic–plastic transition regime". *Thin Solid Films* 447-448 (2004), S. 246–250.
- [73] E. Voce. "The Relationship between Stress and Strain for Homogeneous Deformation". *Journal of the Institute of Metals* 74 (1948), S. 537–562.
- [74] H. J. Kleemola und M. A. Nieminen. "On the strain-hardening parameters of metals". *Metallurgical Transactions* 5.8 (1974), S. 1863–1866.
- [75] D. Kuhlmann-Wilsdorf. "What role for contact spots and dislocations in friction and wear?" *Wear* 200.1-2 (1996), S. 8–29.
- [76] W. Vorbrugg, H. C. Goetting und C. Schwink. "Work-Hardening and Surface Investigations on Copper Single Crystals Oriented for Multiple Glide". *physica status solidi (b)* 46.1 (1971), S. 257–264.
- [77] T. Takeuchi. "Work Hardening of Copper Single Crystals with Multiple Glide Orientations". *Transactions of the Japan Institute of Metals* 16.10 (1975), S. 629–640.
- [78] A. W. Thompson und B. C. Wonsiewicz. "The role of texture in work hardening of copper". *Metallurgical and Materials Transactions A* 12.3 (1981), S. 531–534.
- [79] J. J. Vlassak und W. D. Nix. "Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments". *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 42.8 (1994), S. 1223–1245.

- [80] T. Tsuru und Y. Shibutani. “Anisotropic effects in elastic and incipient plastic deformation under (001), (110), and (111) nanoindentation of Al and Cu”. *Physical Review B* 75.3, 035415 (2007).
- [81] K. R. Narayanan, S. Subbiah und I. Sridhar. “Indentation response of single-crystal copper using rate-independent crystal plasticity”. *Applied Physics A* 105.2 (2011), S. 453–461.
- [82] Y. Wang, D. Raabe, C. Klüber und F. Roters. “Orientation dependence of nanoindentation pile-up patterns and of nanoindentation microtextures in copper single crystals”. *Acta Materialia* 52.8 (2004), S. 2229–2238.
- [83] W. Xia, G. Dehm und S. Brinckmann. “Insight into indentation-induced plastic flow in austenitic stainless steel”. *Journal of Materials Science* 55.21 (2020), S. 9095–9108.
- [84] Y. Liu, S. Varghese, J. Ma, M. Yoshino, H. Lu und R. Komanduri. “Orientation effects in nanoindentation of single crystal copper”. *International Journal of Plasticity* 24.11 (2008), S. 1990–2015.
- [85] Y. Liu, B. Wang, M. Yoshino, S. Roy, H. Lu und R. Komanduri. “Combined numerical simulation and nanoindentation for determining mechanical properties of single crystal copper at mesoscale”. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 53.12 (2005), S. 2718–2741.
- [86] J. Gagel, D. Weygand und P. Gumbsch. “Formation of extended prismatic dislocation structures under indentation”. *Acta Materialia* 111 (2016), S. 399–406.
- [87] N. Zaafarani, D. Raabe, R. N. Singh, F. Roters und S. Zaeferrer. “Three-dimensional investigation of the texture and microstructure below a nanoindent in a Cu single crystal using 3D EBSD and crystal plasticity finite element simulations”. *Acta Materialia* 54.7 (2006), S. 1863–1876.
- [88] A. Kareer, E. Tarleton, C. Hardie, S. V. Hainsworth und A. J. Wilkinson. “Scratching the surface: Elastic rotations beneath nanoscratch and nanoindentation tests”. *Acta Materialia* 200 (2020), S. 116–126.
- [89] H. Tsybenko, F. Farzam, G. Dehm und S. Brinckmann. “Scratch hardness at a small scale: Experimental methods and correlation to nanoindentation hardness”. *Tribology International* 163, 107168 (2021).
- [90] R. Komanduri, N. Chandrasekaran und L. M. Raff. “MD simulation of indentation and scratching of single crystal aluminum”. *Wear* 240.1-2 (2000), S. 113–143.
- [91] M. Barquins, M. Kennel und R. Courtel. “Comportement de monocristaux de cuivre sous l’action de contact d’un frotteur hémisphérique”. *Wear* 11.2 (1968), S. 87–110.
- [92] Y. Geng, J. Zhang, Y. Yan, B. Yu, L. Geng und T. Sun. “Experimental and Theoretical Investigation of Crystallographic Orientation Dependence of Nanoscratching of Single Crystalline Copper”. *PLOS ONE* 10.7, e0131886 (2015).
- [93] S. Brinckmann und G. Dehm. “Nanotribology in austenite: Plastic plowing and crack formation”. *Wear* 338-339 (2015), S. 436–440.
- [94] W. Xia, G. Dehm und S. Brinckmann. “Investigation of single asperity wear at the microscale in an austenitic steel”. *Wear* 452-453, 203289 (2020).
- [95] S. Kobayashi, T. Harada und S. Miura. “Deformation mechanism in  $\alpha$ -Cu-Al single crystals with a spherical indenter - Part II Scratch with steel ball”. *Journal of Materials Science* 29.1 (1994), S. 26–32.
- [96] M. Barquins und R. Courtel. “Plastic Deformation by Friction of Some Hexagonal Single Crystals: Be, Co, Zn, Cd”. *ASLE transactions* 14.2 (1971), S. 81–89.
- [97] J. Zhu, Q. Zhou, Y. Huang, B. Zhou und J. Wang. “Surface deformation of single crystalline copper on different nano-scratching paths”. *Journal of Materials Science* 56.17 (2021), S. 10640–10652.

- [98] J. Gagel, D. Weygand und P. Gumbsch. “Discrete Dislocation Dynamics simulations of dislocation transport during sliding”. *Acta Materialia* 156 (2018), S. 215–227.
- [99] J. K. Lancaster. “A review of the influence of environmental humidity and water on friction, lubrication and wear”. *Tribology International* 23.6 (1990), S. 371–389.
- [100] Z. Chen, X. He, C. Xiao und S. Kim. “Effect of Humidity on Friction and Wear—A Critical Review”. *Lubricants* 6.3, 74 (2018).
- [101] P. Berlet, M. Dienwiebel und M. Scherge. “The effect of sample finishing on the tribology of metal/metal lubricated contacts”. *Wear* 268.11-12 (2010), S. 1518–1523.
- [102] D. Kümmel, M. Hamann-Schroer, H. Hetzner und J. Schneider. “Tribological behavior of nanosecond-laser surface textured Ti6Al4V”. *Wear* 422-423 (2019), S. 261–268.
- [103] T. W. Scharf und S. V. Prasad. “Solid lubricants: a review”. *Journal of Materials Science* 48.2 (2013), S. 511–531.
- [104] M. Scherge. “The Running-in of Lubricated Metal-Metal Contacts—A Review on Ultra-Low Wear Systems”. *Lubricants* 6.2, 54 (2018).
- [105] D. A. Rigney. “Large strains associated with sliding contact of metals”. *Materials Research Innovations* 1.4 (1998), S. 231–234.
- [106] W. Rainforth. “Microstructural evolution at the worn surface: a comparison of metals and ceramics”. *Wear* 245.1-2 (2000), S. 162–177.
- [107] S. Karthikeyan, A. Agrawal und D. A. Rigney. “Molecular dynamics simulations of sliding in an Fe–Cu tribopair system”. *Wear* 267.5-8 (2009), S. 1166–1176.
- [108] D. A. Rigney. “Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials”. *Wear* 245.1-2 (2000), S. 1–9.
- [109] J. L. Young, D. Kuhlmann-Wilsdorf und R. Hull. “The generation of mechanically mixed layers (MMLs) during sliding contact and the effects of lubricant thereon”. *Wear* 246.1-2 (2000), S. 74–90.
- [110] D. A. Rigney und S. Karthikeyan. “The Evolution of Tribomaterial During Sliding. A Brief Introduction”. *Tribology Letters* 39.1 (2010), S. 3–7.
- [111] T. E. Fischer. “Tribochemistry”. *Annual Review of Materials Science* 18.1 (1988), S. 303–323.
- [112] K. Nakayama und J.-M. Martin. “Tribochemical reactions at and in the vicinity of a sliding contact”. *Wear* 261.3-4 (2006), S. 235–240.
- [113] H. M. Cao, X. Zhou, X. Y. Li und K. Lu. “Friction mechanism in the running-in stage of copper: From plastic deformation to delamination and oxidation”. *Tribology International* 115 (2017), S. 3–7.
- [114] J. H. Dautzenberg. “The role of dynamic recrystallization in dry sliding wear”. *Wear* 60.2 (1980), S. 401–411.
- [115] U. Andrade, M. A. Meyers, K. S. Vecchio und A. H. Chokshi. “Dynamic recrystallization in high-strain, high-strain-rate plastic deformation of copper”. *Acta Metallurgica et Materialia* 42.9 (1994), S. 3183–3195.
- [116] K. Huang und R. E. Logé. “A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials”. *Materials & Design* 111 (2016), S. 548–574.
- [117] M. Godet. “The third-body approach: A mechanical view of wear”. *Wear* 100.1-3 (1984), S. 437–452.
- [118] C. Greiner, Z. Liu, L. Strassberger und P. Gumbsch. “Sequence of Stages in the Microstructure Evolution in Copper under Mild Reciprocating Tribological Loading”. *ACS applied Materials & Interfaces* 8.24 (2016), S. 15809–15819.

- [119] D. A. Hughes, D. B. Dawson, J. S. Korells und L. I. Weingarten. “Near surface microstructures developing under large sliding loads”. *Journal of Materials Engineering and Performance* 3.4 (1994), S. 459–475.
- [120] A. Emge, S. Karthikeyan und D. A. Rigney. “The effects of sliding velocity and sliding time on nanocrystalline tribolayer development and properties in copper”. *Wear* 267.1-4 (2009), S. 562–567.
- [121] D. A. Rigney und J. E. Hammerberg. “Unlubricated Sliding Behavior of Metals”. *MRS Bulletin* 23.06 (1998), S. 32–36.
- [122] S. Prasad, J. Michael und T. Christenson. “EBSD studies on wear-induced subsurface regions in LIGA nickel”. *Scripta Materialia* 48.3 (2003), S. 255–260.
- [123] S. Cheng und M. Chandross. “Atomic Origins of Friction Reduction in Metal Alloys”. *Tribology Letters* 69.2 (2021), S. 1–9.
- [124] P. A. Romero, T. T. Järvi, N. Beckmann, M. Mrovec und M. Moseler. “Coarse Graining and Localized Plasticity between Sliding Nanocrystalline Metals”. *Physical Review Letters* 113, 036101 (2014).
- [125] Y. S. Zhang, H. Z. Niu, L. C. Zhang, X. F. Bai, X. M. Zhang und P. X. Zhang. “Grain coarsening behavior in a nanocrystalline copper subjected to sliding friction”. *Materials Letters* 123 (2014), S. 261–264.
- [126] Z. C. Cordero, B. E. Knight und C. A. Schuh. “Six decades of the Hall–Petch effect – a survey of grain-size strengthening studies on pure metals”. *International Materials Reviews* 61.8 (2016), S. 495–512.
- [127] M. Chandross, J. F. Curry, T. F. Babuska, P. Lu, T. A. Furnish, A. B. Kustas, B. L. Nation, W. L. Staats und N. Argibay. “Shear-induced softening of nanocrystalline metal interfaces at cryogenic temperatures”. *Scripta Materialia* 143 (2018), S. 54–58.
- [128] S. V. Prasad, C. C. Battaile und P. G. Kotula. “Friction transitions in nanocrystalline nickel”. *Scripta Materialia* 64.8 (2011), S. 729–732.
- [129] V. Yamakov, D. Wolf, S. R. Phillpot, A. K. Mukherjee und H. Gleiter. “Deformation-mechanism map for nanocrystalline metals by molecular-dynamics simulation”. *Nature materials* 3.1 (2004), S. 43–47.
- [130] R. J. Asaro, P. Krysl und B. Kad. “Deformation mechanism transitions in nanoscale fcc metals”. *Philosophical Magazine Letters* 83.12 (2003), S. 733–743.
- [131] A. Gupta, J. Gruber, S. S. Rajaram, G. B. Thompson, D. L. McDowell und G. J. Tucker. “On the mechanistic origins of maximum strength in nanocrystalline metals”. *npj Computational Materials* 6, 153 (2020).
- [132] M. Chandross und N. Argibay. “Ultimate Strength of Metals”. *Physical review letters* 124.12, 125501 (2020).
- [133] H. van Swygenhoven und P. M. Derlet. “Grain-boundary sliding in nanocrystalline fcc metals”. *Physical Review B* 64.22, 1225 (2001).
- [134] M. A. Meyers, A. Mishra und D. J. Benson. “Mechanical properties of nanocrystalline materials”. *Progress in Materials Science* 51.4 (2006), S. 427–556.
- [135] D. A. Hughes und N. Hansen. “Graded nanostructures produced by sliding and exhibiting universal behavior”. *Physical review letters* 87.13, 135503 (2001).
- [136] R. Mishra, B. Basu und R. Balasubramaniam. “Effect of grain size on the tribological behavior of nanocrystalline nickel”. *Materials Science and Engineering: A* 373.1-2 (2004), S. 370–373.
- [137] A. Kobler, C. Brandl, H. Hahn und C. Kübel. “In situ observation of deformation processes in nanocrystalline face-centered cubic metals”. *Beilstein journal of nanotechnology* 7.1 (2016), S. 572–580.

- [138] N. Argibay, M. Chandross, S. Cheng und J. R. Michael. “Linking microstructural evolution and macro-scale friction behavior in metals”. *Journal of Materials Science* 52.5 (2017), S. 2780–2799.
- [139] D. A. Rigney, M. Naylor, R. Divakar und L. K. Ives. “Low energy dislocation structures caused by sliding and by particle impact”. *Materials Science and Engineering* 81 (1986), S. 409–425.
- [140] D. Kuhlmann-Wilsdorf und N. Hansen. “Geometrically necessary, incidental and sub-grain boundaries”. *Scripta Metallurgica et Materialia* 25.7 (1991), S. 1557–1562.
- [141] D. A. Hughes, N. Hansen und D. J. Bammann. “Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations”. *Scripta Materialia* 48.2 (2003), S. 147–153.
- [142] D. A. Hughes und N. Hansen. “Deformation structures developing on fine scales”. *Philosophical Magazine* 83.31-34 (2003), S. 3871–3893.
- [143] N. Hansen und D. Kuhlmann-Wilsdorf. “Low energy dislocation structures due to unidirectional deformation at low temperatures”. *Materials Science and Engineering* 81 (1986), S. 141–161.
- [144] D. Kuhlmann-Wilsdorf. “LEDS: Properties and effects of low energy dislocation structures”. *Materials Science and Engineering* 86 (1987), S. 53–66.
- [145] D. A. Rigney und W. A. Glaeser. “The significance of near surface microstructure in the wear process”. *Wear* 46.1 (1978), S. 241–250.
- [146] C. Greiner, Z. Liu, R. Schneider, L. Pastewka und P. Gumbsch. “The origin of surface microstructure evolution in sliding friction”. *Scripta Materialia* 153 (2018), S. 63–67.
- [147] F. Ruebeling, Y. Xu, G. Richter, D. Dini, P. Gumbsch und C. Greiner. “Normal Load and Counter Body Size Influence the Initiation of Microstructural Discontinuities in Copper during Sliding”. *ACS applied Materials & Interfaces* 13.3 (2021), S. 4750–4760.
- [148] D. Linsler, F. Ruebeling und C. Greiner. “Subsurface Microstructural Evolution during Scratch Testing on Bcc Iron”. *Metals* 11.8, 1258 (2021).
- [149] C. Haug, F. Ruebeling, A. Kashiwar, P. Gumbsch, C. Kübel und C. Greiner. “Early deformation mechanisms in the shear affected region underneath a copper sliding contact”. *Nature Communications* 11, 839 (2020).
- [150] J. Kacher, B. P. Eftink, B. Cui und Im Robertson. “Dislocation interactions with grain boundaries”. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 18.4 (2014), S. 227–243.
- [151] E. Bayerschen, A. T. McBride, B. D. Reddy und T. Böhlke. “Review on slip transmission criteria in experiments and crystal plasticity models”. *Journal of Materials Science* 51.5 (2016), S. 2243–2258.
- [152] C. Haug, D. Molodov, P. Gumbsch und C. Greiner. “Tribologically induced crystal rotation kinematics revealed by electron backscatter diffraction”. *Acta Materialia* 225, 117566 (2022).
- [153] P. Heilmann, W. Clark und D. A. Rigney. “Orientation determination of subsurface cells generated by sliding”. *Acta Metallurgica* 31.8 (1983), S. 1293–1305.
- [154] Y. Kaneko und T. Sugimoto. “EBSD Analysis of Microstructure Evolution of Pure Iron Subjected to Sliding Wear and Related Change in Vickers Microhardness”. *Materials Transactions* 55.1 (2014), S. 85–92.
- [155] D. R. Wheeler und D. H. Buckley. “Texturing in metals as a result of sliding”. *Wear* 33.1 (1975), S. 65–74.

- [156] A. Dollmann, A. Kauffmann, M. Heilmaier, C. Haug und C. Greiner. “Microstructural changes in CoCrFeMnNi under mild tribological load”. *Journal of Materials Science* 55.26 (2020), S. 12353–12372.
- [157] S. J. Eder, M. Rodríguez Ripoll, U. Cihak-Bayr, D. Dini und C. Gachot. “Unraveling and Mapping the Mechanisms for Near-Surface Microstructure Evolution in CuNi Alloys under Sliding”. *ACS applied Materials & Interfaces* 12.28 (2020), S. 32197–32208.
- [158] S. V. Prasad, Michael, C. C. Battaile und B. S. Majumdar. “On the Evolution of Friction-Induced Microstructures in Single Crystal Nickel”. *Microscopy and Microanalysis* 14.S2 (2008), S. 906–907.
- [159] S. Y. Tarasov, D. V. Lychagin und A. V. Chumaevskii. “Orientation dependence of subsurface deformation in dry sliding wear of Cu single crystals”. *Applied Surface Science* 274 (2013), S. 22–26.
- [160] W. Cai, J. Mabon und P. Bellon. “Crystallographic textures and texture transitions induced by sliding wear in bronze and nickel”. *Wear* 267.1-4 (2009), S. 485–494.
- [161] N. Ohmae, T. Tsukizoe und F. Akiyama. “On the microscopic processes involved in metallic friction”. *Philosophical Magazine A* 40.6 (1979), S. 803–810.
- [162] D. Kuhlmann-Wilsdorf. *Dislocation Concepts in Friction and Wear*. Technical Report, Department of Materials Science, University of Virginia, Charlottesville, 1980.
- [163] B. Yao, Z. Han, Y. S. Li, N. R. Tao und K. Lu. “Dry sliding tribological properties of nanostructured copper subjected to dynamic plastic deformation”. *Wear* 271.9-10 (2011), S. 1609–1616.
- [164] Z.-P. Luo, G.-P. Zhang und R. Schwaiger. “Microstructural vortex formation during cyclic sliding of Cu/Au multilayers”. *Scripta Materialia* 107 (2015), S. 67–70.
- [165] N. Beckmann, P. A. Romero, D. Linsler, M. Dienwiebel, U. Stolz, M. Moseler und P. Gumbsch. “Origins of folding instabilities on polycrystalline metal surfaces”. *Physical Review Applied* 2.6, 064004 (2014).
- [166] N. K. Sundaram, A. Mahato, Y. Guo, K. Viswanathan und S. Chandrasekar. “Folding in metal polycrystals: Microstructural origins and mechanics”. *Acta Materialia* 140 (2017), S. 67–78.
- [167] A. Gola, R. Schwaiger, P. Gumbsch und L. Pastewka. “Pattern formation during deformation of metallic nanolaminates”. *Physical Review Materials* 4.1, 013603 (2020).
- [168] L. Prandtl. “Ein Gedankenmodell zur kinetischen Theorie der festen Körper”. *ZAMM - Journal of Applied Mathematics and Mechanics / Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik* 8.2 (1928), S. 85–106.
- [169] V. L. Popov und J. Gray. “Prandtl-Tomlinson model: History and applications in friction, plasticity, and nanotechnologies”. *ZAMM - Journal of Applied Mathematics and Mechanics / Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik* 92.9 (2012), S. 683–708.
- [170] F. P. Bowden und D. Tabor. *The Friction and Lubrication of Solids*. Oxford classic texts in the physical sciences. Oxford: Oxford University Press, 2001.
- [171] F. P. Bowden und D. Tabor. “Friction, lubrication and wear: a survey of work during the last decade”. *British Journal of Applied Physics* 17.12 (1966), S. 1521–1544.
- [172] D. Tabor. “Friction—The Present State of Our Understanding”. *Journal of Lubrication Technology* 103.2 (1981), S. 169–179.
- [173] D. A. Rigney und J. P. Hirth. “Plastic deformation and sliding friction of metals”. *Wear* 53.2 (1979), S. 345–370.
- [174] D. A. Rigney. “The roles of hardness in the sliding behavior of materials”. *Wear* 175.1-2 (1994), S. 63–69.

- [175] C. Gao und M. Liu. “Effects of Normal Load on the Coefficient of Friction by Microscratch Test of Copper with a Spherical Indenter”. *Tribology Letters* 67, 8 (2019).
- [176] A. Emge, S. Karthikeyan, H. J. Kim und D. A. Rigney. “The effect of sliding velocity on the tribological behavior of copper”. *Wear* 263.1-6 (2007), S. 614–618.
- [177] X. Chen, R. Schneider, P. Gumbsch und C. Greiner. “Microstructure evolution and deformation mechanisms during high rate and cryogenic sliding of copper”. *Acta Materialia* 161 (2018), S. 138–149.
- [178] P. L. Menezes, Kishore, S. V. Kailas und M. R. Lovell. “Role of Surface Texture, Roughness, and Hardness on Friction During Unidirectional Sliding”. *Tribology Letters* 41.1 (2011), S. 1–15.
- [179] X. Chen, Y. Ma, Y. Yang, A. Meng, Z. X. Han, Z. Han und Y. H. Zhao. “Revealing tribo-oxidation mechanisms of the copper–WC system under high tribological loading”. *Scripta Materialia* 204, 114142 (2021).
- [180] Z. N. Farhat. “Contribution of crystallographic texturing to the sliding friction behaviour of fcc and hcp metals”. *Wear* 250.1-12 (2001), S. 401–408.
- [181] P. J. Blau. “Interpretations of the friction and wear break-in behavior of metals in sliding contact”. *Wear* 71.1 (1981), S. 29–43.
- [182] P. J. Blau. “Mechanisms for transitional friction and wear behavior of sliding metals”. *Wear* 72.1 (1981), S. 55–66.
- [183] P. J. Blau. “A Model for Run-In and Other Transitions in Sliding Friction”. *Journal of Tribology* 109.3 (1987), S. 537–543.
- [184] P. J. Blau. “On the nature of running-in”. *Tribology International* 38.11-12 (2005), S. 1007–1012.
- [185] L. D. Dyer. “Rolling friction on single crystals of copper in the plastic range”. *Acta Metallurgica* 9.10 (1961), S. 928–936.
- [186] R. P. Steijn. “Friction and wear of single crystals”. *Wear* 7.1 (1964), S. 48–66.
- [187] F. P. Bowden, C. A. Brookes und A. E. Hanwell. “Anisotropy of friction in crystals”. *Nature* 203.4940 (1964), S. 27–30.
- [188] F. P. Bowden und C. A. Brookes. “Frictional anisotropy in nonmetallic crystals”. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 295.1442 (1966), S. 244–258.
- [189] D. H. Buckley. *The influence of crystal structure, orientation and solubility on the adhesion and sliding friction of various metal single crystals in vacuum (10–11 torr)*. Nasa Technical Memorandum, NASA TM X-52246, Lewis Research Center, Cleveland, 1967.
- [190] D. H. Buckley. “The Influence of the Atomic Nature of Crystalline Materials on Friction”. *ASLE transactions* 11.2 (1968), S. 89–100.
- [191] J. J. Dawkins und R. W. Neu. “Influence of crystallographic orientation on energy dissipation during sliding”. *Journal of Tribology* 130.4, 041604 (2008).
- [192] J. S. Ko und A. J. Gellman. “Friction anisotropy at Ni(100)/Ni(100) interfaces”. *Langmuir* 16.22 (2000), S. 8343–8351.
- [193] D. V. Lychagin, A. V. Filippov, O. S. Novitskaya, Y. I. Chumlyakov, E. A. Kolubaev und L. L. Lychagina. “Deformation of hadfield steel single crystals by dry sliding friction with the normal load/friction force orientations [1-1-0] / [1-10] and [1-1-0] / [001]”. *Tribology International* 147, 106284 (2020).
- [194] D. V. Lychagin, A. V. Filippov, O. S. Novitskaya, A. V. Kolubaev, E. N. Moskvichev, S. V. Fortuna und Y. I. Chumlyakov. “Deformation and wear of Hadfield steel single crystals under dry sliding friction”. *Wear* 488-489, 204126 (2022).

- [195] S. V. Prasad, J. R. Michael, B. S. Majumdar, C. C. Battaile, N. R. Moody, M. J. Cordill, J. M. Jungk und D. J. Bammann. *Modeling of friction-induced deformation and microstructures*. Sandia Report, SAND2006-7028, Sandia National Laboratories, Albuquerque, 2006.
- [196] S. Kobayashi und K. Mori. “Effects of grain boundary on deformation due to scratching in  $\alpha$  Cu-Al bicrystals having symmetrical  $\langle 111 \rangle$ -tilt boundary”. *Wear* 209.1-2 (1997), S. 128–133.
- [197] B. L. Weick und B. Bhushan. “The Anisotropic Friction Characteristics of Crystalline Materials: A Review”. In: B. Bhushan, Hrsg. *Fundamentals of Tribology and Bridging the Gap Between the Macro-and Micro/Nanoscales*. Dordrecht: Springer, 2001, S. 279–297.
- [198] W. A. Brainard und D. H. Buckley. *Adhesion, friction, and wear of a copper bicrystal with 111 and 210 grains*. NASA Technical Note, NASA TN D-7232, Lewis Research Center, Cleveland, 1973.
- [199] J. J. Zhang, A. Hartmaier, Y. J. Wei, Y. D. Yan und T. Sun. “Mechanisms of anisotropic friction in nanotwinned Cu revealed by atomistic simulations”. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 21.6, 065001 (2013).
- [200] J. Zhang, C. Begau, L. Geng und A. Hartmaier. “Atomistic investigation of wear mechanisms of a copper bi-crystal”. *Wear* 332-333 (2015), S. 941–948.
- [201] P. C. Machado, J. I. Pereira, J. J. Penagos, T. Yonamine und A. Sinatora. “The effect of in-service work hardening and crystallographic orientation on the micro-scratch wear of Hadfield steel”. *Wear* 376-377 (2017), S. 1064–1073.
- [202] P. Heilmann und D. A. Rigney. “An energy-based model of friction and its application to coated systems”. *Wear* 72.2 (1981), S. 195–217.
- [203] D. Shakhvorostov, K. Pöhlmann und M. Scherge. “An energetic approach to friction, wear and temperature”. *Wear* 257.1-2 (2004), S. 124–130.
- [204] J. Goddard und H. Wilman. “A theory of friction and wear during the abrasion of metals”. *Wear* 5.2 (1962), S. 114–135.
- [205] S. Lafaye, C. Gauthier und R. Schirrer. “The ploughing friction: analytical model with elastic recovery for a conical tip with a blunted spherical extremity”. *Tribology Letters* 21.2 (2006), S. 95–99.
- [206] S. Lafaye. “True solution of the ploughing friction coefficient with elastic recovery in the case of a conical tip with a blunted spherical extremity”. *Wear* 264.7-8 (2008), S. 550–554.
- [207] S. Korres, T. Feser und M. Dienwiebel. “A new approach to link the friction coefficient with topography measurements during plowing”. *Wear* 303.1-2 (2013), S. 202–210.
- [208] M. Mishra und I. Szlufarska. “Analytical Model for Plowing Friction at Nanoscale”. *Tribology Letters* 45.3 (2012), S. 417–426.
- [209] K. Komvopoulos, N. Saka und N. P. Suh. “Plowing Friction in Dry and Lubricated Metal Sliding”. *Journal of Tribology* 108.3 (1986), S. 301–312.
- [210] J.-D. Kamminga und G. Janssen. “Experimental discrimination of plowing friction and shear friction”. *Tribology Letters* 25.2 (2007), S. 149–152.
- [211] N. P. Suh und H.-C. Sin. “The genesis of friction”. *Wear* 69.1 (1981), S. 91–114.
- [212] W. G. Sawyer und K. J. Wahl. “Accessing Inaccessible Interfaces: In Situ Approaches to Materials Tribology”. *MRS Bulletin* 33.12 (2008), S. 1145–1150.
- [213] G. I. Finch, A. G. Quarrell und J. S. Roebuck. “The Beilby layer”. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 145.855 (1934), S. 676–681.

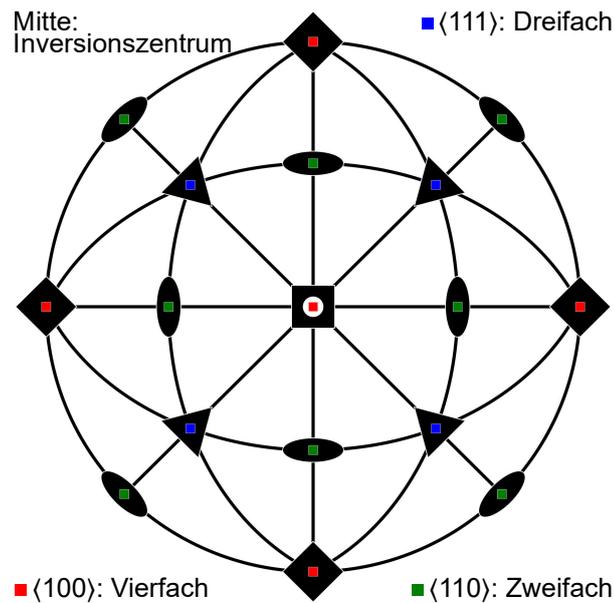
- [214] D. L. Burris und W. G. Sawyer. “Addressing Practical Challenges of Low Friction Coefficient Measurements”. *Tribology Letters* 35.1 (2009), S. 17–23.
- [215] J. Mayer, L. A. Giannuzzi, T. Kamino und J. Michael. “TEM Sample Preparation and FIB-Induced Damage”. *MRS Bulletin* 32.05 (2007), S. 400–407.
- [216] D. Kiener, C. Motz, M. Rester, M. Jenko und G. Dehm. “FIB damage of Cu and possible consequences for miniaturized mechanical tests”. *Materials Science and Engineering: A* 459.1-2 (2007), S. 262–272.
- [217] J. Canny. “A Computational Approach to Edge Detection”. *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence* PAMI-8.6 (1986), S. 679–698.
- [218] P. Maragos und R. W. Schafer. “Morphological systems for multidimensional signal processing”. *Proceedings of the IEEE* 78.4 (1990), S. 690–710.
- [219] S. Eddins. *Image Graphs*. Version 1.0. MATLAB Central File Exchange, 2015.
- [220] P. V. C. Hough. “Method and means for recognizing complex patterns”. U.S. Patent 3,069,654. 1962.
- [221] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams und D. P. Field, Hrsg. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. 2. Auflage. New York: Springer, 2009.
- [222] F. J. Humphreys. “Review grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction”. *Journal of Materials Science* 36.16 (2001), S. 3833–3854.
- [223] D. J. Dingley. “Progressive steps in the development of electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy”. *Journal of Microscopy* 213.3 (2004), S. 214–224.
- [224] D. J. Dingley und D. P. Field. “Electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy”. *Materials Science and Technology* 13.1 (1997), S. 69–78.
- [225] A. J. Wilkinson und T. B. Britton. “Strains, planes, and EBSD in materials science”. *Materials Today* 15.9 (2012), S. 366–376.
- [226] G. C. Sneddon, P. W. Trimby und J. M. Cairney. “Transmission Kikuchi diffraction in a scanning electron microscope: A review”. *Materials Science and Engineering: R: Reports* 110 (2016), S. 1–12.
- [227] J. J. Fundenberger, E. Bouzy, D. Goran, J. Guyon, H. Yuan und A. Morawiec. “Orientation mapping by transmission-SEM with an on-axis detector”. *Ultramicroscopy* 161 (2016), S. 17–22.
- [228] F. Bachmann, R. Hielscher und H. Schaeben. “Texture analysis with MTEX–free and open source software toolbox”. *Solid State Phenomena* 160 (2010), S. 63–68.
- [229] F. Bachmann, R. Hielscher und H. Schaeben. “Grain detection from 2d and 3d EBSD data–specification of the MTEX algorithm”. *Ultramicroscopy* 111.12 (2011), S. 1720–1733.
- [230] N. Thompson. “Dislocation Nodes in Face-Centred Cubic Lattices”. *Proceedings of the Physical Society. Section B* 66.6 (1953), S. 481–492.
- [231] D. Nečas und P. Klapetek. “Gwyddion: an open-source software for SPM data analysis”. *Open Physics* 1 (2012), S. 181–188.
- [232] U. Kocks und H. Chandra. “Slip geometry in partially constrained deformation”. *Acta Metallurgica* 30.3 (1982), S. 695–709.
- [233] P. Chen, S. C. Mao, Y. Liu, F. Wang, Y. F. Zhang, Z. Zhang und X. D. Han. “In-situ EBSD study of the active slip systems and lattice rotation behavior of surface grains in aluminum alloy during tensile deformation”. *Materials Science and Engineering: A* 580 (2013), S. 114–124.
- [234] I. Karaman, H. Sehitoglu, Y. I. Chumlyakov und H. J. Maier. “The deformation of low-stacking-fault-energy austenitic steels”. *JOM* 54.7 (2002), S. 31–37.

- [235] J. Goddard, H. J. Harker und H. Wilman. "The Surface Reorientation Caused by Unidirectional Abrasion on Face-centred Cubic Metals". *Proceedings of the Physical Society (1958-1967)* 80.3 (1962), S. 771–782.
- [236] C. B. Carter und S. M. Holmes. "The stacking-fault energy of nickel". *Philosophical Magazine* 35.5 (1977), S. 1161–1172.
- [237] S. I. Wright und M. M. Nowell. "EBSD image quality mapping". *Microscopy and Microanalysis* 12.1 (2006), S. 72–84.
- [238] S. I. Wright, M. M. Nowell und D. P. Field. "A review of strain analysis using electron backscatter diffraction". *Microscopy and Microanalysis* 17.3 (2011), S. 316–329.
- [239] D. Chen, J.-C. Kuo und W.-T. Wu. "Effect of microscopic parameters on EBSD spatial resolution". *Ultramicroscopy* 111.9-10 (2011), S. 1488–1494.
- [240] W. Wisniewski und C. Rüssel. "An experimental viewpoint on the information depth of EBSD". *Scanning* 38.2 (2016), S. 164–171.
- [241] W. Wisniewski, S. Saager, A. Böbenroth und C. Rüssel. "Experimental evidence concerning the significant information depth of electron backscatter diffraction (EBSD)". *Ultramicroscopy* 173 (2017), S. 1–9.
- [242] H. C. H. Carpenter und S. Tamura. "The formation of twinned metallic crystals". *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 113.763 (1926), S. 161–182.
- [243] S. Mahajan, C. S. Pande, M. A. Imam und B. B. Rath. "Formation of annealing twins in fcc crystals". *Acta Materialia* 45.6 (1997), S. 2633–2638.
- [244] N. Tayebi, T. F. Conry und A. A. Polycarpou. "Determination of hardness from nanoscratch experiments: Corrections for interfacial shear stress and elastic recovery". *Journal of Materials Research* 18.9 (2003), S. 2150–2162.
- [245] L. Wang, Y. He, J. Zhou und J. Duszczyk. "Modelling of plowing and shear friction coefficients during high-temperature ball-on-disc tests". *Tribology International* 42.1 (2009), S. 15–22.
- [246] S. Kucharski und D. Jarzabek. "Depth Dependence of Nanoindentation Pile-Up Patterns in Copper Single Crystals". *Metallurgical and Materials Transactions A* 45.11 (2014), S. 4997–5008.
- [247] M. Liu, A. K. Tieu, C.-T. Peng und K. Zhou. "Explore the anisotropic indentation pile-up patterns of single-crystal coppers by crystal plasticity finite element modelling". *Materials Letters* 161 (2015), S. 227–230.
- [248] R. Hielscher und H. Schaeben. "A novel pole figure inversion method: specification of the MTEX algorithm". *Journal of Applied Crystallography* 41.6 (2008), S. 1024–1037.
- [249] A. Creuziger, K. Syed und T. Gnäupel-Herold. "Measurement of uncertainty in orientation distribution function calculations". *Scripta Materialia* 72-73 (2014), S. 55–58.
- [250] D. H. Buckley. *Influence of number of operable slip systems on friction characteristics of single-crystal and polycrystalline magnesium*. NASA Technical Note, NASA TN D-4351, Lewis Research Center, Cleveland, 1968.
- [251] A. T. Alpas, H. Hu und J. Zhang. "Plastic deformation and damage accumulation below the worn surfaces". *Wear* 162-164 (1993), S. 188–195.
- [252] A. Mahato, Y. Guo, N. K. Sundaram und S. Chandrasekar. "Surface folding in metals: a mechanism for delamination wear in sliding". *Proceedings. Mathematical, physical, and engineering sciences* 470.2169, 20140297 (2014).
- [253] N. P. Suh. "An overview of the delamination theory of wear". *Wear* 44.1 (1977), S. 1–16.

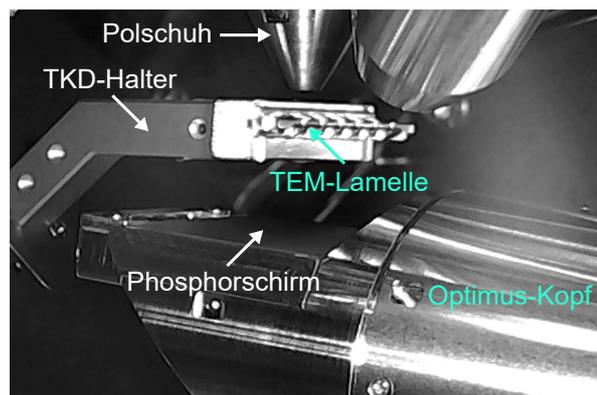
- [254] J. I. Goldstein, D. C. Joy, J. R. Michael, N. W. Ritchie und J. H. J. Scott. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. 4. Auflage. New York: Springer, 2018.
- [255] M. Liu, K. A. Tieu, K. Zhou und C.-T. Peng. “Investigation of the Anisotropic Mechanical Behaviors of Copper Single Crystals Through Nanoindentation Modeling”. *Metallurgical and Materials Transactions A* 47.6 (2016), S. 2717–2725.
- [256] K. B. Yeap, E. Zschech, U. D. Hangen, T. Wyrobek, L. W. Kong, A. Karmakar, X. Xu und I. Panchenko. “Elastic anisotropy of Cu and its impact on stress management for 3D IC: Nanoindentation and TCAD simulation study”. *Journal of Materials Research* 27.1 (2012), S. 339–348.
- [257] B. Taljat und G. M. Pharr. “Development of pile-up during spherical indentation of elastic–plastic solids”. *International Journal of Solids and Structures* 41.14 (2004), S. 3891–3904.
- [258] D. H. Chung und W. R. Buessem. “The Voigt–Reuss–Hill Approximation and Elastic Moduli of Polycrystalline MgO, CaF<sub>2</sub>,  $\beta$ -ZnS, ZnSe, and CdTe”. *Journal of Applied Physics* 38.6 (1967), S. 2535–2540.
- [259] H. Wittel, D. Jannasch, J. Voßiek und C. Spura. *Roloff/Matek Maschinenelemente. Normung, Berechnung, Gestaltung*. 24. Auflage. Berlin: Springer Vieweg, 2019.
- [260] H. Blok. “The flash temperature concept”. *Wear* 6.6 (1963), S. 483–494.
- [261] S. J. Bull, N. Moharrami, S. V. Hainsworth und T. F. Page. “The origins of chemomechanical effects in the low-load indentation hardness and tribology of ceramic materials”. *Journal of Materials Science* 51.1 (2016), S. 107–125.
- [262] W. S. Farren und G. I. Taylor. “The heat developed during plastic extension of metals”. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 107.743 (1925), S. 422–451.
- [263] G. I. Taylor und H. Quinny. “The latent energy remaining in a metal after cold working”. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 143.849 (1934), S. 307–326.
- [264] M. B. Bever, D. L. Holt und A. L. Titchener. “The stored energy of cold work”. *Progress in Materials Science* 17 (1973), S. 5–177.
- [265] D. Rittel, A. A. Kidane, M. Alkheder, A. Venkert, P. Landau und G. Ravichandran. “On the dynamically stored energy of cold work in pure single crystal and polycrystalline copper”. *Acta Materialia* 60.9 (2012), S. 3719–3728.
- [266] J. Hodowany, G. Ravichandran, A. J. Rosakis und P. Rosakis. “Partition of plastic work into heat and stored energy in metals”. *Experimental Mechanics* 40.2 (2000), S. 113–123.
- [267] A. A. Benzerga, Y. Bréchet, A. Needleman und E. van der Giessen. “The stored energy of cold work: Predictions from discrete dislocation plasticity”. *Acta Materialia* 53.18 (2005), S. 4765–4779.
- [268] G. Ravichandran. “On the Conversion of Plastic Work into Heat During High-Strain-Rate Deformation”. *AIP Conference Proceedings* 620.1 (2002), S. 557–562.
- [269] J. J. Zhang, Z. F. Wang, Y. D. Yan und T. Sun. “Interface-dependent nanoscale friction of copper bicrystals. Tilt versus twist”. *RSC Advances* 6.64 (2016), S. 59206–59217.

# A Anhang

## A.1 Theorie und Methodisches



**Abbildung A.1:** Komplette Polfigur mit Symmetrieelementen (vgl. Legende) von Kupfer (kfz, Raumgruppe 225, Kristallsymmetrie nach Hermann-Mauguin-Bezeichnung:  $Fm\bar{3}m$ ).



**Abbildung A.2:** TKD-Messanordnung (sog. *on-axis*-Geometrie): Die TEM-Lamelle wird mittels eines selbst konstruierten TKD-Halters orthogonal zum (aus dem Polschuh austretenden) Elektronenstrahl ausgerichtet, der darunter befindliche Phosphorschirm detektiert die von den transmittierten Elektronen gebildeten, charakteristischen Kikuchi-Linien.

**Tabelle A.1:** Außerhalb der Verschleißspur mittels EBSD gemessene, tatsächliche, mittlere Orientierung der Einkristall-Versuche (vgl. Absch. 4.3.2) und Abweichung von nomineller Orientierung (vgl. Tab. 3.2). Die Abweichung in ND und SD entspricht dem Winkel zwischen tatsächlich und nominell mit ND und SD zusammenfallender, kristallographischer Richtung (Miller-Indizes). Die Gesamtabweichung ist der kleinste Rotationswinkel, mit dem die tatsächliche in die nominelle Orientierung überführt werden kann. Alle Berechnungen unter Berücksichtigung der Kristallsymmetrie. Miller-Indizes gerundet auf  $\max(h/k/l) = 12$ . Es ist erkennbar, dass kristallographisch äquivalente Ebenen und Richtungen per EBSD nicht unterscheidbar sind.

Versuch	Miller -ND	Miller SD	Abweichung		
			ND [°]	SD [°]	Gesamt [°]
(111)[0 $\bar{1}$ 1]-N	( $\bar{12}$ $\bar{11}$ 12)	[ $\bar{12}$ 0 $\bar{11}$ ]	1,7	1,3	2,0
(111)[0 $\bar{1}$ 1]-H	( $\bar{12}$ $\bar{11}$ 12)	[ $\bar{12}$ 0 $\bar{11}$ ]	1,3	1,4	1,8
(111)[1 $\bar{2}$ 1]-N	( $\bar{1}$ $\bar{1}$ 1)	[ $\bar{1}$ 2 1]	0,6	1,5	1,6
(111)[1 $\bar{2}$ 1]-H	(1 1 1)	[ $\bar{2}$ 1 1]	0,7	0,2	0,7
(110)[ $\bar{1}$ 10]-N	(1 0 1)	[ $\bar{12}$ 1 12]	0,7	2,0	2,0
(110)[ $\bar{1}$ 10]-H	(1 0 1)	[ $\bar{12}$ 1 12]	0,8	1,9	2,0
(110)[001]-N	(0 $\bar{1}$ 1)	[ $\bar{1}$ 0 0]	0,4	2,1	2,1
(110)[001]-H	(0 $\bar{11}$ 12)	[ $\bar{1}$ 0 0]	1,9	1,9	2,5

## A.2 Zur Länge neugebildeter Korngrenzen $L_{KG}$

Dieser Abschnitt enthält weitergehende Informationen zu dem in Absch. 3.3.1 anhand Abb. 3.4 dargestellten Verfahren zur Quantifizierung der Deformation aus Querschnitten anhand der Länge neugebildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  und diskutiert mögliche Unsicherheitsfaktoren.

### Physikalische Validierung

Der Sekundärelektronenkontrast der Querschnittsbilder ist grundsätzlich qualitativ sensitiv hinsichtlich der Kristallorientierung. Aufgrund dessen erscheint es plausibel, dass Bereiche unterschiedlichen Kontrasts auch verschiedene Kristallorientierungen besitzen, somit die durch  $L_{KG}$  abgebildeten Kanten also (Sub-)Korngrenzen entsprechen. Diese Hypothese soll im Folgenden exemplarisch überprüft werden.

Tab. A.2 stellt hierfür am Beispiel von Versuch (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N die für  $n_1$ ,  $n_{100}$  und  $n_{1000}$  aus Querschnittsbildern ermittelten  $L_{KG}$ -Werte der gesamten Korngrenzenlänge gegenüber, die aus den TKD-Messungen in Abb. A.25 bestimmt wurden. Diese Bestimmung erfolgte in MTEX (vgl. Absch. 3.3.2) auf Basis der gemessenen, kristallographischen Orientierungen mit Hilfe einer Kornsegmentierung und Addition der Länge aller Korngrenzensegmente, bildet also eindeutig (Sub-)Korngrenzen ab. Hierzu wurden nur indizierte Pixel mit einem Korngrenzen-Schwellwert von  $2,0^\circ$  herangezogen, alle Körner mit weniger als drei Pixeln entfernt und die Segmentierung wiederholt. Wichtig ist, dass die Querschnittsbilder die Mikrostruktur auf einer größeren Breite (Faktor 2,1) und Fläche (Faktor 5,6) als die TKD-Messungen abbilden (wobei nicht die gesamte Fläche der Querschnittsbilder ausgewertet wurde, vgl. nächster Abschnitt). Beachtet man ferner, dass die Verformung (hier: Bildung von (Sub-)Korngrenzen) in beiden Fällen nicht bis in die maximale, erfasste Tiefe reicht (vgl. Abb. 4.12, A.25), wären ungefähr um einen Faktor 2,1 – 5,6 größere  $L_{KG}$ -Werte als aus den TKD-Messungen ermittelte Korngrenzenlängen zu erwarten. Tatsächlich liegen die Quotienten in Tab. A.2 für alle drei betrachteten Fälle genau innerhalb dieser Spanne. Auch nimmt die Länge neugebildeter Korngrenzen von  $n_1$  über  $n_{100}$  zu  $n_{1000}$  in beiden Fällen zu.

Zusammengenommen zeigt diese exemplarische Gegenüberstellung, dass  $L_{KG}$  zur Abschätzung der Länge neugebildeter Korngrenzen geeignet ist und eine physikalisch sinnvolle Größe darstellt. Die gilt umso mehr in Anbetracht der guten Übereinstimmung trotz unterschiedlicher Kontrastentstehung, Messbereiche, Statistik (eine TKD-Messung vs. fünf Querschnittsbilder), Art der

**Tabelle A.2:** Vergleich der für Versuch (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N ermittelten  $L_{KG}$ -Werte mit der aus den zugehörigen TKD-Messungen in Abb. A.25 ermittelten Korngrenzlänge. Außerdem wird die Größe des jeweils abgebildeten Bereiches gegenübergestellt.

Methode	Länge [ $\mu\text{m}$ ]			Breite [ $\mu\text{m}$ ]	Höhe [ $\mu\text{m}$ ]	Fläche [ $\mu\text{m}^2$ ]
	$n_1$	$n_{100}$	$n_{1000}$			
Querschnittsbilder ( $L_{KG}$ )	26,9	59,1	104,7	11,8	10,0	118
Länge TKD-Messungen	11,5	16,7	42,2	5,6	3,4	20,7
Quotient $\frac{L_{KG}}{\text{Länge TKD}}$	2,3	3,5	2,5	2,1	2,9	5,6

Korngrenzlängen-Bestimmung sowie Parameterabhängigkeit beider Verfahren (Korngrenzen-Schwellwert, Parameter für Canny-Kantendetektion etc. ). Dass schließlich die Länge neugebildeter Korngrenzen ein sinnvolles Maß für die tribologisch induzierte, plastische Verformung ist, wird u.a. in den Abschnitten 2.3 und 5.2.1 ausführlich dargelegt.

### Details zur Bestimmung und Unsicherheitsfaktoren

Wie in Absch. 5.2.1 diskutiert, stellen Bildauflösung und Bildausschnitt einen wesentlichen Einfluss- und Unsicherheitsfaktor dar. Die Wahl des Bildausschnittes unterliegt einem Zielkonflikt hinsichtlich der Erfassung sehr feiner Strukturen (wie die UFK-Schichten, vgl. Absch. 5.2.3 und 4.3.3) und der Berücksichtigung eines hinreichend großen Querschnittsbereiches, um die Deformation auch in großen Tiefen unterhalb der Probenoberfläche einzubeziehen. Die gewählte Vergrößerung (hier: horizontale Feldbreite = 11,8 $\mu\text{m}$ ) stellt einen Kompromiss dar, beides hinreichend zu berücksichtigen, um eine für die oberflächennahe Verformung möglichst repräsentative Größe zu erhalten.

Gleiches gilt auch für die Wahl der Parameter für die Canny-Kantenerkennung und die Abmilderung von Vorhangeffekt-Bildartefakten. Während die Parameter für die Kantenerkennung wegen ähnlicher Kontrastentstehung aller Bilder gleicher horizontaler Feldbreite konstant gewählt wurden (Schwellwert: 0,005,  $\sigma$ : 3,5), wurde bei der Reduktion von Vorhangeffekt-Artefakten hinsichtlich der Ausprägungsstärke je Querschnitt unterschieden. Hierzu kamen vier Stufen (0: keine bis 3: starke Korrektur) zum Einsatz, wie in Tab. A.3 aufgeführt. Diese beeinflussen u.a. die maximale Anzahl detektierter Hough-Peaks, Hough-Schwellwert, maximale Abweichung detektierter Geraden zur Vertikalen, sowie Mindestlänge und Konnektivität von Vorhangeffekt-Pixel-Segmenten. Diese Canny-Parameter stellen einen Kompromiss zwischen dem Erkennen kleiner Körner und einer Übererkennung kleiner Kontrastvariationen dar.

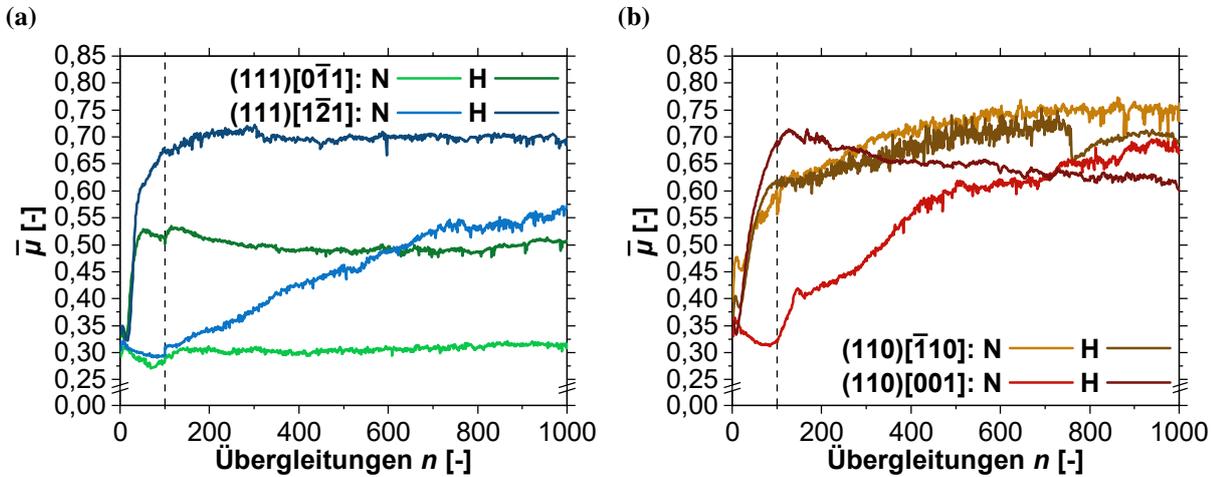
**Tabelle A.3:** Stärke der Vorhangeffekt-Abmilderung für Querschnittsaufnahmen mit horizontaler Feldbreite von  $11,8\ \mu\text{m}$ . Von 0 (deaktiviert) bis 3 (stark). Stufe 1 kam nur für Querschnittsaufnahmen mit in der vorliegenden Arbeit zur  $L_{KG}$ -Bestimmung nicht verwendeten horizontalen Feldbreiten zum Einsatz. Die Werte wurden durch manuelle Inspektion der Ergebnisse (Vorhangeffekt- und Korngrenzen-Pixel der Aufnahmen) iterativ mit dem Ziel einer ausgewogenen Vorhangeffekt-Abmilderung optimiert (Kompromiss aus Nichterkennen und Überkompensation von Vorhangeffekt-Pixeln).

Laststufe	Übergleitungen $n$	$(111)[0\bar{1}1]$	$(111)[1\bar{2}1]$	$(110)[\bar{1}10]$	$(110)[001]$
niedrig (N)	$n_1$	0			
	$n_{100}$	0	3	3	3
	$n_{1000}$	0	3	2	2
hoch (H)	$n_1$	0			
	$n_{100}$	0	2	3	2
	$n_{1000}$	2	2	2	3

Weitere Unsicherheitsfaktoren sind das Überlappen der Bilder je Querschnitt am Rand (grob: ca. 10 %) sowie die (grundsätzlich nie vollständig erfüllbare) Annahme, dass alle erkannten Kontraständerungen durch die tribologische Belastung eingebracht wurden, das Gefüge also initial vollkommen verformungs- und defektfrei war. Weitere Unsicherheitsfaktoren sind die Korrektur der Bildverkipfung durch vertikale Streckung mit Faktor 1,269 trotz (geringfügigen) Einsatzes der Elektronenstrahlrotation und das Zuschneiden des auszuwertenden Bildbereichs (Entfernen von Platinschichten und Informationsbanderole unten in jedem Mikroskopbild). Hierzu wurde für jedes Bild manuell die Position des Übergangs zwischen Kupfergefüge und Platinschichten hinterlegt und eingelesen. Um in jedem Bild einen Bereich konstanter Größe trotz unterschiedlicher Position der Platinschichten auszuwerten, wurden nur die ersten 1813 Pixel (von 2048, inkl. der Informationsbanderole) unterhalb deren Position herangezogen (größter Bereich, der über alle Querschnittsbilder hinweg möglich war).

Schließlich kann der gegebene Ansatz (anders als Methoden wie EBSD oder TKD) nicht hinsichtlich der Missorientierung an detektierten Korngrenzen differenzieren, was grundsätzlich bei der Interpretation von  $L_{KG}$  als Maß für die Deformation berücksichtigt werden muss.

### A.3 Reibung



**Abbildung A.3:** Wie Abb. 4.3 (mittlere Reibungskoeffizienten  $\bar{\mu}$  je Übergleitung der Einkristall-Versuche), hier jedoch mit Mittelwertbildung pro Übergleitung nach Abschneiden (d.h. Verwerfen) von 13 Datenpunkten (entsprechend ca. 650  $\mu\text{m}$ , der größten Reibspurbreite  $pb$  aller Einkristall-Versuche nach 1000 Übergleitungen, in Versuch  $(110)[\bar{1}10]$ -H) am Beginn und Ende der Reibungsdaten der jeweiligen Übergleitung. Die Absolutwerte und Verläufe der Reibungskoeffizienten unterscheiden sich nur geringfügig von Abb. 4.3 (Abweichungen ca. im Bereich  $\pm 0,05$ ), insbesondere ist keine systematische Glättung des Übergangs um  $n_{100}$  erkennbar, d.h. am Übergang der Reibspurbereiche mit 8 mm (bis  $n_{100}$ ) bzw. 4 mm (ab  $n_{101}$ ) Gleitweg. Der in einigen Versuchen dort sichtbare, kleine Sprung im Reibungsverlauf verschwindet durch diese Bereichseinschränkung nicht systematisch: Zwar ist bei Versuch  $(110)[001]$ -H eine Abnahme, bei  $(111)[1\bar{2}1]$ -N jedoch eine Zunahme, und bei  $(111)[0\bar{1}1]$ -H und  $(110)[\bar{1}10]$ -H keine merkliche Änderung der Größe des Sprunges ggü. Abb. 4.3 sichtbar. Dieser scheint also - ebenso wie der allgemeine, makroskopische Verlauf der Reibungskoeffizienten - nicht systematisch von möglichen Topographieeffekten am Aufsetzpunkt der Saphirkugel (Spurbeginn, Einsinken) oder dem Ende der jeweiligen Reibspurbereichee (Aufwurfbildung) beeinflusst zu sein. Auch das Abschneiden von je 100  $\mu\text{m}$ , 350  $\mu\text{m}$  und 1000  $\mu\text{m}$  liefert vergleichbare Ergebnisse.

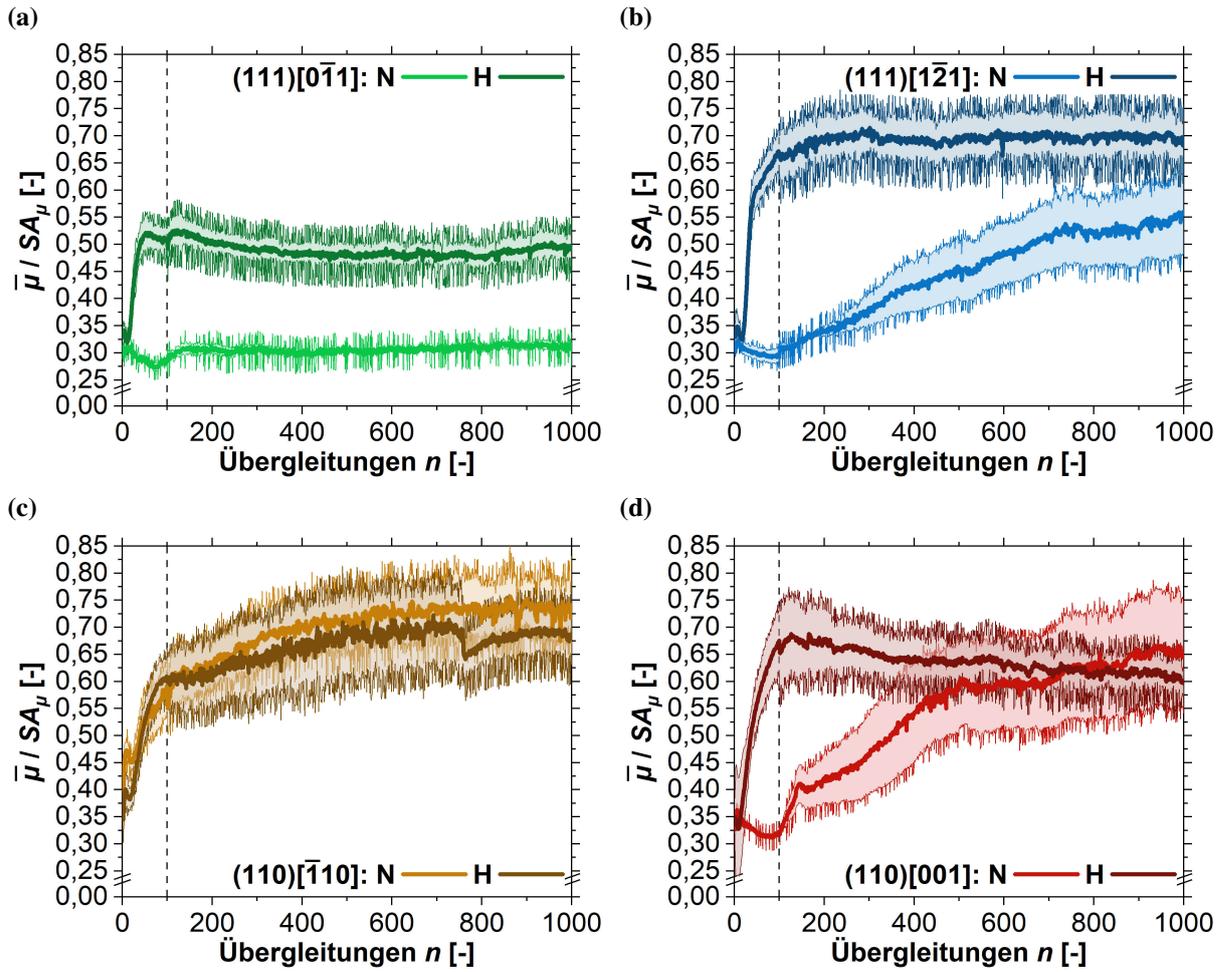
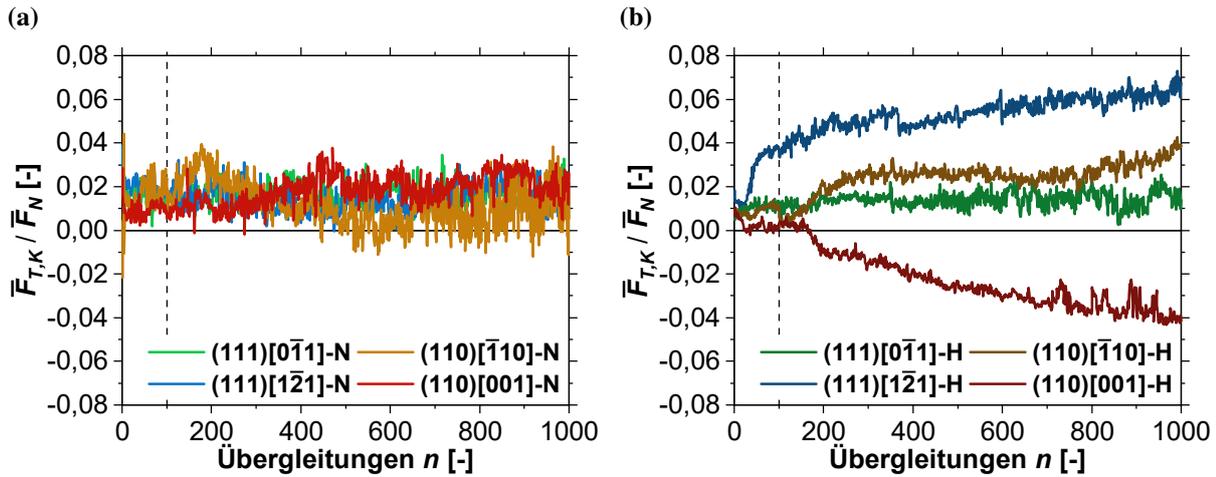
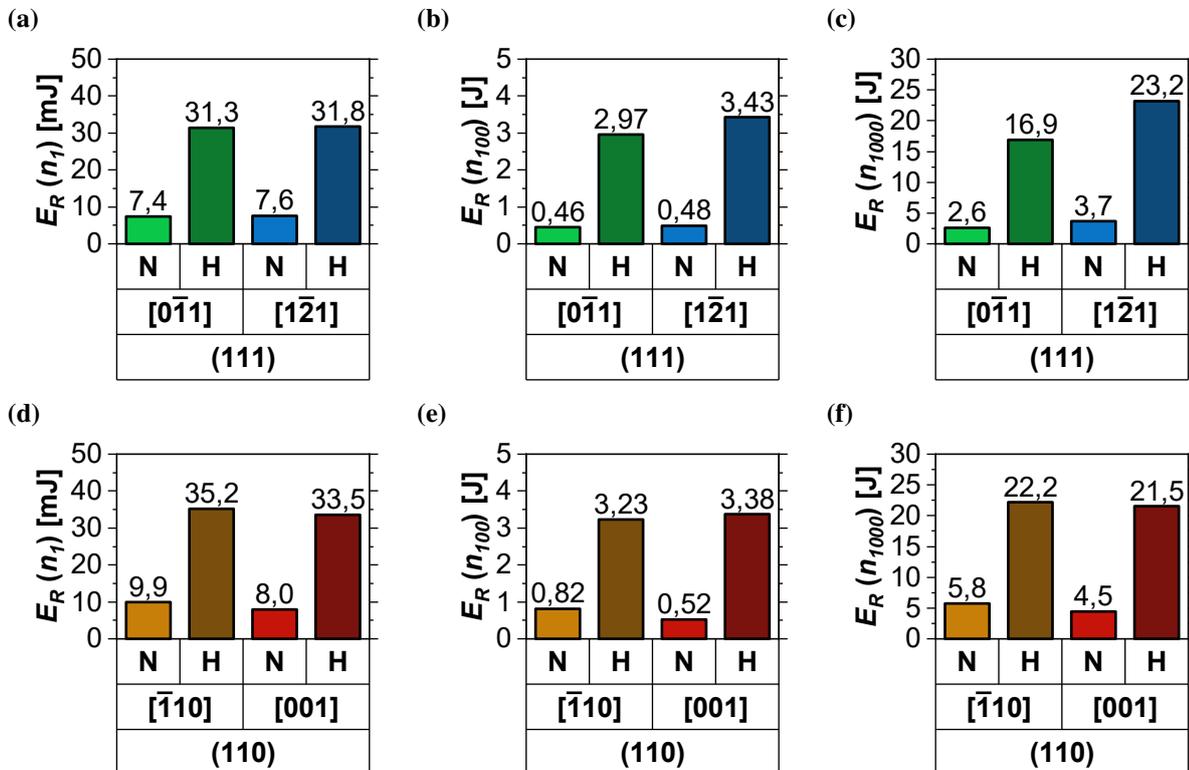


Abbildung A.4: Mittlerer Reibungskoeffizient  $\bar{\mu}$  (dicke Linien) der Einkristall-Versuche mit Standardabweichung  $SA_{\mu}$  je Übergleitung (dünne Linien:  $\bar{\mu} \pm SA_{\mu}$ ).

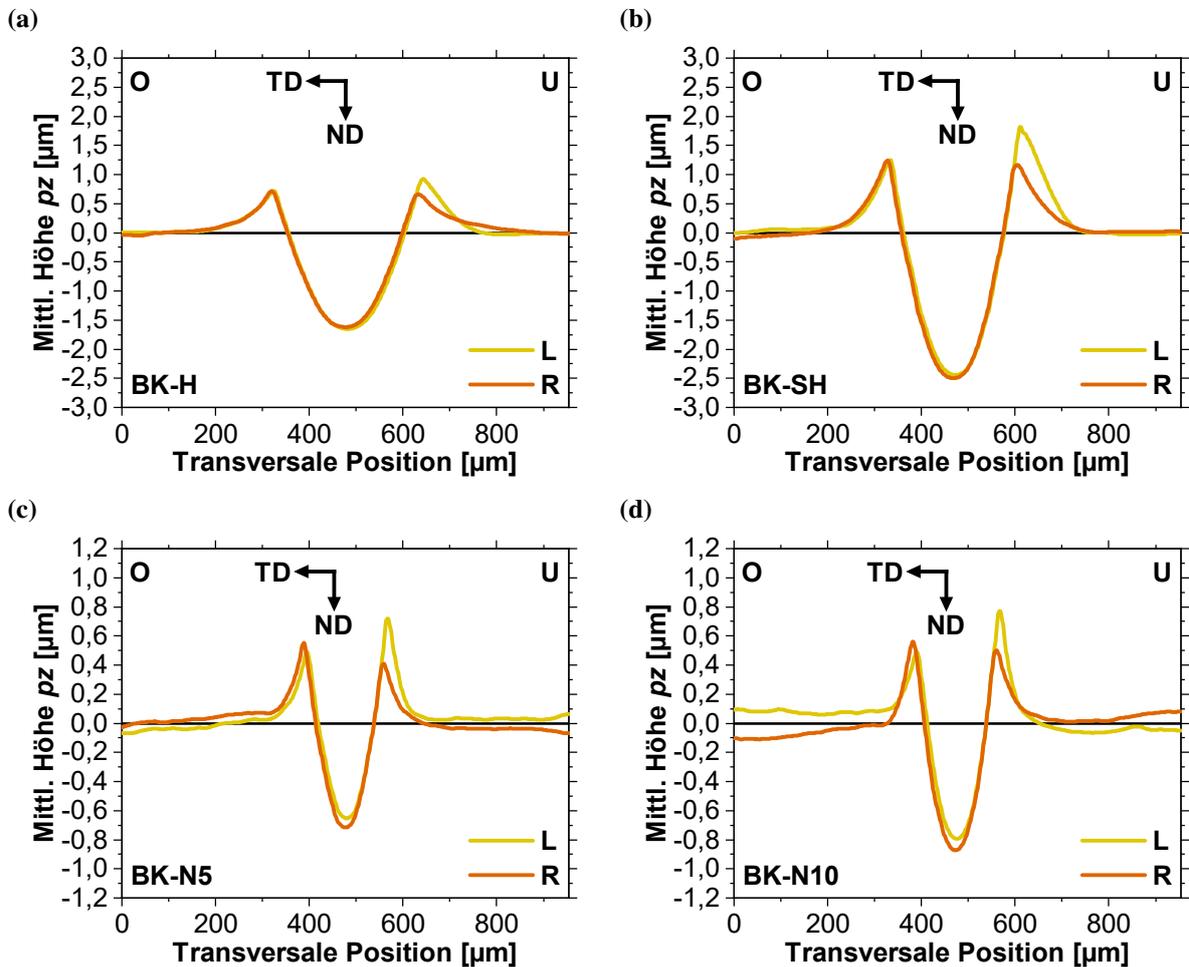


**Abbildung A.5:** Quotient aus pro Übergleitung gemittelter, korrigierter Transversalkraft  $\bar{F}_{T,K}$  und kalibrierter Normalkraft  $\bar{F}_N$  in Abhängigkeit von der Anzahl Übergleitungen  $n$  für Einkristall-Versuche mit niedriger (N, links) und hoher Laststufe (H, rechts).  $\bar{F}_{T,K}$  wurde korrigiert, um die durch Bewegung der Lastaufbringung während des Belastens der Probe verursachten Transversalkraftdrift (aufgrund Sensorkabelbewegung) abzumildern. Hierfür wurde je Übergleitung die unmittelbar nach Belastung gemessene Transversalkraft subtrahiert. Positive  $\bar{F}_{T,K}$ -Werte entsprechen einer in  $-TD$ , negative einer in  $+TD$  auf die Saphirkugel wirkende Kraft. Es ist keine Korrelation zu Mikrostrukturentwicklung oder Reibspurtopographie ersichtlich, weshalb die Transversalkräfte in dieser Arbeit nicht näher betrachtet werden.

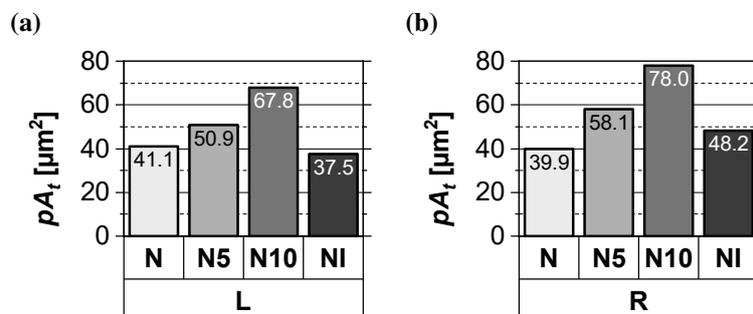


**Abbildung A.6:** Insgesamt nach 1, 100 und 1000 Übergleitungen (v.l.n.r) umgesetzte Reibungsenergie  $E_R$  für Einkristall-Versuche mit  $(111)$ -Normalenrichtung (oben) und  $(110)$ -Normalenrichtung (unten). Zur Berechnung vgl. Absch. 5.3.1, zugehörige Reibungsverläufe in Abb. 4.3.

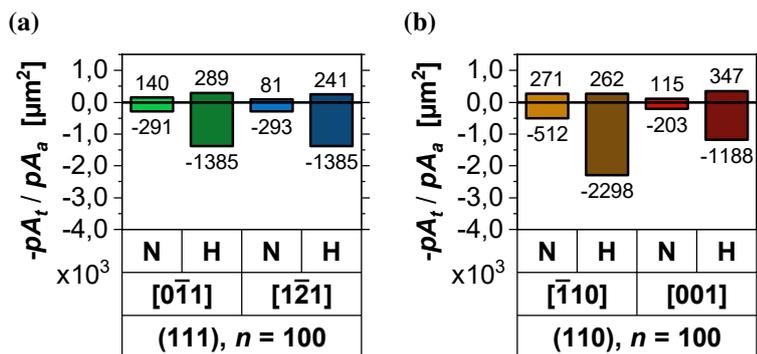
## A.4 Reibspurtopographie



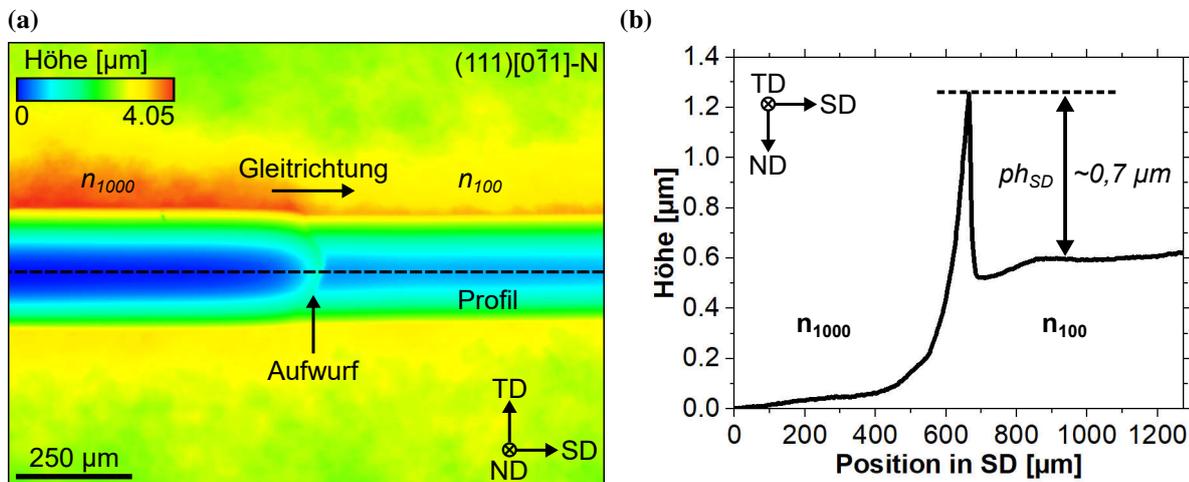
**Abbildung A.7:** Mittlere Profile der Bikristall-Spurtopographie im Bereich des linken (L, gelb) und rechten Korn (R, orange) analog zu Abb. 4.4. Zuordnung der Versuche wie in den Grafiken links unten angegeben. Profil zu Versuch BK-SH in b adaptiert von [152].



**Abbildung A.8:** Talflächen  $pA_t$  im linken (L) und rechten (R) Korn der Bikristall-Versuche mit zunehmender Übergleitungszahl (BK-N, BK-N5 und BK-N10) sowie Inversion der Gleitrichtung (BK-N und BK-NI), alle mit niedriger Laststufe (N).

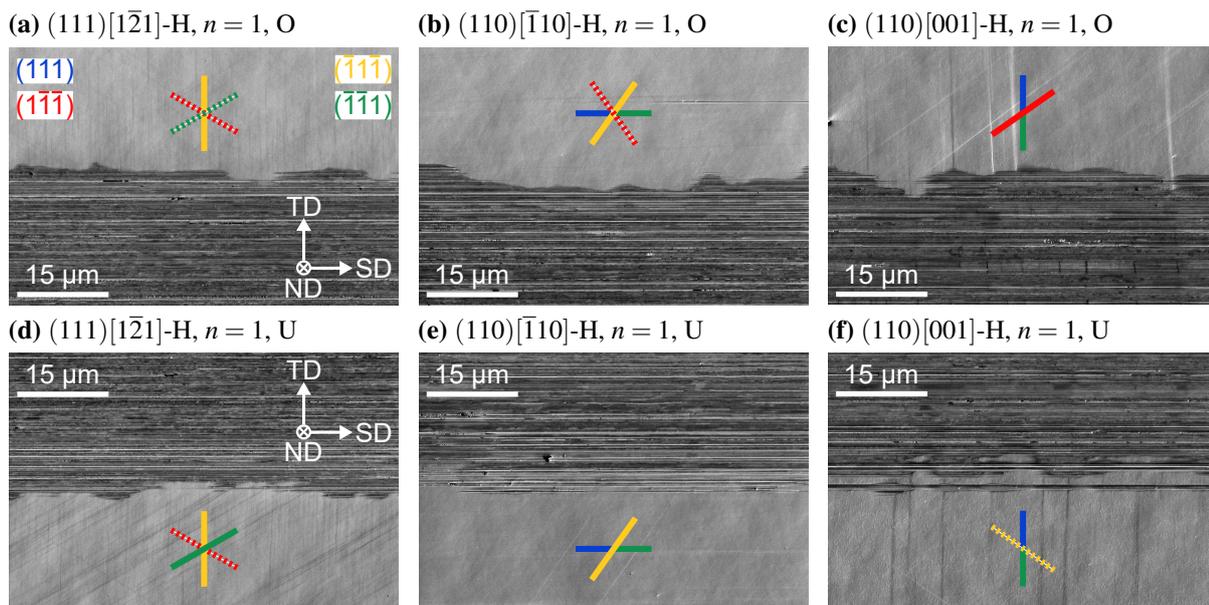


**Abbildung A.9:** Profilometrische Flächen-Kenngrößen der Einkristall-Versuche in Abhängigkeit von Kristallorientierung und Laststufe. Wie Abb. 4.6, aber nach 100 Übergleitungen.



**Abbildung A.10:** Bestimmung der Höhe  $ph_{SD}$  des in der Mitte der Reibspur in Gleichrichtung SD gebildeten Aufwurfs am Übergang der Spurbereiche  $n_{1000}$  (jeweils linke Bildhälfte) und  $n_{100}$  (jeweils rechte Bildhälfte) am Beispiel von Versuch (111)[ $0\bar{1}1$ ]-N. **a:** Extraktion eines horizontalen Profils in der Mitte der Reibspur aus einer 3D-profilometrischen Reibspurtopographiemessung nach Nivellierung (Abzug einer Ausgleichsebene). **b:** Extrahiertes Profil mit Bestimmung der Aufwurfhöhe  $ph_{SD}$  (hier ca.  $0,7 \mu\text{m}$ ) bezüglich des Reibspurgrounds im angrenzenden Bereich mit weniger Übergleitungen ( $n_{100}$ ). Wegen der Makro-Topographie (Unebenheit des Reibspurgrounds) handelt es sich um Näherungswerte, die auf Zehntelmikrometer gerundet werden.





**Abbildung A.13:** Einkristall-Versuche: Einfluss der Einkristall-Orientierung auf Gleitstufen ober- und unterhalb der Reibspur für hohe Laststufe (H) nach einer Übergleitung (vgl. Abb. 4.8 mit  $n = 1000$ ), Legende analog zu Abb. 4.7.

## A.6 Vorhersage der Aktivierung von Gleitsystemen

Es liegt nahe, die Aktivität der Gleitsysteme infolge tribologischer Belastung quantitativ vorhersagen zu wollen, um direkt Informationen über Profilform und Pflügen abzuleiten. In der Literatur existiert beispielsweise bei Bowden und Brookes [188] und Tsuya [9] der Ansatz, mit Hilfe des Schmidischen Schubspannungsgesetzes für uniaxialen Zug / Druck die relative Aktivität der Gleitsysteme im Sinne der aufgelösten Schubspannungen und Schmidfaktoren zu berechnen, indem durch Vektoraddition aus Normal- und Reibkraft eine resultierende Kraft  $\mathbf{F}_{res}$  betrachtet wird. Weiter bietet es sich an, nach dem Hamilton-Modell [37] bestimmte Spannungstensoren heranzuziehen, um generalisierte Schmidfaktoren zu berechnen.

Beides wurde exemplarisch für  $\mu = 0,3$  und hoher Laststufe durchgeführt<sup>1</sup>, wobei die Laststufe nur einen vernachlässigbaren Einfluss (vgl. Absch. 5.2.1) auf die Schmidfaktoren besitzt,  $\mu$  aber einen relevanten [37] (im Bereich 0,30 – 0,70 z.T. leichte Verschiebung der Gleitsysteme mit maximalem Schmidfaktor). Ausgewählte Ergebnisse sind in Tab. A.4 dokumentiert, wobei die folgenden, charakteristischen Punkte des Hamilton-Spannungsfeld (vgl. Abb. 5.3b in Absch. 5.2.1) betrachtet werden: Die Position, an der die Von Mises-Spannung  $\sigma_{vm}$  maximal ist ( $\sigma_{H,\sigma_{vm,max}}$ ), jene, wo  $\tau_{zx}$  maximal ( $\sigma_{H,\tau_{zx,max}}$ ) und minimal ( $\sigma_{H,\tau_{zx,min}}$ ) ist (vgl. [146]), sowie Positionen seitlich der Spurmitte (bei  $y \approx \pm a_H$ , d.h. dem Hertz-Kontaktradius [32]), um Gleitstufen ober- ( $\sigma_{H,O}$ ) und unterhalb ( $\sigma_{H,U}$ ) der Spur vorhersagen zu können.

Wie in Anbetracht der starken Vereinfachungen (Hamilton: rein elastisch und lokale Betrachtung des komplexen Spannungsfelds, Richtung: extreme Vereinfachung der Belastung, allgemein:  $\mu$ -Abhängigkeit usw.) wenig verwunderlich, kann keiner der Ansätze in Tab. A.4 die (aktiven) Gleitstufen für  $n_{1000}$  in Abb. 4.7, 4.8 über alle Einkristall-Orientierungen hinweg konsistent vorhersagen. Dabei bietet  $\sigma_{H,\tau_{zx,max}}$  die beste Übereinstimmung, erscheint aber materialwissenschaftlich wenig sinnvoll: Die Beträge der Spannungen sind dort im Vergleich zu  $\sigma_{H,\tau_{zx,min}}$  oder  $\sigma_{H,\sigma_{vm,max}}$  gering, lassen also kleinere aufgelöste Schubspannungen als Triebkraft für Versetzungsbewegung erwarten. Gleiches gilt auch für die  $n_1$ -Gleitstufen in Abb. 4.7, A.13.

Eine wichtige Erkenntnis ist jedoch, dass für alle Szenarien mit  $\tau_{xy} = 0$  (also alle außer  $\sigma_{H,O}$  und  $\sigma_{H,U}$ ) nur für  $(111)[0\bar{1}1]$  ein einziges Gleitsystem (betragsmäßig) maximalen Schmidfaktor

<sup>1</sup> Hierzu wurden die Gleichungen aus [37] in MATLAB implementiert und die Spannungstensoren  $\sigma_H$  in der Ebene  $y = 0$  berechnet (Diskretisierung mit Schrittweite  $1 \mu\text{m}$  im Bereich  $x = -150 \dots 150$  und  $z = 0 \dots 150$ ). Nach der rechnerischen Auswahl charakteristischer Tensoren ( $\sigma_{H,\tau_{zx,max}}$ ,  $\sigma_{H,\tau_{zx,min}}$  usw., vgl. Text) wurden (generalisierte) Schmidfaktoren mit Hilfe von *MTEX 5.6.1* [228] für die jeweilige Kristallorientierung berechnet, durch Projektion der Tensoren auf die Gleitsysteme und (impliziter) Normierung mit Hilfe der Frobenius-Norm (bei der Betrachtung von Richtungsvektoren vereinfacht sich dies entsprechend).

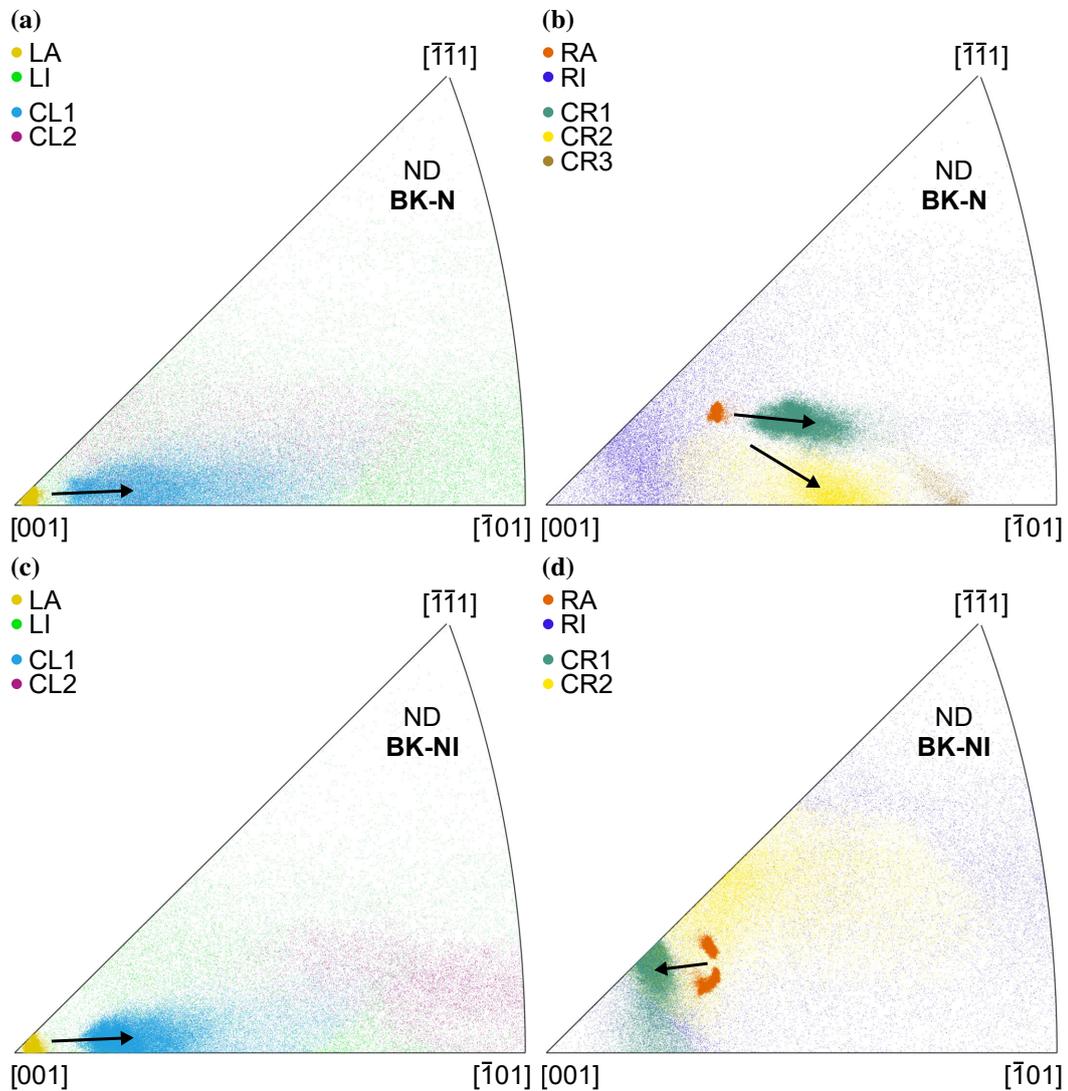
besitzt, bei allen übrigen Orientierungen jeweils zwei Gleitsysteme. Dies ist eine direkte Folge der Gleitsystemgeometrie (vgl. Abb. 5.4) und kann darauf hindeuten, dass innerhalb der Reibspur (wo Gleitstufen nicht sinnvoll ausgewertet werden können) für  $(111)[0\bar{1}1]$  weniger Gleitsysteme aktiv sind als bei allen anderen Einkristall-Orientierungen.

**Tabelle A.4:** Gerundete Absolutwerte der Schmidfaktoren für Einkristall-Orientierungen  $(111)[0\bar{1}1]$ ,  $(111)[\bar{1}2\bar{1}]$ ,  $(110)[\bar{1}10]$  und  $(110)[001]$ , berechnet mit  $\mu = 0,3$  und hoher Laststufe. Betrachtung der (Richtung der) resultierenden Kraft  $F_{res}$  in Anlehnung an [9, 188], Hamilton-Spannungstensoren  $\sigma_H$  nach [37]. Die Werte für alle zwölf Gleitsysteme (GS1 – GS12) je Orientierung und Belastungsszenario sind nach Gleitebenen (GE1 – GE4) gruppiert, was einen direkten Vergleich mit den Gleitstufen (also primären und sekundären, aktiven Gleitebenen) in Abb. 4.7, 4.8, A.13 ermöglicht (Farben analog). Je Szenario und Orientierung sind jeweils genau jene Gleitsysteme farbig und durch Fettsetzung hervorgehoben, die maximalen Schmidfaktor besitzen (ggf. mehrere), für die also nach dem jeweiligen Szenario eine (bevorzugte) Aktivierung erwartet würde. Farbig, aber ohne Fettsetzung sind jeweils Gleitsysteme mit nur geringfügig kleineren Schmidfaktoren markiert (max. Abweichung zum Maximalwert: 0,05).

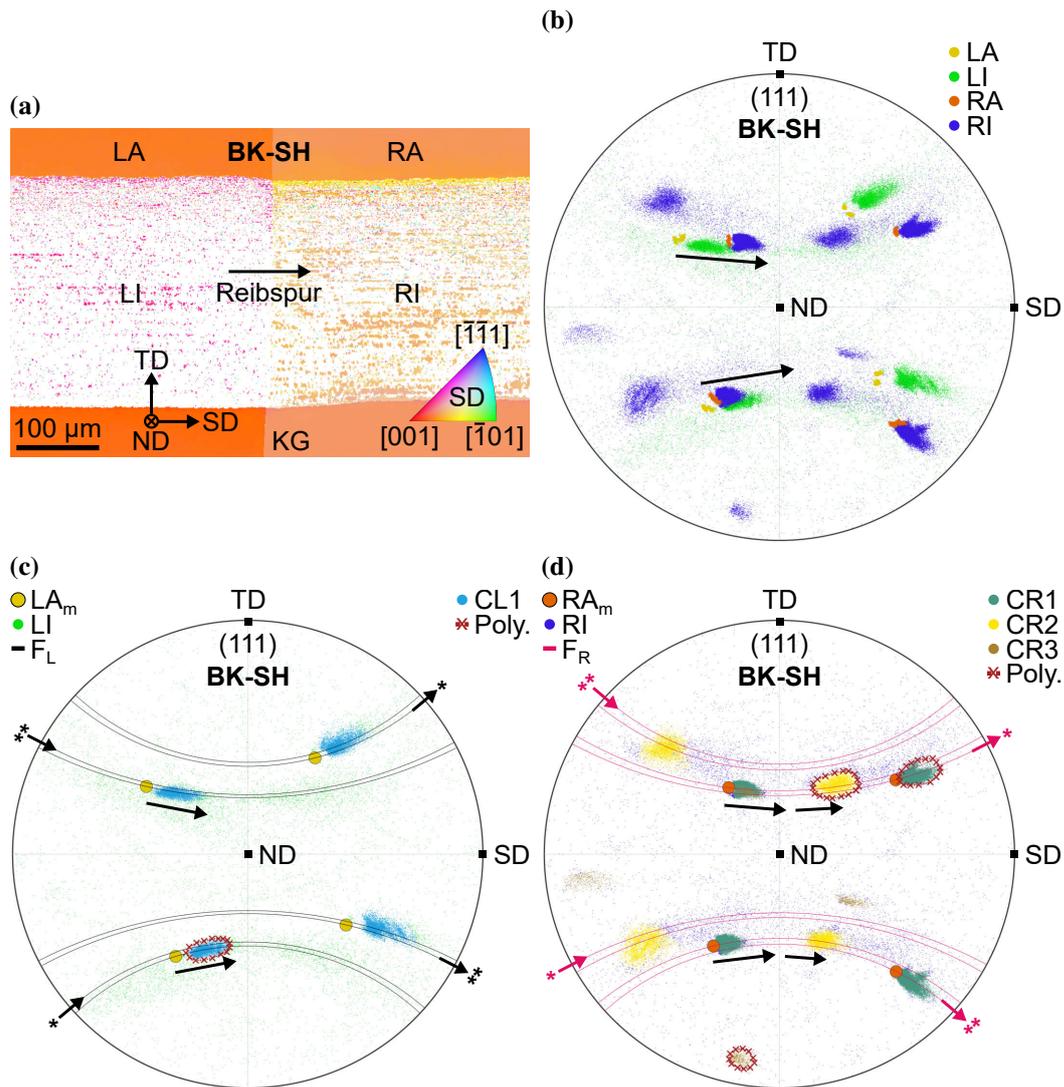
Szenario	Ori.	(Generalisierter) Schmidfaktor (Absolutwerte)											
		GE1: (111)			GE2: ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ )			GE3: ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ )			GE4: ( $\bar{1}\bar{1}1$ )		
Gleitebene (GE)	Gleitsystem (GS)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Richtung</b> $F_{res}$	$(111)[0\bar{1}1]$	0,14	0,28	0,14	0,30	0,20	0,09	0,08	0,01	0,07	<b>0,43</b>	0,08	0,35
	$(111)[\bar{1}2\bar{1}]$	0,00	0,24	0,24	<b>0,39</b>	0,28	0,11	0,04	0,00	0,04	<b>0,39</b>	0,11	0,28
	$(110)[\bar{1}10]$	<b>0,49</b>	0,26	0,22	0,22	0,15	0,08	0,22	0,15	0,08	0,26	0,22	<b>0,49</b>
	$(110)[001]$	<b>0,42</b>	<b>0,42</b>	0,00	0,16	0,05	0,11	0,16	0,11	0,05	0,26	0,00	0,26
<b>Hamilton</b> $\sigma_{H,\sigma_{vm,max}}$	$(111)[0\bar{1}1]$	0,15	0,31	0,15	0,29	0,19	0,10	0,05	0,01	0,03	<b>0,45</b>	0,09	0,36
	$(111)[\bar{1}2\bar{1}]$	0,00	0,27	0,27	<b>0,40</b>	0,27	0,13	0,01	0,00	0,01	<b>0,40</b>	0,13	0,27
	$(110)[\bar{1}10]$	<b>0,48</b>	0,23	0,25	0,25	0,16	0,09	0,25	0,16	0,09	0,23	0,25	<b>0,48</b>
	$(110)[001]$	<b>0,41</b>	<b>0,41</b>	0,00	0,18	0,05	0,13	0,18	0,13	0,05	0,23	0,00	0,23
<b>Hamilton</b> $\sigma_{H,\tau_{ex,max}}$	$(111)[0\bar{1}1]$	0,19	0,37	0,19	0,12	0,24	0,12	0,37	0,06	<b>0,43</b>	0,07	0,07	0,00
	$(111)[\bar{1}2\bar{1}]$	0,00	0,32	0,32	0,00	0,11	0,11	<b>0,43</b>	0,00	<b>0,43</b>	0,00	0,11	0,11
	$(110)[\bar{1}10]$	0,12	<b>0,42</b>	0,30	0,30	0,16	0,15	0,30	0,16	0,15	<b>0,42</b>	0,30	0,12
	$(110)[001]$	0,17	0,17	0,00	0,21	0,10	0,11	0,21	0,11	0,10	<b>0,38</b>	0,00	<b>0,38</b>
<b>Hamilton</b> $\sigma_{H,\tau_{ex,min}}$	$(111)[0\bar{1}1]$	0,25	<b>0,49</b>	0,25	0,21	0,04	0,16	0,25	0,05	0,20	<b>0,45</b>	0,21	0,25
	$(111)[\bar{1}2\bar{1}]$	0,00	<b>0,43</b>	<b>0,43</b>	<b>0,41</b>	0,14	0,27	0,29	0,00	0,29	<b>0,41</b>	0,27	0,14
	$(110)[\bar{1}10]$	<b>0,39</b>	0,01	<b>0,40</b>	<b>0,40</b>	0,33	0,07	<b>0,40</b>	0,33	0,07	0,01	<b>0,40</b>	<b>0,39</b>
	$(110)[001]$	0,20	0,20	0,00	<b>0,29</b>	0,02	<b>0,27</b>	<b>0,29</b>	<b>0,27</b>	0,02	0,08	0,08	0,08
<b>Hamilton</b> $\sigma_{H,O}$	$(111)[0\bar{1}1]$	0,05	0,10	0,05	0,30	0,16	<b>0,45</b>	0,14	0,07	0,21	0,34	0,39	0,05
	$(111)[\bar{1}2\bar{1}]$	0,00	0,08	0,08	0,17	0,23	<b>0,40</b>	0,11	<b>0,42</b>	0,32	0,17	0,02	0,19
	$(110)[\bar{1}10]$	0,01	0,19	0,18	0,08	0,07	0,01	0,08	<b>0,33</b>	0,25	0,07	<b>0,34</b>	0,27
	$(110)[001]$	0,10	0,16	0,26	0,06	0,00	0,06	0,06	<b>0,32</b>	0,26	0,04	0,26	0,22
<b>Hamilton</b> $\sigma_{H,U}$	$(111)[0\bar{1}1]$	0,05	0,10	0,05	0,13	0,26	<b>0,39</b>	0,14	<b>0,36</b>	0,21	0,08	0,03	0,05
	$(111)[\bar{1}2\bar{1}]$	0,00	0,08	0,08	0,17	0,19	0,02	0,32	<b>0,42</b>	0,11	0,17	<b>0,40</b>	0,23
	$(110)[\bar{1}10]$	0,27	0,07	<b>0,34</b>	0,08	<b>0,33</b>	0,25	0,08	0,07	0,01	0,19	0,18	0,01
	$(110)[001]$	0,16	0,10	0,26	0,06	0,26	<b>0,32</b>	0,06	0,06	0,00	0,22	0,26	0,04

## A.7 Kristallrotation im Frühstadium

### Kristallrotation im Bereich der Korngrenze: EBSD



**Abbildung A.14:** Inverse Polfiguren für Bikristall-Versuche BK-N (oben) und BK-NI (unten) bezüglich ND. Diese zeigen die gleichen Daten wie die Polfiguren in Abb. 4.10 (links: linkes Korn, rechts: rechtes Korn). Es sind alle Datenpunkte in den Regionen LA / RA (gelb / orange) und LI / RI (grün / blau) dargestellt, also außerhalb und innerhalb der Reibspur im linken und rechten Korn. Darüber wurden die Datenpunkte in den Clustern CL1–CL2 (linkes Korn) und CR1–CR3 (rechtes Korn) eingezeichnet. Die Pfeile visualisieren Kristallrotationen. Adaptiert von [152].



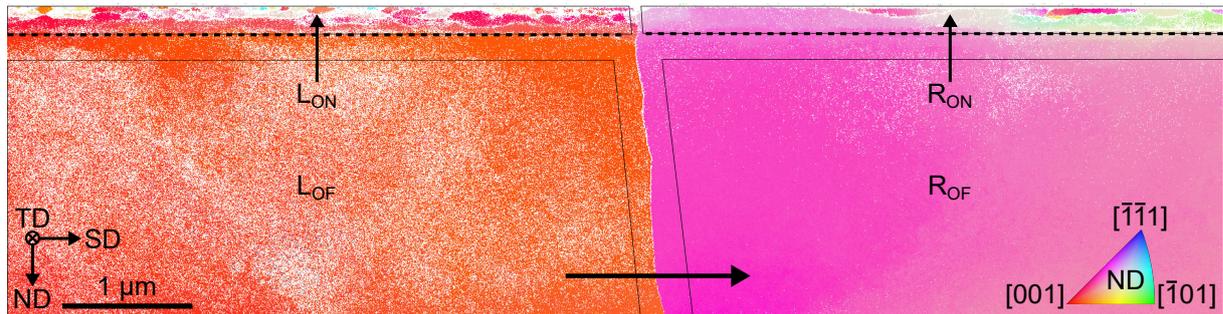
**Abbildung A.15:** EBSD-Messung der Reibspur (links oben) und (111)-Polfigur dieser EBSD-Daten (rechts oben) für Versuch BK-SH, analog zu Abb. 4.9, vgl. Legende dort. Unten: Zugehörige Polfigur mit Clustern im linken und rechten Korn (links / rechts), Darstellung und Legende analog zu Abb. 4.10. Adaptiert von [152].

**Tabelle A.5:** Datenqualität und Quantifizierung der EBSD-Daten zu Versuch BK-SH (sehr hohe Laststufe, SH), analog zu Tab. 4.1 (vgl. dortige Beschreibung der Größen). Adaptiert von [152].

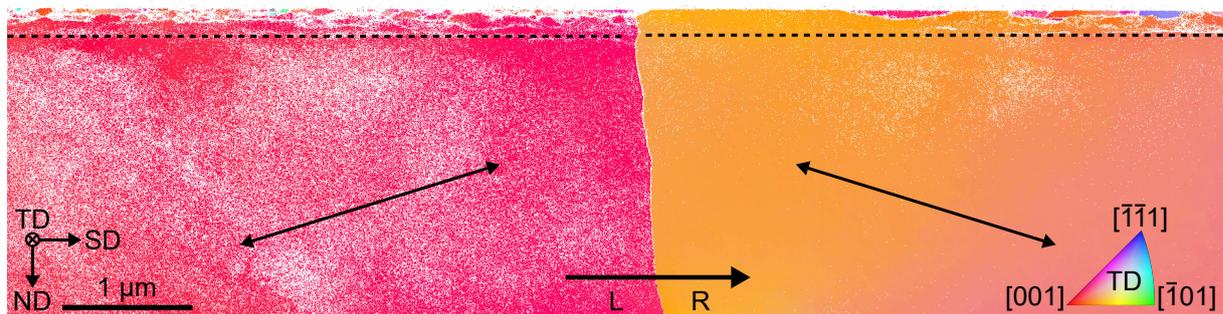
Versuch	Elternregion		Cluster			Bandkontrast	
	Name	$ER_{ind}$ [%]	Name	$C_{ind}$ [%]	$C_{ind,t}$ [%]	MW [-]	SA [-]
BK-SH	LI	9	CL1	71	6	121	25
	RI	30	CR1	78	24	135	28
			CR2	12	4	129	25
			CR3	2	0	120	23

### Kristallrotation im Bereich der Korngrenze: TKD

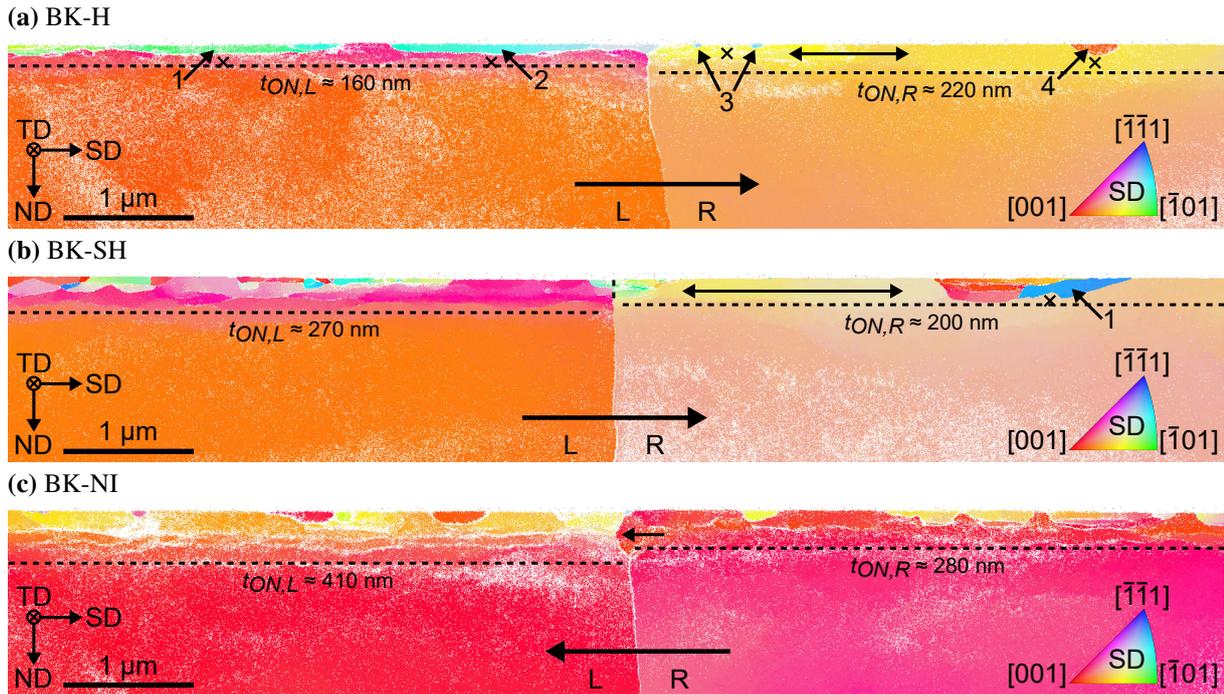
(a) BK-N



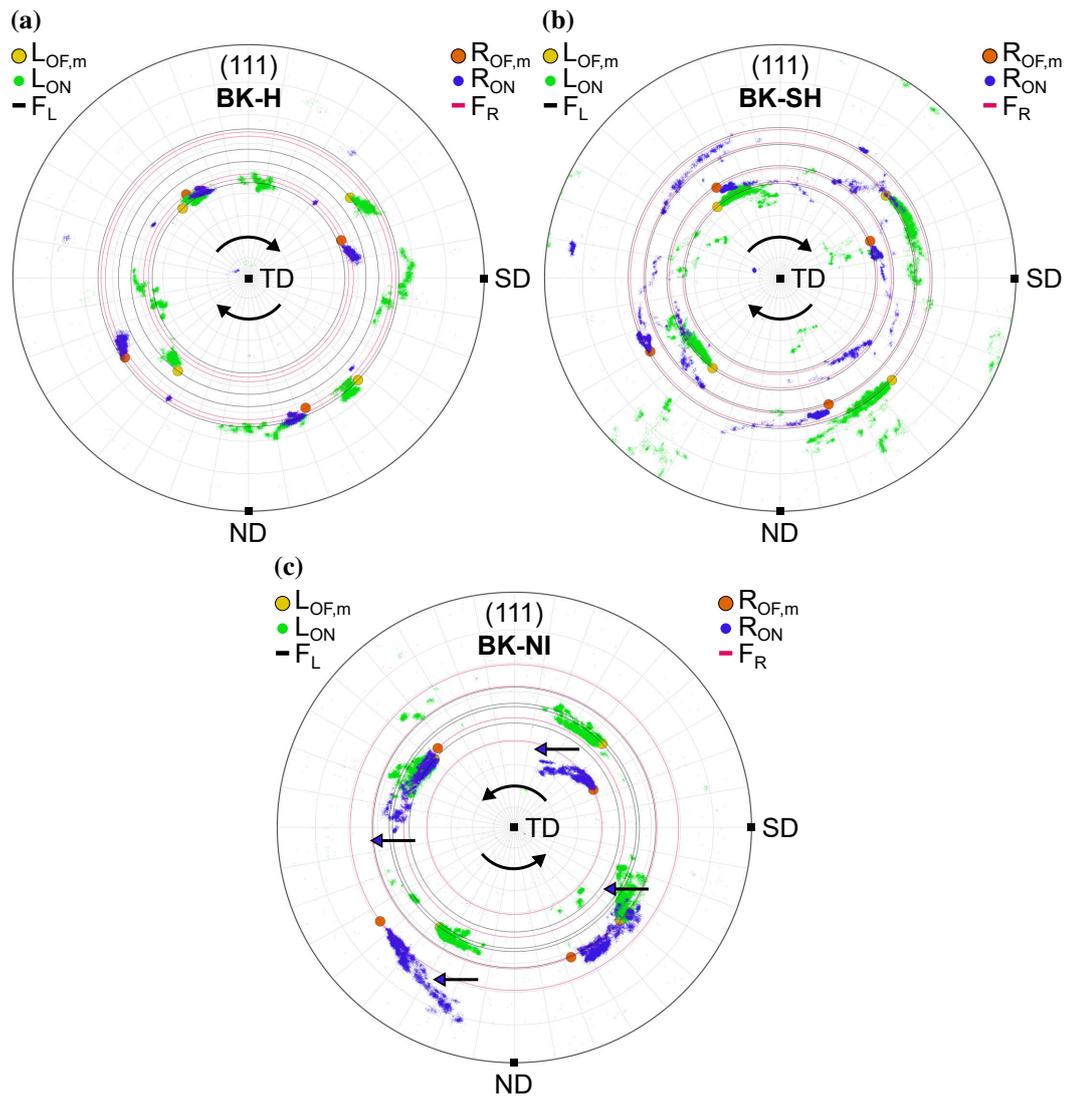
(b) BK-N



**Abbildung A.16:** Vollständiger TKD-Messbereich für Versuch BK-N (vgl. Abb. 4.15a) mit a: ND- (oben) und TD-Farbcodierung (unten). Die obere Grafik zeigt die (auf die übrigen analogen TKD-Messungen übertragbare) Systematik der Bereichseinteilung anhand von Polygonen: Die oberflächennahen Bereiche  $L_{ON}$  und  $R_{ON}$  sind nach unten durch die gestrichelten Linien pro Korn begrenzt und enden kurz vor der Korngrenze bzw. dem vermuteten (und in der jeweiligen Messung markierten) Verlauf der (unverformten) Korngrenze (Abstände grob in einem Bereich ca. 5 – 25 nm). Die oberflächenfernen Bereiche  $L_{OF}$  und  $R_{OF}$  beginnen stets 400 nm unterhalb  $L_{ON}$  /  $R_{ON}$  und enden ca. 400 nm links / rechts der Korngrenze (gemessen an den Ecken der Bereiche). Die Pfeile in b markieren den durch für Lamellen am Bikristall charakteristischen, halbkreisförmigen Orientierungsgradient, der vor allem bezüglich TD und im rechten Korn deutlich sichtbar ist.

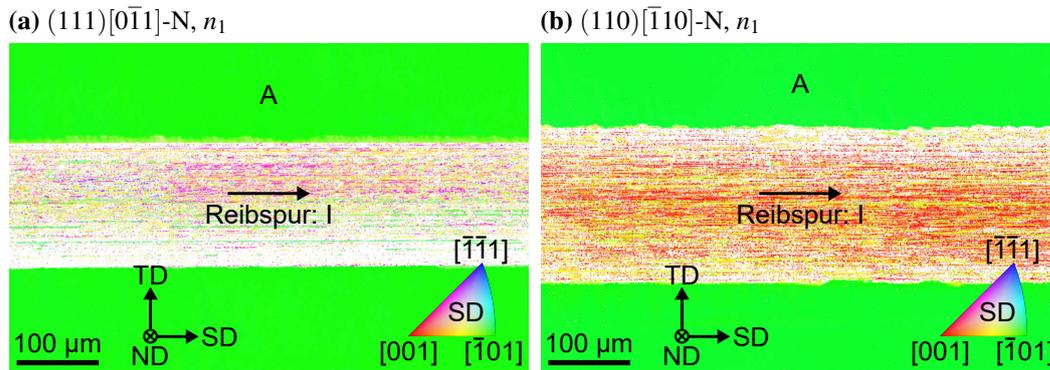


**Abbildung A.17:** Zu Abb. 4.15 vergleichbare Darstellung der TKD-Messungen (SD-Farbcodierung) an Bikristall-Versuchen mit abweichender Laststufe bzw. invertierter Gleitrichtung (alle mit  $n = 1$ ): BK-H, BK-SH und BK-NI (von oben nach unten). **a:** Die langgestreckten Subkörner 1 und 2 (nummerierte Pfeile) im linken Korn (L) besitzen bezüglich ihrer Referenzorientierungen (Kreuze) mit (mittleren) Missorientierungswinkeln von ca.  $44,2^\circ$  und  $33,5^\circ$  keine  $M_Z$ -Missorientierung, ebenso Subkorn 4 im rechten Korn (R,  $31,4^\circ$ ). Die beiden Subkörner bei Pfeil 3 im rechten Korn weichen jedoch mit Missorientierungen von  $59,2^\circ$  um  $[\bar{1}\bar{1}1]$  und  $58,0^\circ$  um  $[\bar{1}\bar{1}1]$  bezüglich ihrer Referenzorientierung (Kreuz) nur wenig von  $M_Z$  ab. Missorientierung entlang des Gradienten (Doppelpfeil, v.l.n.r):  $3,5^\circ$ , Missorientierungsachse  $7,8^\circ$  von TD. **b:** Missorientierung von Subkorn 1 zu Referenzorientierung:  $59,8^\circ$  um  $[\bar{1}2\bar{1}12]$ , also sehr nahe an  $M_Z$ . Gradient (Doppelpfeil), v.l.n.r:  $3,8^\circ$ , Missorientierungsachse  $53,4^\circ$  von TD. **c:** Die Korngrenze ist in Gleitrichtung (hier:  $-SD$ ) nasenförmig verformt (s. Pfeil). BK-SH-Messung adaptiert von [152].



**Abbildung A.18:** (111)-Polfiguren zu den TKD-Messungen der Bikristall-Versuche BK-H, BK-SH und BK-NI in Abb. A.17. Die Darstellung ist analog zu Abb. 4.16, vgl. Legende dort. Besonders hervorzuheben ist die Inversion des Drehsinns der Rotationen um TD (hier: gegen den Uhrzeigersinn) sowie des Abweichens von  $F_R$  im rechten Korn (hier in  $-SD$ ) in Versuch BK-NI (in c) gegenüber Vergleich BK-N in Abb. 4.16a. BK-SH-Polfigur adaptiert von [152].

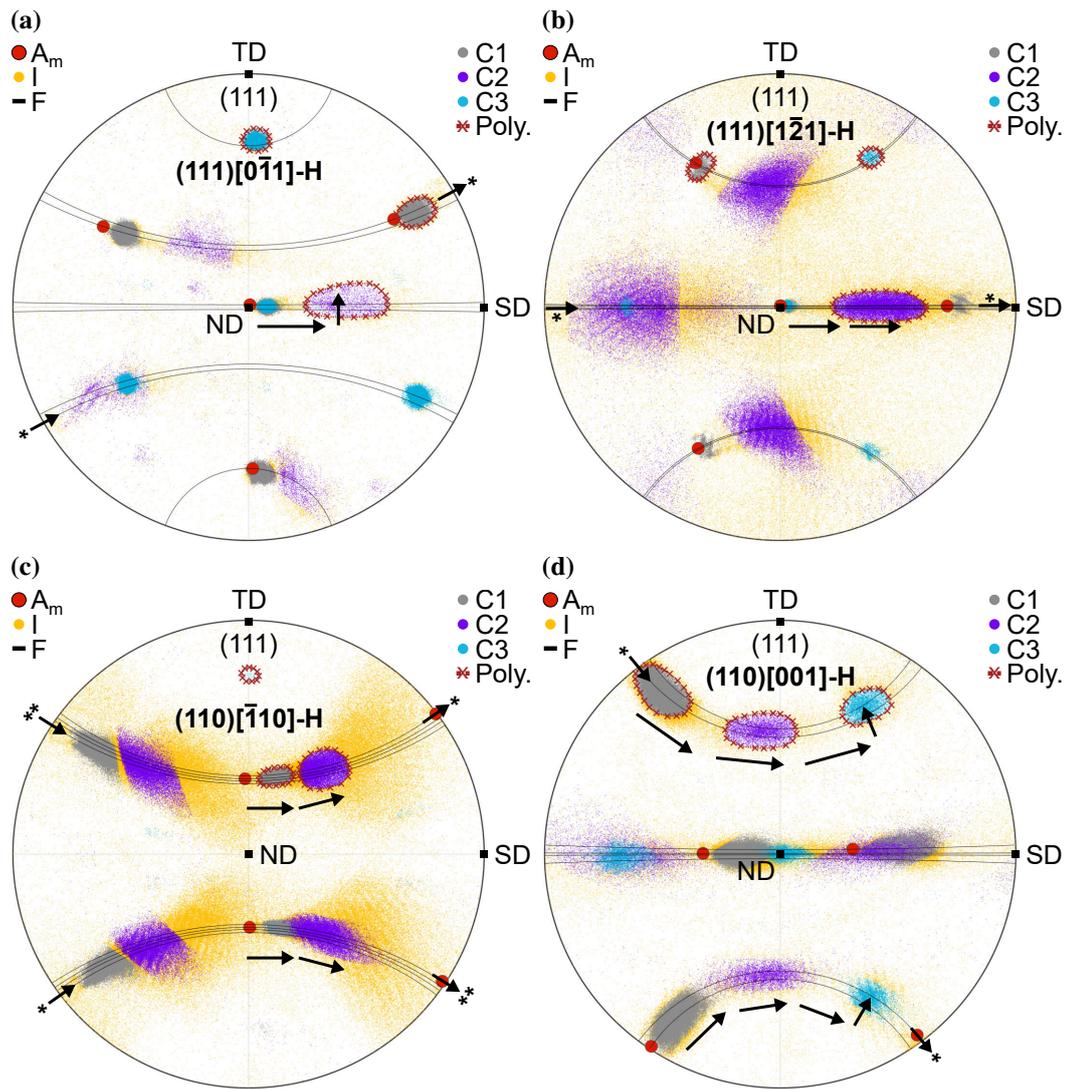
### Kristallrotation in Einkristall-Versuchen: EBSD



**Abbildung A.19:** Exemplarische EBSD-Messungen (eingefärbt bezüglich SD), wie sie den Polfiguren zu den Einkristall-Versuchen in Abb. 4.11, A.20 zu Grunde liegen, hier am Beispiel der Versuche  $(111)[0\bar{1}1]$ -N (links) und  $(110)[\bar{1}10]$ -N (rechts), zu den Polfiguren in Abb. 4.11a+c. In beiden Messungen lassen sich leicht die beiden Regionen außerhalb und innerhalb der Reibspur ausmachen (A und I).

**Tabelle A.6:** Quantifizierung und Datenqualität der EBSD-Daten zu Einkristall-Versuchen mit Laststufe hoher Laststufe (H). Tabelle analog zu Tab. 4.2, vgl. Beschreibung dort.

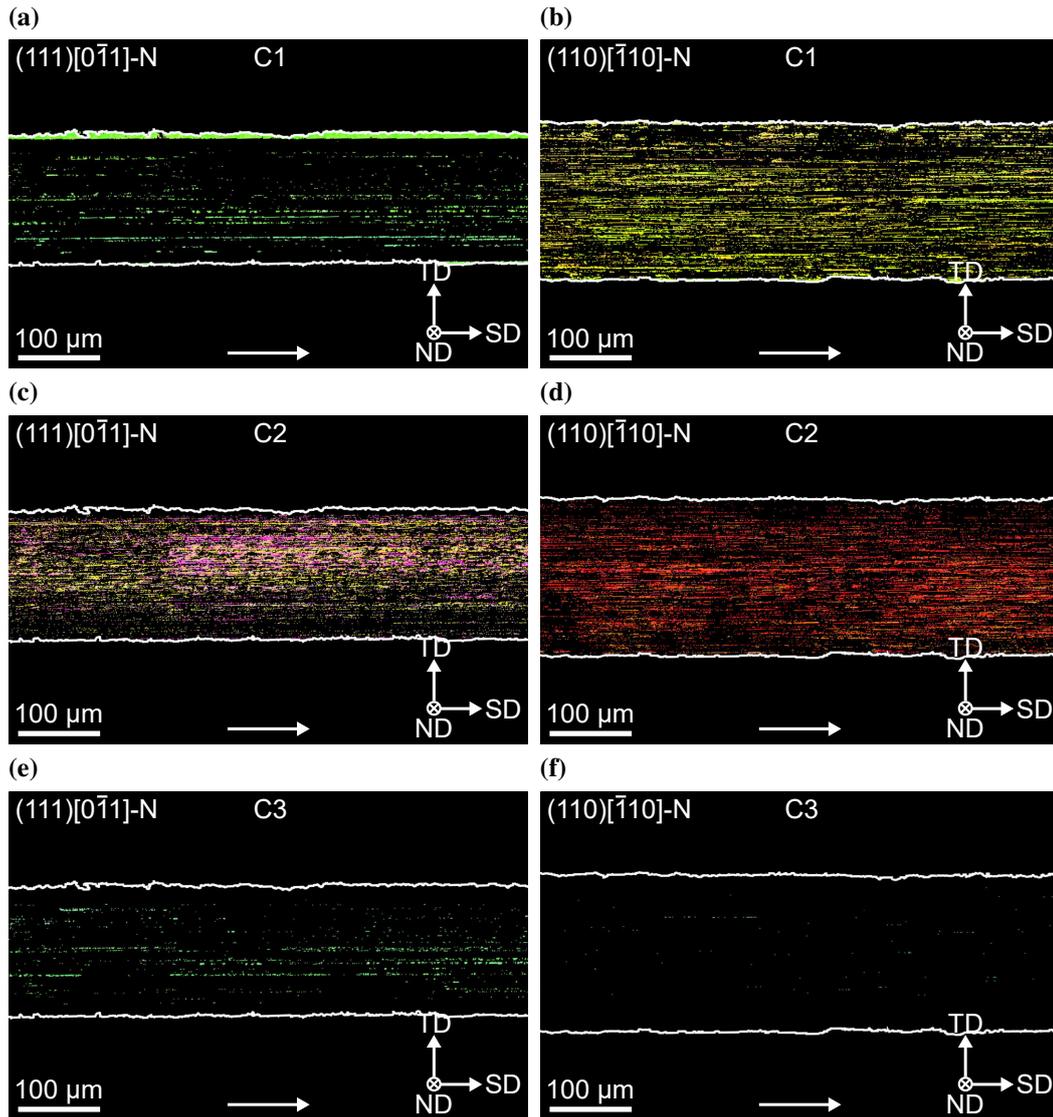
Versuch	Region I $ER_{ind}$ [%]	Cluster		Bandkontrast		Missorientierung zu $C3_m$	
		Bez.	$C_{ind}$ [%]	MW [-]	SA [-]	von $A_m$	von $C1_m$
$(111)[0\bar{1}1]$ -H	37	C1	71	156	31		
		C2	2	118	22		
		C3	21	145	26	$60,2^\circ$ um $[\bar{9} \bar{7} 10]$	$60,0^\circ$ um $[\bar{1} \bar{1} 1]$
$(111)[1\bar{2}1]$ -H	19	C1	5	151	32		
		C2	42	125	20		
		C3	2	141	30	$60,0^\circ$ um $[\bar{6} \bar{6} 7]$	$59,4^\circ$ um $[\bar{1} \bar{1} 1]$
$(110)[\bar{1}10]$ -H	35	C1	29	136	29		
		C2	20	138	24		
		C3	<1	131	27	$54,3^\circ$ um $[\bar{5} \bar{7} 9]$	$56,5^\circ$ um $[\bar{10} \bar{1} \bar{1} 12]$
$(110)[001]$ -H	25	C1	61	127	19		
		C2	8	123	123		
		C3	7	123	123	$31,5^\circ$ um $[\bar{1} \bar{1} \bar{1} 12]$	$49,3^\circ$ um $[\bar{1} \bar{1} 0 12]$



**Abbildung A.20:** (111)-Polfiguren zu den Einkristall-Versuchen mit hoher Laststufe (H). Darstellung analog zu Abb. 4.11, vgl. Legende dort.

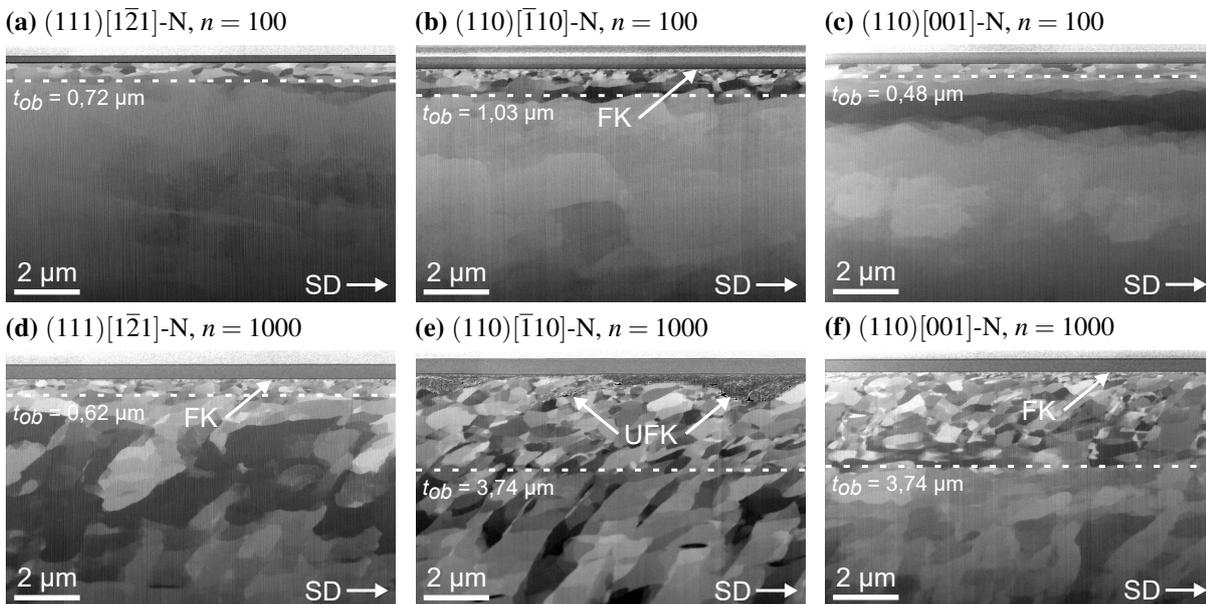
**Tabelle A.7:** Flächen- bzw. Belegungsdichte der Cluster C1 und C2 ((110)[001]: auch C3) zu den EBSD-Messungen sämtlicher Einkristall-Versuche (bei  $n = 1$ ), vgl. Abb. 4.11, A.20. Anzahl Pixel ist die Gesamtzahl indizierter Pixel je Cluster (wobei Cluster per Definitionem nur indizierte Pixel enthalten). Die Flächendichte entspricht der Anzahl Pixel eines Clusters dividiert durch den prozentualen Anteil der Fläche der Einheitskugel, die durch das diesen Cluster begrenzende Polynom eingeschlossen wird. Die Flächendichte ist also ein Maß für die Dichte von Datenpunkten innerhalb der Clusterfläche. Die letzte Spalte gibt den Quotient aus der jeweiligen Flächendichte und der Flächendichte des zugehörigen C1-Clusters dieses Versuchs an. Siehe auch [152].

Versuch	Cluster	Anzahl Pixel [-]	Flächendichte [-]	Verhältnis $\frac{\text{Flächendichte}}{\text{Flächendichte C1}}$ [-]
(111)[ $0\bar{1}1$ ]-N	C1	10963	72019	1,00
	C2	32060	30641	0,43
(111)[ $0\bar{1}1$ ]-H	C1	70418	400298	1,00
	C2	2369	2545	0,01
(111)[ $1\bar{2}1$ ]-N	C1	1615	16455	1,00
	C2	19295	20665	1,26
(111)[ $1\bar{2}1$ ]-H	C1	2517	20660	1,00
	C2	21585	22369	1,08
(110)[ $\bar{1}10$ ]-N	C1	31614	113573	1,00
	C2	27245	47145	0,42
(110)[ $\bar{1}10$ ]-H	C1	31149	135307	1,00
	C2	20810	35293	0,26
(110)[001]-N	C1	32127	100785	1,00
	C2	6417	8485	0,08
	C3	4654	12317	0,12
(110)[001]-H	C1	44003	117087	1,00
	C2	5886	8525	0,07
	C3	5219	16630	0,14

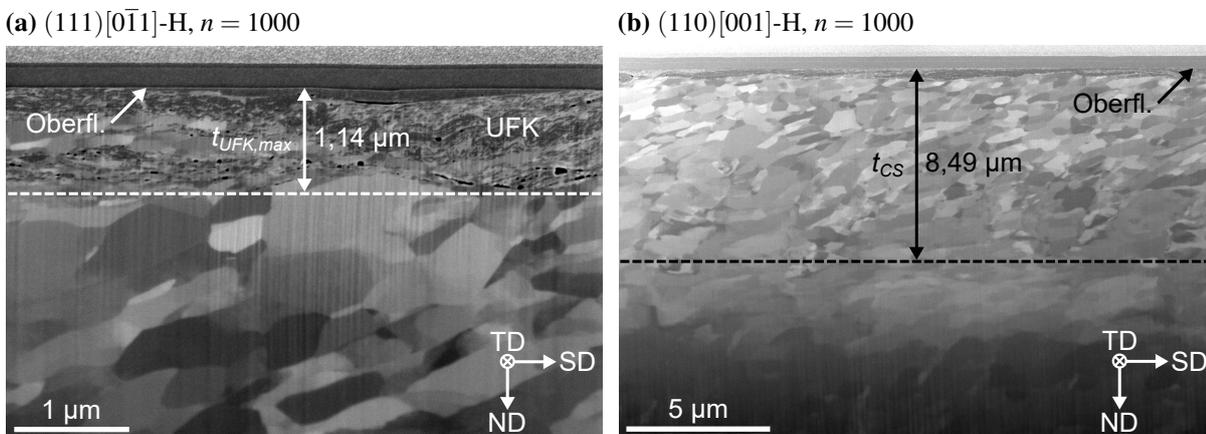


**Abbildung A.21:** Räumliche Verteilung der Kristallorientierungen (Einfärbung bezüglich SD, vgl. Farbcodierung in Abb. 5.1) je Cluster (C1–C3, von oben nach unten) der Einkristall-Versuche (bei  $n = 1$ ), hier am Beispiel der Versuche  $(111)[0\bar{1}1]-N$  (links) und  $(110)[\bar{1}10]-N$  (rechts), vgl. Abb. 4.11a+c (Polfiguren) und Abb. A.19 (EBSD-Messungen). Darstellung analog zu Abb. 5.1, vgl. Legende dort. Gleitrichtung von links nach rechts (vgl. Pfeile).

## A.8 Langfristige Mikrostrukturentwicklung



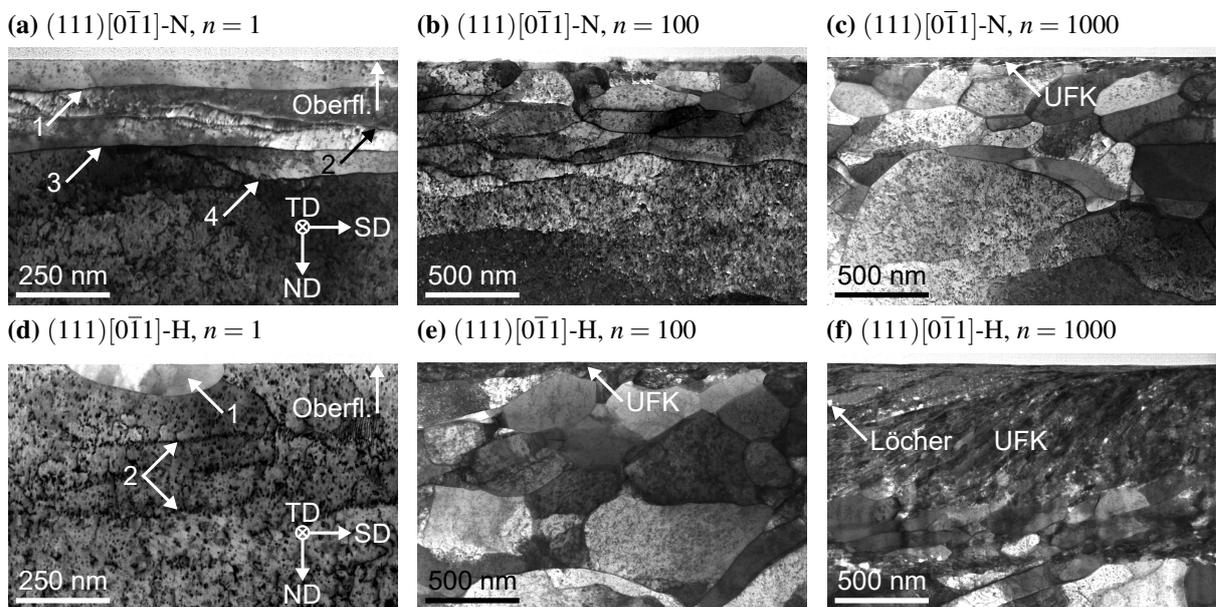
**Abbildung A.22:** Querschnittsaufnahmen für Einkristall-Versuche mit hoher Laststufe (H) nach 100 (oben) und 1000 (unten) Übergleitungen, ähnlich Abb. 4.12, 4.14 (vgl. Legende dort): (111)[ $\bar{1}21$ ]-N (links), (110)[ $\bar{1}10$ ]-N (Mitte) und (110)[001]-N (rechts).



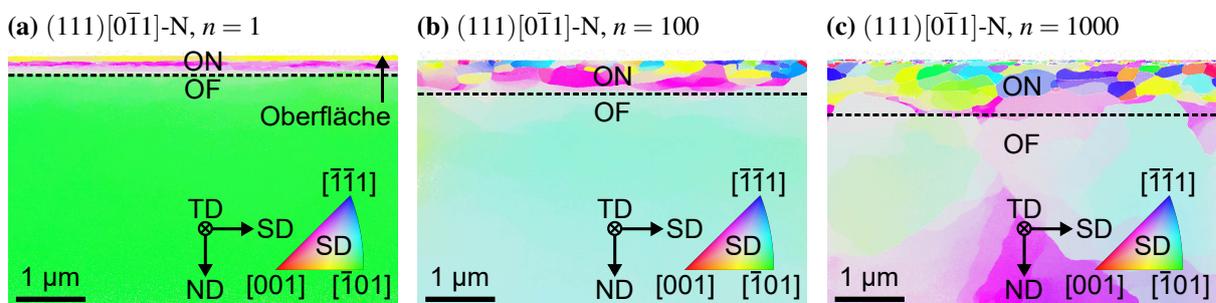
**Abbildung A.23:** Beispielbilder zur Bestimmung der maximalen UFK-Schichttiefe (inkl. möglicher Unterbrechungen)  $t_{UFK,max}$  (links, hier: (111)[ $0\bar{1}1$ ]-H,  $n = 1000$ ) und der Tiefe des Übergangs kleiner Körner nahe der Oberfläche zu größeren Körnern / wenig verformten Bereichen  $t_{CS}$  (rechts, hier: (110)[001]-H,  $n = 1000$ ).  $t_{UFK,max}$  wird pro Versuch und Übergleitungszahl (d.h. Versuchsbereich) aus je elf Bildern gemittelt,  $t_{CS}$  aus je drei Bildern. Die Bildverkipfung der dargestellten Querschnittsaufnahmen (vgl. Absch. 3.3) wird bei der Bestimmung der Werte berücksichtigt.

**Tabelle A.8:** Einfluss der Laststufe auf die Länge neugebildeter Korngrenzen  $L_{KG}$  (vgl. Abb. 4.13) je nach Übergleitungsanzahl  $n$ . Berechnung: Quotient der Werte für hohe (H) und niedrige (N) Laststufe  $\frac{H}{N}$  je  $n$  und Einkristall-Orientierung, sowie Mittelwert und Standardabweichung (SA) der Quotienten aller Einkristall-Orientierungen je  $n$ .

	Übergleitungen $n$	(111)[0 $\bar{1}$ 1]	(111)[ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ ]	(110)[ $\bar{1}$ 10]	(110)[001]
<b>Quotient <math>\frac{H}{N}</math></b>	100	4,47	4,96	0,94	3,07
	1000	4,14	2,88	0,94	1,52
<b>Mittelwert (SA)</b>	100	3,36 (1,80)			
	1000	2,73 (1,43)			



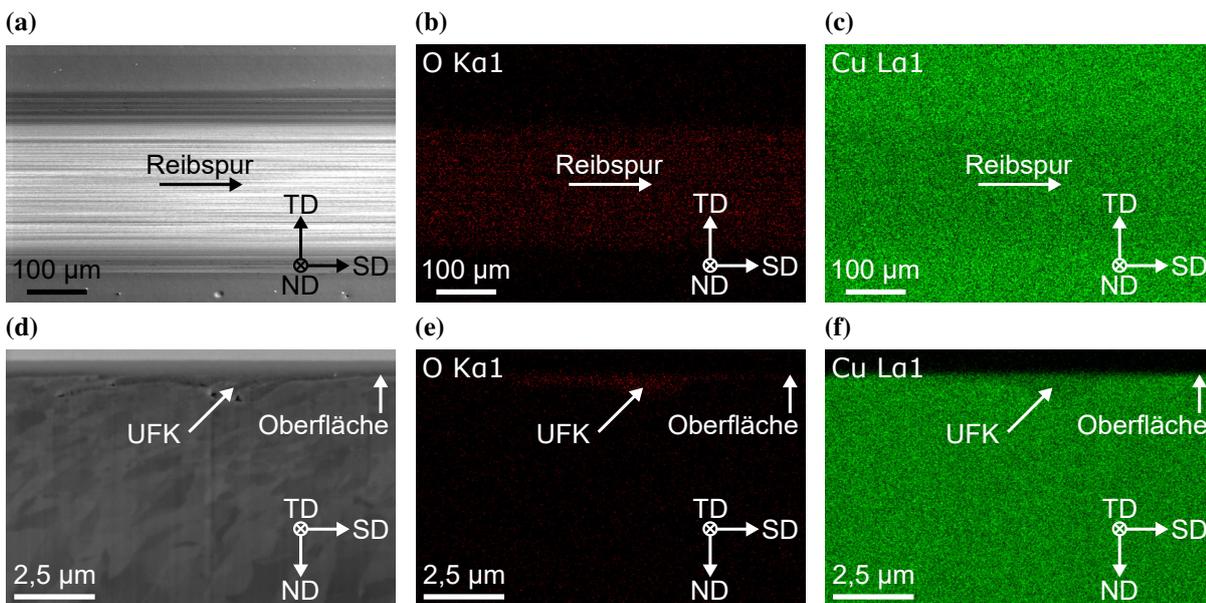
**Abbildung A.24:** Entwicklung der UFK-Schicht im STEM-Hellfeld-Kontrast in Abhängigkeit von Laststufe (oben: niedrige (N), unten: hohe (H)) und Übergleitungsanzahl ( $n = 1, 100$  und  $1000$ , v.l.n.r) für Orientierung (111)[0 $\bar{1}$ 1], d.h. Versuche (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N und (111)[0 $\bar{1}$ 1]-H. Nach einer Übergleitung sind bei (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N vier horizontale Diskontinuitäten erkennbar (Pfeile 1 – 4), bei (111)[0 $\bar{1}$ 1]-H nur ein Subkorn (1) und zwei schwach ausgeprägte, linienförmige Diskontinuitäten (2). Bei  $n = 100$  liegt nur bei (111)[0 $\bar{1}$ 1]-H eine UFK-Schicht vor (s. Markierung), bei  $n = 1000$  bei beiden Versuchen, diese ist jedoch bei hoher Laststufe viel dicker (ca.  $0,75 - 1,10 \mu\text{m}$ ) als bei niedriger (ca.  $60 \text{ nm}$ ). Bei hoher Laststufe sind darin Löcher erkennbar (Pfeil).



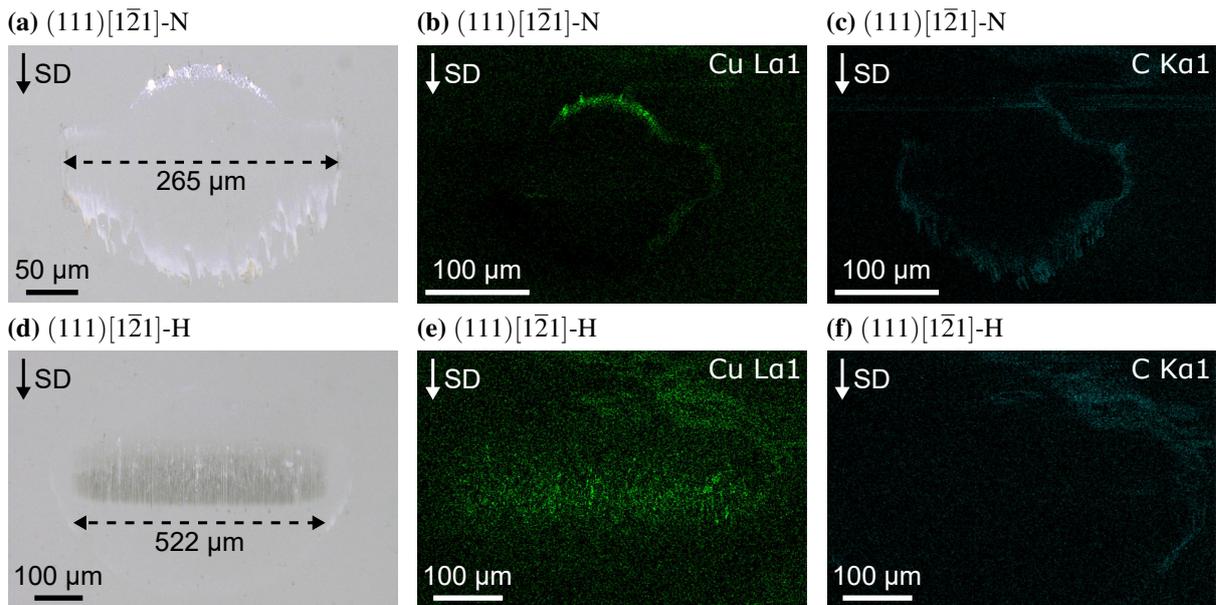
**Abbildung A.25:** TKD-Messungen (eingefärbt bezüglich SD) an Einkristall-Versuch (111)[0 $\bar{1}$ 1]-N bei  $n = 1, 100$  und  $1000$  (v.l.n.r), die den (111)-Polfiguren in Abb. 5.7 zu Grunde liegen. In jeder Messung sind oberflächennaher (ON) und oberflächenferner (OF) Bereich markiert.

## A.9 Energiedispersive Röntgenspektroskopie und Gegenkörper

Zur chemischen Analyse von Kupferproben und Saphirkugel-Gegenkörpern wurden in ausgewählten Fällen Energiedispersive Röntgenspektroskopie-Messungen (EDX, engl. *energy dispersive x-ray spectroscopy*) durchgeführt. Hierzu wurde ein Siliziumdriftdetektor Typ *X-Max 80* (Oxford Instruments, Abingdon, Vereinigtes Königreich) verwendet, der an dem in Absch. 3.3.1 beschriebenen FIB- / Elektronenmikroskop betrieben wurde.



**Abbildung A.26:** EDX-Analyse (Spannung: 10 kV, Strom: 6,4 nA) von Einkristall-Versuch  $(110)[\bar{1}10]$ -N ( $n = 1000$ ). In der oberen Zeile (Draufsicht) ist im Bild (links, Sekundärelektronenkontrast) in der Mitte der Spur ein weißer Bereich sichtbar, der mit dem Auftreten einer UFK-Schicht assoziiert ist (vgl. Absch. 4.3.3). In diesem Bereich werden Spuren von Sauerstoff (Mitte) nachgewiesen (zum Vergleich im rechten Bild: Kupfer). Der Sauerstoffanteil im gesamten Messbereich beträgt 2,5 %, d.h. im weißen Bereich der Reibspur bei konservativer Schätzung  $\leq 5\%$ . Im Fall von Versuch  $(110)[\bar{1}10]$ -H ( $n = 1000$ ) wurden in einer analogen Messung 2,2 % Sauerstoff nachgewiesen, bei Messung von  $(110)[001]$ -N ( $n = 1000$ , keine UFK-Schicht, vgl. Abb. A.22f) wurde kein Sauerstoff detektiert. Das Auftreten von Sauerstoff in der Reibspur ist also mit dem Auftreten von UFK-Schichten assoziiert. Dies bestätigt die EDX-Messung in der unteren Zeile des Bildes an einem FIB-Querschnitt von Versuch  $(110)[\bar{1}10]$ -N ( $n = 1000$ ): Sauerstoff (Mitte) wird nur im Bereich der UFK-Schicht (vgl. Querschnittsaufnahme links) nachgewiesen (zum Vergleich im rechten Bild: Kupfer).



**Abbildung A.27:** Links: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Saphirkugeln aus den Versuchen  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -N (oben) und  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H (unten). Die Gleitrichtung SD bezieht sich jeweils auf die Bewegungsrichtung der Kupferprobe aus Sicht der Saphirkugel. Mitte / rechts: EDX-Messungen (Spannung: 10 kV, Strom: 11 nA) der jeweiligen Saphirkugeln, wobei die räumliche Verteilung von Kupfer (grün, Mitte) und Kohlenstoff (cyan, rechts) dargestellt ist. In Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -N sind lichtmikroskopisch kaum Abrasivspuren auf der Saphirkugel sichtbar, das ringförmige Gebiet enthält nach der EDX-Messung Spuren von Kohlenstoff (möglicherweise vom Reinigen der Saphirkugeln mit Isopropanol, vgl. Absch. 3.2.2) und Kupfer, die sich v.a. an der aus Sicht der Kupferprobe führenden Seite der Saphirkugel befinden. In Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H sind lichtmikroskopisch deutliche Abrasivspuren im Kontaktbereich der Kugel sichtbar. Außerdem werden in diesem Bereich Spuren von Kupfer detektiert, was auf milden Kupferübertrag hindeutet. Der auf den Saphirkugeln sichtbare Kontaktbereich ist in Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -H ungefähr doppelt so breit wie in Versuch  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ -N (siehe Pfeile).