

Miniaturisierung der
shear compression specimen (SCS)
und ihre Anwendung auf nanokristalline
Metalle und Legierungen

Dissertation
zur Erlangung des Grades
des Doktors der Naturwissenschaften
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät II
- Physik und Mechatronik -
der Universität des Saarlandes

von

Markus Ames

Saarbrücken

2013

Tag des Kolloquiums: 11.12.2014

Dekan: Univ.-Prof. Dr. Georg Frey

Mitglieder des
Prüfungsausschusses: Univ.-Prof. Dr. Rainer Birringer
Univ.-Prof. Dr. Horst Vehoff
Univ.-Prof. Dr. Rolf Pelster
Dr. Herbert Wolf

Zusammenfassung / Abstract

Miniaturisierung der *shear compression specimen* (SCS) und ihre Anwendung auf nanokristalline Metalle und Legierungen

Während bei grobkristallinen Metallen vor allem die Bewegung von Gitterversetzungen als grundlegender, plastischer Deformationsmechanismus zur Verfügung steht, sind die entsprechenden Prozesse bei nanokristallinen (nk) Metallen weitgehend ungeklärt. Jedoch birgt der Einsatz einer affin verkleinerten Variante der *shear compression specimen* (m-SCS), eine Probengeometrie, welche aufgrund ihrer Form mit Scher-Kompression auf uniaxialen Druck reagiert, neue Möglichkeiten. Im Rahmen einer Validierung bestätigte der Vergleich der SCS mit dem herkömmlichen Zugversuch die Zuverlässigkeit der neuen Probengeometrie. Zur Anwendung der m-SCS auf das nk Modellsystem Pd₉₀Au₁₀ wurden Tabletten mit einer Korngröße von 10 nm mittels Edalgaskondensation gefertigt und per Funkenerosion in die richtige Form gebracht. Verformungen bei Raumtemperatur mit Dehnraten von $3 \cdot 10^{-4}$ bis $3 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ führten zu Dehnungen über 20 % bei Fließspannungen zwischen 1 und 1,4 GPa. Daraus ergaben sich eine Dehnratensensitivität von 0,034 und ein Aktivierungsvolumen von $4,5 b^3$. Bei Verformungen in flüssigem Stickstoff zeigten alle Proben sprödes Versagen bei Spannungen um 1,8 GPa. Diese Fakten sprechen einerseits für einen vorherrschenden Deformationsmechanismus, der thermisch leicht aktivierbar ist, also gegen eine Bewegung von Gitterversetzungen, und andererseits gegen die Dominanz von Korngrenz-Diffusionsprozessen. Eine weitere Einschränkung der Mechanismen ergibt sich aus dieser Studie jedoch nicht.

Miniaturisation of the shear compression specimen (SCS) and its application to nanocrystalline metals and alloys

While the primary mechanism of plastic deformation in coarse grained metals is mainly given by intragranular slip of lattice dislocations, the corresponding processes in nanocrystalline (nc) metals are not fully understood yet. However, the application of an affinely scaled down version of the shear compression specimen (m-SCS), which shows a dominant shear with a superimposed compression, leads to promising new possibilities. The reliability of the SCS was proven in a validation procedure by comparing the SCS with a conventional tensile testing geometry. The utilisation of the m-SCS to the nc model system Pd₉₀Au₁₀ was carried out by preparing disc-shaped samples with a grain size of 10 nm using inert gas condensation followed by spark erosion to achieve the appropriate shape. Mechanical testing at room temperature with strain-rates from $3 \cdot 10^{-4}$ to $3 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ revealed strains over 20 % with yield strengths between 1 and 1,4 GPa leading to a strain-rate-sensitivity of 0,034 and an activation volume of $4,5 b^3$. Moreover, mechanical testing in liquid nitrogen showed brittle fracture of all samples at stresses of about 1,8 GPa. These facts clearly suggest a primary deformation mechanism with a low activation energy excluding intragranular slip of lattice dislocations but also negate grain-boundary originated diffusion processes. Nevertheless, a further constriction of the mechanisms is not possible with these results.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen - Finite-Elemente-Methode zur Simulation mechanischer Verformungen	6
2.1	Notation und wichtige mathematische Grundlagen	6
2.2	Grundlagen der Methode der Finiten Elemente (FEM)	8
2.2.1	Formulierung der zugrundeliegenden Differentialgleichungen in Matrixform	8
2.2.2	Lösungsverfahren nach Galerkin	12
2.2.3	Plastischer Fall - Nicht-lineare Finite-Elemente-Methode	13
2.3	Implementierung eines benutzerdefinierten, konstitutiven Materialverhaltens	14
2.3.1	UMAT - Grundlegende Funktionsweise	14
2.3.2	Elasto-plastisches Materialverhalten	15
2.3.3	Zeitintegration	18
2.3.4	Algorithmisch konsistente Linearisierung	20
2.3.5	Zusammenfassung: Der entwickelte Algorithmus	21
3	Die <i>shear compression specimen</i> (SCS) - Miniaturisierung und Validierung	23
3.1	Eigenschaften der SCS	23
3.1.1	Bestimmung der Spannungs-Dehnungs-Daten mit Hilfe von FEM-Simulationen	24
3.1.2	Miniaturisierung der SCS-Geometrie	28
3.1.3	Verformungen bei Raumtemperatur	29
3.2	Validierung der miniaturisierten <i>shear compression specimen</i> (m-SCS)	30
3.2.1	Grundlegendes Verständnis	30
3.2.2	Wahl des Referenzmaterials: rostfreier Edelstahl	34
3.2.3	Vergleichbarkeit der Daten bzw. Validierung der m-SCS	35
4	Verformung der edelgaskondensierten, nanokristallinen Mischkristalllegierung Pd₉₀Au₁₀ mittels m-SCS	39
4.1	Edelgaskondensation	39
4.2	Ergebnisse der Probencharakterisierung vor der Verformung	41
4.2.1	Einfluss der Funkenerosion auf die Mikrostruktur der m-SCS aus nanokristallinem Pd ₉₀ Au ₁₀	41
4.2.2	<i>Focused Ion Beam</i> (FIB)	47
4.3	Verformung von nanokristallinem Pd ₉₀ Au ₁₀ mittels m-SCS bei Raumtemperatur	48
4.3.1	Dehnratensensitivität m und Aktivierungsvolumen Ω	51
4.3.2	Bestimmung der Fließspannung	52
4.4	Verformung von nanokristallinem Pd ₉₀ Au ₁₀ mittels m-SCS in flüssigem Stickstoff	57
4.4.1	Anpassung des Messaufbaus für Tieftemperaturverformungen	57
4.5	Interpretation der Versuchsergebnisse: Verformungsmechanismen	59
5	Zusammenfassung und Ausblick	61

A Rechnerische Ergänzungen	65
B UMAT-Programmcodes	68
C Probencharakterisierung	74
C.1 Weitwinkelröntgendiffraktometrie (XRD)	74
C.2 Rasterelektronenmikroskopie (REM)	78
C.2.1 Vermessung von Probenstrukturen	78
C.2.2 Energie-dispersive Röntgenanalyse (EDX) zur exakten Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der Proben	79
C.2.3 Bestimmung der Mikrostruktur mittels Rückstreuenelektronenbeugung (<i>electron backscatter diffraction</i> , EBSD)	79
C.3 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	80
C.4 Dichtemessung nach dem Archimedischen Prinzip	80
C.5 Bestimmung der elastischen Moduli mittels Ultraschall-Puls-Echo-Verfahren	81
Literaturverzeichnis	82

Abbildungsverzeichnis

1.1	Auszüge aus der Geschichte der Werkstoffprüfung	1
1.2	Nanokristalline Materialien: Aufbau und Volumenanteil der Korngrenzen	2
1.3	Sprödigkeit im Zugversuch bei der Verformung von nanokristallinem Palladium	4
1.4	Typische Form und Verformungsverhalten einer <i>shear compression specimen</i> (s-SCS)	5
2.1	Verdeutlichung des grundlegenden Prinzips beim Entwurf einer FEM-Simulation am Beispiel eines Doppel-T-Trägers (IPB)	8
2.2	Kräftegleichgewicht an einem beliebigen Quader-Element im Inneren eines Körpers, sowie ein tetraederförmiges „Finites“ Element (Typ: C3D10M) mit 10 Knoten	9
2.3	Schematische Darstellung des <i>return-mapping</i> -Algorithmus	15
2.4	Veranschaulichung der verschiedenen im Rahmen einer mechanischen Verformung möglichen Prozesse	17
3.1	Form, technische Zeichnung und Verformungsverhalten einer typischen SCS-Geometrie	24
3.2	Experimentelle Daten einer verformten s-SCS-Probe aus rostfreiem Edelstahl, vor und nach der Korrektur für die Maschinensteifigkeit	25
3.3	Dreidimensionales FEM-Modell der verformten s-SCS-Probe aus rostfreiem Edelstahl und schematischer Verlauf der modifizierten Voce-Beziehung nach Gleichung (3.1)	26
3.4	Verdeutlichung der Vorgehensweise bei der Bestimmung der Spannungen und Dehnungen mittels FEM-Simulation	27
3.5	Resultate der Anpassung an die Verformungsdaten der s-SCS aus rostfreiem Edelstahl und die entsprechende Spannungs-Dehnungs-Kurve	28
3.6	Funkenerosiv hergestellte m-SCS vor und nach der Verformung	29
3.7	Aufbau des Verformungsexperiments für die m-SCS bei Raumtemperatur	30
3.8	Schematische Darstellung der Pfadpositionen für die Untersuchung der Homogenität der Spannungen und Dehnungen im Stegbereich	31
3.9	Verteilung der Spannungen und Dehnungen im Stegbereich	32
3.10	Darstellung der Komponenten des Dehnungstensors während der Verformung einer m-SCS aus rostfreiem Edelstahl	33
3.11	Einfluss der Mikrostruktur auf Verformungsexperimente am Beispiel eines Zugversuchs an OFHC Cu	34
3.12	EBSD-Aufnahmen des verwendeten Edelstahls, geschnitten senkrecht und parallel zur Stabachse	35
3.13	Schematischer Aufbau der verwendeten, runden Zugprobengeometrie	36
3.14	Erläuterung zur Bestimmung der flächen-äquivalenten, effektiven Stegbreite w_{eff} bei einer funkenerosiv hergestellten m-SCS	36
3.15	Vergleich von Zug-, s-SCS- und m-SCS-Verformung an rostfreiem Edelstahl	38

4.1	Schematischer Aufbau der verwendeten Edelgaskondensationsanlage und beispielhafte Darstellung der damit gewonnenen Proben	40
4.2	REM-Aufnahmen einer mittels <i>Focused Ion Beam</i> (FIB) bearbeiteten m-SCS	41
4.3	Untersuchung des Einflusses der Funkenerosion auf die Mikrostruktur einer nanokristallinen Probe aus Pd ₉₀ Au ₁₀ mit Hilfe einer TEM-Hellfeldaufnahme	44
4.4	Korngrößenverteilungen im wie-hergestellten Probenbereich und im funkenrodierten Stegbereich einer m-SCS aus nanokristallinem Pd ₉₀ Au ₁₀	46
4.5	Schematischer Aufbau eines typischen FIB-Systems und Veranschaulichung der wichtigsten Ion-Probe-Wechselwirkungen in einem solchen Gerät	47
4.6	Experimentelle Daten der bei Raumtemperatur verformten m-SCS aus nanokristallinem Pd ₉₀ Au ₁₀	48
4.7	Spannungs-Dehnungs-Kurven der bei Raumtemperatur verformten m-SCS aus nanokristallinem Pd ₉₀ Au ₁₀	49
4.8	Veranschaulichung der Vorgehensweise bei der Bestimmung von Dehnratensensitivität m und Aktivierungsvolumen Ω bei verschiedenen plastischen Dehnungen	53
4.9	Dehnratensensitivität m und Aktivierungsvolumen Ω in Abhängigkeit von der plastischen Dehnung	54
4.10	Zusammenfassende Darstellung der Fließspannungs-Daten, sowie der zugehörigen Dehnratensensitivitäten und Aktivierungsvolumina	56
4.11	Schematischer Aufbau des Verformungsexperiments in flüssigem Stickstoff	57
4.12	Experimentelle Daten und Spannungs-Dehnungs-Kurven der in flüssigem Stickstoff mittels m-SCS verformten nanokristallinen Pd ₉₀ Au ₁₀ -Proben	58
4.13	Schematische Darstellung einer Auswahl der bekanntesten plastischen Verformungsmechanismen in nanokristallinen Materialien	59
5.1	Beispiel für die Bestimmung der lokalen Längenänderung während einer Verformung mit Hilfe der optischen Dehnungsmessung	63
C.1	Flussdiagramm der wichtigsten Arbeitsschritte von der Herstellung über die Charakterisierung bis hin zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften einer typischen nanokristallinen Probe	75
C.2	Typisches Röntgendiffraktogramm einer nanokristallinen Pd ₉₀ Au ₁₀ -Probe	76
C.3	Beispiel für die Vermessung der Steghöhe und Stegbreite einer typischen, funkenrodierten m-SCS-Probe	78
C.4	Kikuchi-Muster einer edelgaskondensierten Pd ₉₀ Au ₁₀ -Probe und eine daraus erzeugte EBSD-Aufnahme	79
C.5	Vereinfachte Darstellung des Messaufbaus zur Bestimmung der elastischen Moduli mit Hilfe des Ultraschall-Puls-Echo-Verfahrens	82

Tabellenverzeichnis

4.1	Zusammenfassung der Ergebnisse der Charakterisierung der nanokristallinen Pd ₉₀ Au ₁₀ -Proben, die im späteren Verlauf bei Raumtemperatur verformt wurden	42
4.2	Zusammenfassung der Ergebnisse der Charakterisierung der nanokristallinen Pd ₉₀ Au ₁₀ -Proben, die im späteren Verlauf in flüssigem Stickstoff verformt wurden	43
4.3	Zusammenfassung der erhaltenen Fließspannungen nach Auswertung bei einem Offset von 0,2% plastischer Dehnung	52
4.4	Zusammenfassung der berechneten Dehnungen $\varepsilon_{\text{onset}}$ und der daraus resultierenden Fließspannungen entsprechend der Auswertung nach dem b/D -Kriterium	53
4.5	Zusammenfassung der erhaltenen Fließspannungen nach einer Auswertung im Maximum der erhaltenen Aktivierungsvolumina	54
4.6	Zusammenfassung aller erhaltenen Fließspannungen σ_y , Aktivierungsvolumina Ω und Dehnratensensitivitäten m	55
C.1	Koeffizienten F_Σ für die ersten acht Netzebenenscharen eines kfz Materials	78

Kapitel 1

Einleitung

Schon seit Menschengedenken ist es Brauch Werkstoffe auf die ein oder andere Art zu prüfen, sei es um ihre Echtheit zu verifizieren, ihre Verwendbarkeit unter Beweis zu stellen oder einfach nur um ihre mechanischen Eigenschaften zu untersuchen (vgl. Abb. 1.1).

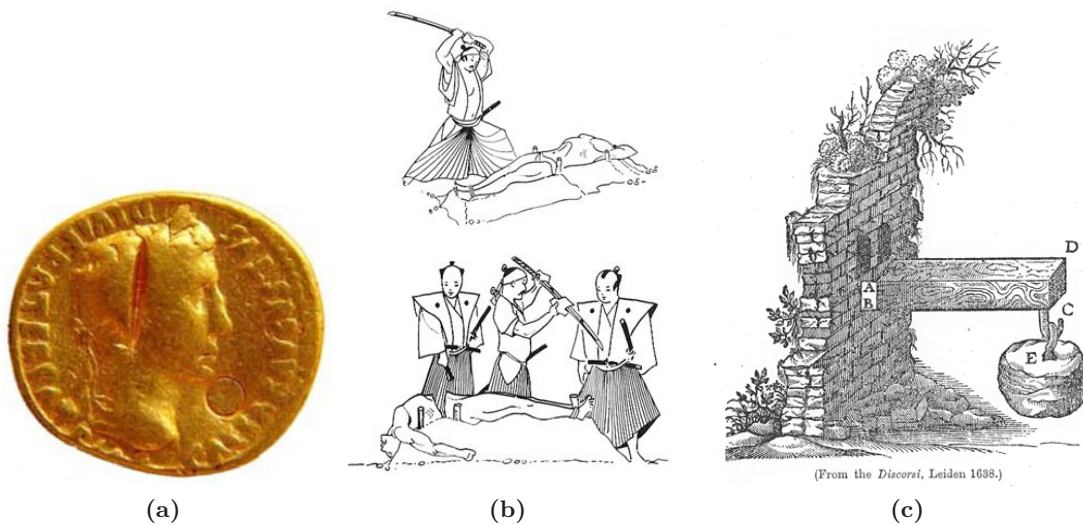


Abbildung 1.1: Auszüge aus der Geschichte der Werkstoffprüfung. Beginnend mit (a) der Überprüfung der Echtheit von Münzen (hier: Aureus; 2 v. Chr. - 4 n. Chr.) schon um Christi Geburt durch einen Prüfhieb mit Meißel [1], über (b) den Schnitttest (jpn.: *Tameshigiri*) bei frisch geschmiedeten Schwertern im Japan des 16. Jahrhunderts [2], bis hin zu (c) ersten (Biege-)Versuchen von Galileo Galilei (1638) zur Untersuchung mechanischer Materialeigenschaften [3].

Getrieben von der zunehmenden Vielfalt an Werkstoffen mit immer komplexer werdendem Aufbau und gepaart mit der Forderung nach verlässlichen Testergebnissen (hohe Genauigkeit, hoher Grad an Reproduzierbarkeit), um Daten, die unterschiedlichen Prüfmethode entstammen, vergleichen zu können, gewann vor allem in den letzten Jahrzehnten die Standardisierung vorhandener bzw. die Entwicklung neuer, auf die zu untersuchenden Materialien zugeschnittenen, Prüfmethode mehr und mehr an Bedeutung. Gerade die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften neuartiger Materialien stellt sowohl die Technik als auch die Experimentatoren immer wieder vor neue Herausforderungen.

Eine besonders interessante Klasse von Werkstoffen stellen die nanokristallinen (nk) Metalle dar. Dabei handelt es sich um polykristalline Materialien, die aus zufällig angeordneten Kristalliten

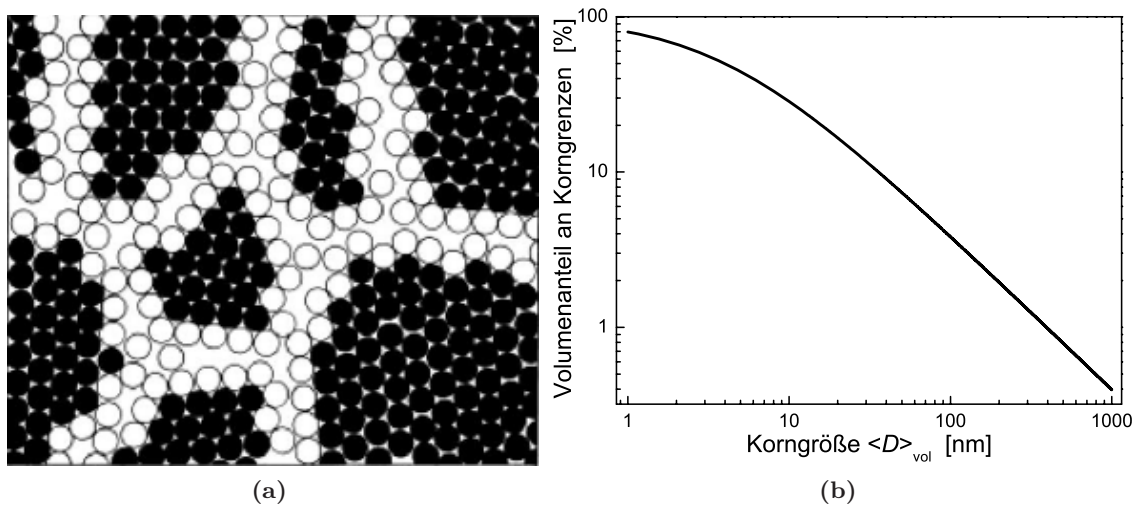


Abbildung 1.2: (a) Zweidimensionales Modell eines nanokristallinen Materials. Kristallgitteratome sind schwarz und Korngrenzatome als offene Kreise dargestellt [5]. (b) Berechneter Volumenanteil der Korngrenzatome in einem Polykristall in Abhängigkeit von der Korngröße unter Annahme sphärischer Körner, einer lognormalen Korngrößenverteilung mit der Breite σ von 1,7 (siehe Glg. (4.1) für Details) und einer Korngrenzdicke von 1 nm [7].

(Körner) aufgebaut sind und Korngrößen¹ unter 100 nm aufweisen. Die dadurch entstehenden „Sprünge“ in der Orientierung der einzelnen Kristallgitter benachbarter Körner werden im Allgemeinen abrupt durch sehr kleine Bereiche überbrückt (Dicke ≈ 1 nm), in denen wenige Atome mehr oder minder ungeordnet vorliegen. Diese zweidimensionalen Defekte bezeichnet man als Korngrenzen (vgl. Abb. 1.2(a)) [5, 6]. Ihr Volumenanteil in einem Polykristall ist umgekehrt proportional zur mittleren Korngröße (siehe Abbildung 1.2(b)) [7]. Eine derartige Mikrostruktur kann die Materialeigenschaften auf vielerlei Art und Weise beeinflussen, sei es durch den hohen Volumenanteil an Korngrenzen (*Interfacial effects*), durch die geringen Korngrößen (*True-size effects*) oder durch eine Kombination von beidem. So konnten in den vergangenen Jahrzehnten bei nk Metallen auf vielen verschiedenen Gebieten der Materialforschung (Elektronik, Magnetik, Optik, Mechanik uvm.) einzigartige Effekte nachgewiesen werden. Dabei waren in der aktuellen Studie vor allem die mechanischen Eigenschaften dieser Materialien von großem Interesse. Mit abnehmender Korngröße wird der Einfluss der entsprechenden Effekte immer größer, zum Beispiel in Form einer Erhöhung der Fließspannung (Hall-Petch-Beziehung²) [8–10] oder einer Änderung der Dehnratensensitivität (Zunahme bei kubisch flächenzentrierten und Abnahme bei kubisch raumzentrierten Metallen) [8, 11, 12], um nur zwei, bereits nachgewiesene, Besonderheiten zu nennen. Jedoch sind die Mechanismen, die zu diesen einzigartigen Eigenschaften führen, in den meisten Fällen nach wie vor nicht vollständig verstanden.

Von besonderer Bedeutung ist hier die Frage nach den grundlegenden Deformationsmechanismen plastischer Verformung. Während in grobkristallinen Metallen eine plastische Dehnung vor allem durch die intragranulare Bewegung von Gitterversetzungen getragen wird [13], erwartet man in Metallen mit besonders kleinen Korngrößen (< 10 nm), dass Korngrenz-Prozesse teilweise oder sogar vollständig die Verformung dominieren. Eine Vielzahl von möglichen Mechanismen sind in der Vergangenheit identifiziert worden: Korngrenzgleiten [14, 15], Kornrotation [16, 17], Migration von Korngrenzen [18, 19], Diffusionskriechen [20, 21], Verzwillingung (engl.: *twinning*) und das

¹Die angegebenen Korngrößen sind abhängig von der vorliegenden Korngrößenverteilung und der gewählten statistischen Gewichtung (Anzahl-, Flächen- oder Volumen-Gewichtung). Weitere Details zu diesem Thema finden sich in [4].

²Diese Beziehung gilt zunächst einmal bis hinunter zu Korngrößen von ≈ 30 nm. In dem Korngrößenbereich darunter kommen oftmals andere Effekte zum tragen, welche nicht nur eine Verringerung des Anstiegs oder gar eine Stagnation, sondern auch einen erneuten Abfall der Fließspannung (inverser Hall-Petch) zur Folge haben können [8].

Auftreten von Partialversetzungen, die in/an den Korngrenzen entstehen [22–24]. Viele dieser Prozesse spielen sich jedoch zur selben Zeit ab und es ist darüber hinaus auch weitestgehend ungeklärt, welcher die Verformung letztendlich dominiert.

Zur Untersuchung eben dieses Sachverhaltes ist es notwendig, eine entsprechend angepasste und zuverlässige Prüfmethode zu finden. Im Falle der nk Metalle benötigen vor allem zwei Aspekte besondere Beachtung:

- **geringe Ausbeute bei der Herstellung von nk Metallen:**

Die Herstellung von nk Metallen gestaltet sich sehr aufwendig und unabhängig von dem verwendeten Prozess (Edelgaskondensation [5, 25], Elektrodeposition [26, 27], Kugelmahlen [28] uvm.) stehen üblicherweise nur geringe Mengen des nk Metalls zur Verfügung. Dementsprechend bieten sich nur Prüfmethoden an, welche entweder stark lokalisiert die mechanischen Eigenschaften abfragen, wie beispielsweise das STM [29], das AFM [30, 31] oder die Nanoindentation [32, 33], oder durch die Miniaturisierung konventioneller Techniken (experimenteller Aufbau und/oder Probengeometrie) trotzdem noch eine makroskopisch gemittelte Untersuchung des nk Materials ermöglichen [34, 35].

- **niedrige Duktilität von nk Metallen im Zugversuch:**

Mechanische Tests an nk Metallen werden oftmals dadurch sehr erschwert, dass diese im Zugversuch eine sehr geringe Duktilität zeigen [36]. Dafür gibt es vermutlich eine ganze Reihe von Gründen, ein umfassendes Verständnis steht jedoch noch aus. Als mögliche Ursachen kommen unter anderem der sehr geringe Grad bzw. das komplette Fehlen einer Verfestigung, das Auftreten mikroplastischer Effekte³ (vgl. Abschnitt 4.3 für Details), sowie ein höherer Anteil an Defekten in nk Metallen in Frage [37]. Bei grobkristallinen Materialien sorgt üblicherweise die Verfestigung dafür, dass lokale Spannungsspitzen in der Probe nicht sofort oder zu schnell zu einer Verringerung des Probenquerschnitts führen. Ist die Verfestigung zu gering kommt es zu einer Einschnürung und schließlich zum Versagen der Probe (vgl. Considère-Kriterium [38]). Darüber hinaus können mikroplastische Effekte zu einer lokalen Schwächung des verformten Metalls führen und zusammen mit der im Vergleich zu ihren grobkristallinen Pendanten sehr viel höheren Defektdichte in nk Metallen, welche sich hauptsächlich auf die jeweiligen Herstellungsprozesse (Porosität, Verunreinigungen, grosse innere Spannungen u.ä.) zurückführen lässt, erhöht sich auch dadurch das Risiko für ein frühzeitiges Versagen. Abbildung 1.3 zeigt die Sprödigkeit im Zugversuch bei gleichzeitiger Duktilität im Druckversuch am Beispiel von edelgaskondensiertem, nanokristallinem Palladium [39]. Zur Bestimmung der plastischen Eigenschaften eines nk Materials erweisen sich also Verformungen mit einem Kompressionsanteil als sinnvoll.

Diese Darstellungen machen deutlich, dass es im Vorfeld mechanischer Untersuchungen von entscheidender Bedeutung ist, die Vor- und Nachteile der verschiedenen Prüfmethoden gegeneinander abzuwägen, um dann im Hinblick auf die schon bekannten Eigenschaften des zu untersuchenden Materials bzw. auf die zu erforschenden Aspekte des Materialverhaltens eine Entscheidung treffen zu können. Das Hauptaugenmerk dieser Studie lag in der makroskopisch gemittelten Untersuchung von nk Metallen und zwar hinsichtlich ihrer plastischen Eigenschaften, sowie der zugrundeliegenden Deformationsmechanismen. Dementsprechend musste eine Prüfmethode gefunden werden, welche nicht nur die Realisierung möglichst großer plastischer Dehnungen erlaubt, sondern auch die Anwendung eines breiten Spektrums an Dehnraten zulässt. In Anbetracht der niedrigen Duktilität der nk Metalle im Zugversuch sollte das hier verwendete Verformungsexperiment unbedingt einen kompressiven Charakter aufweisen. Idealerweise, wird darüber hinaus durch das Aufbringen eines entsprechenden Scher- oder Torsionsanteils eine noch größere Dehnung erreicht.

Aufgrund dieser Überlegungen fiel die Wahl auf eine Anfang des letzten Jahrzehnts von Rittel *et al.* erstmals vorgestellte Probengeometrie, die sogenannte *shear compression specimen*

³Unter Mikroplastizität versteht man das Auftreten lokaler plastischer Dehnungen in einem polykristallinen Material während einer Verformung.

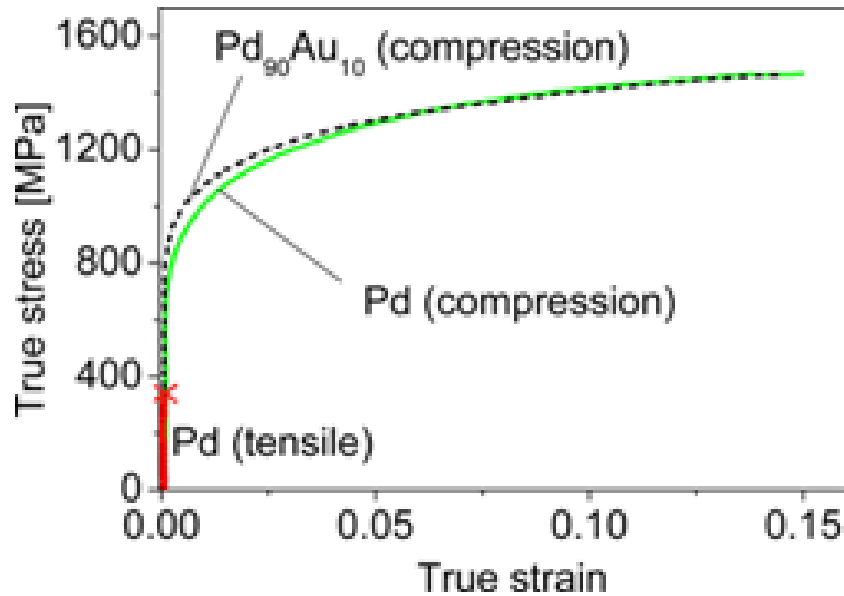


Abbildung 1.3: Vergleich von Zug- (rote Linie) und Druckversuch (grüne Linie) bei Raumtemperatur an edelgaskondensiertem Palladium mit einer Korngröße von ≈ 14 nm. Dabei wird deutlich, dass die nanokristallinen Proben bei gleichen Dehnraten im Zugversuch spröde brechen während sie im Druckversuch eine gute Duktilität zeigen [39].

(s-SCS)⁴ [40–42]. Dabei handelt es sich um einen Quader oder einen Zylinder, in welchen, wie in Abbildung 1.4(a) gezeigt, unter einem Winkel von 45° auf zwei gegenüberliegenden Seiten kleine Kanäle geschnitten wurden. Bei Anlegen einer uniaxialen Druckbelastung senkrecht zur Ober- und Unterseite der s-SCS erfährt der Stegbereich eine Scherung (siehe Abb. 1.4(b)). Bei genauer Betrachtung wird jedoch deutlich, dass im Stegbereich zwischen diesen beiden Kanälen ein komplexer dreidimensionaler Spannungs- bzw. Dehnungszustand vorliegt, welcher unter anderem auch, wie gewünscht, einen Kompressionsanteil beinhaltet. Ein positiver Nebeneffekt dieser Konstruktion ist die Möglichkeit durch Veränderung des Schnittwinkels die Größe dieser Anteile zu variieren und so mit der vorgestellten Probengeometrie unterschiedliche Spannungs- und Dehnungszustände zu untersuchen. Auf der anderen Seite macht dieser Verformungszustand allerdings eine einfache Berechnung der geometrieunabhängigen Spannungen und Dehnungen aus den experimentellen Druckkraft-Längenänderungs-Daten auf rein analytischem Wege unmöglich. Eine Bestimmung dieser Größen gelingt allerdings trotzdem durch den Einsatz von Finite-Elemente-Methode-(FEM)-Simulationen; eine genaue Beschreibung der Probengeometrie und der Vorgehensweise zur Bestimmung der äquivalenten Spannungen und Dehnungen finden sich in Kapitel 3. Eine ausführliche Diskussion über das Potential und die Validierung der s-SCS als Probengeometrie zur mechanischen Prüfung bis hin zu großen Dehnungen war Inhalt einer Vielzahl von Studien [43–56].

Die von Rittel *et al.* vorgestellte Probengeometrie erweist sich allerdings für eine Anwendung auf nk Metalle zunächst einmal als zu groß. Deshalb war das Ziel dieser Studie die ursprüngliche s-SCS zu miniaturisieren (\rightarrow m-SCS) ohne ihr charakteristisches Verformungsverhalten (den vorliegenden Spannungszustand) dabei zu beeinträchtigen und dies im Rahmen einer Validierung - Vergleich mit anderen, bereits etablierten, Prüfverfahren (hier: DIN-Zugversuch [57]) - unter Beweis zu stellen. Darüber hinaus folgte nach der erfolgreichen Etablierung im Rahmen einer ersten Anwendung die Untersuchung der mechanischen (genauer: plastischen) Eigenschaften der edelgaskondensierten, nanokristallinen Mischkristalllegierung Pd₉₀Au₁₀ mittels m-SCS.

⁴Im Rahmen dieser Studie bezieht sich die Bezeichnung s-SCS auf die Probengeometrie in Originalgröße, wie sie von Rittel *et al.* vorgestellt wurde, während die Bezeichnung m-SCS auf die in dieser Arbeit miniaturisierte Version verweist.

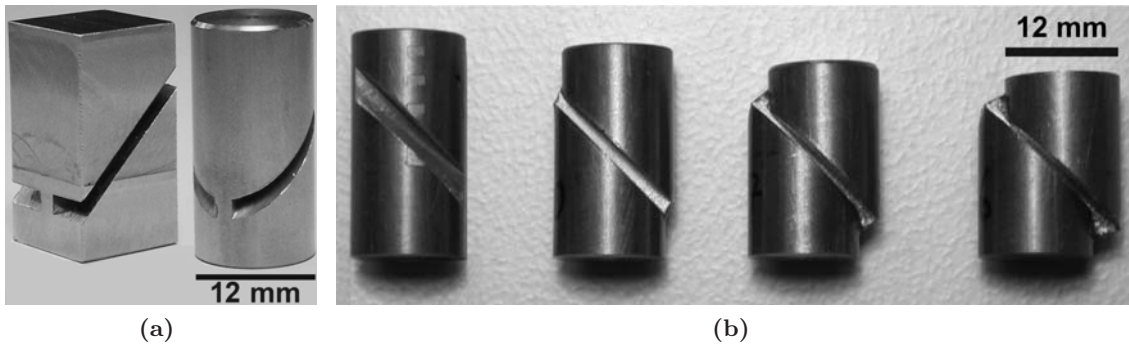


Abbildung 1.4: Zur Verdeutlichung der Form und des Verformungsverhaltens sind in (a) die beiden üblicherweise benutzten Typen der s-SCS (Zylinder und Quader) und in (b) beispielhaft verschiedene Stadien der Verformung einer zylinderförmigen s-SCS gezeigt.

Demzufolge besteht diese Arbeit aus folgenden Abschnitten:

Kapitel 2 beschäftigt sich mit den theoretischen Grundlagen der FEM und beschreibt den zur Implementierung des gewünschten konstitutiven Materialverhaltens verwendeten Algorithmus näher. Die im Rahmen dieser Studie benutzte Probengeometrie und ihre speziellen Eigenschaften, die notwendigen Maßnahmen zu ihrer Miniaturisierung, sowie der zu deren Validierung angestrebte Vergleich mit einem konventionellen Zugversuch nach DIN [57] finden sich in Kapitel 3, während die Verformungen des nk $\text{Pd}_{90}\text{Au}_{10}$ und deren Ergebnisse, sowohl bei Raumtemperatur als auch bei tiefen Temperaturen (in flüssigem Stickstoff), in Kapitel 4 gezeigt und erläutert werden. Kapitel 5, letztendlich, dient der kurzen Zusammenfassung aller Ergebnisse dieser Studie bzw. dem Ausblick auf mögliche weiterführende Fragestellungen für zukünftige Untersuchungen.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen - Finite-Elemente-Methode zur Simulation mechanischer Verformungen

Dieses Kapitel beinhaltet die Darstellung der mathematischen und physikalischen Grundlagen der Finite-Elemente-Methode (FEM), welche als wichtigstes Werkzeug der Datenauswertung einen großen Anteil am Erfolg der aktuellen Arbeit hatte. Darüber hinaus wird die Herleitung eines Algorithmus zur Implementierung eines beliebigen elasto-plastischen Verfestigungsverhaltens in die benutzerdefinierte Subroutine UMAT des Softwarepakets ABAQUS beschrieben.

2.1 Notation und wichtige mathematische Grundlagen

Zu Beginn dieses Abschnitts erscheint es sinnvoll einige Konventionen bezüglich der Notation zusammenzufassen, um Missverständnisse im späteren Verlauf zu vermeiden.

Darstellung physikalischer Größen:

Im Rahmen dieser Arbeit auftretende physikalische Größen entsprechen einer der folgenden Kategorien und werden in mathematischen Beziehungen derart dargestellt:

$$\text{Skalar: } A \quad \text{Vektor: } \underline{A} \quad \text{Tensor: } \underline{\underline{A}}$$

Einstein'sche Summenkonvention:

Sofern keine abweichenden Anweisungen gegeben sind gilt grundsätzlich die Einstein'sche Summenkonvention, d.h. über doppelt auftretende Indizes innerhalb eines Produkts wird summiert.

Beispiel: $a_i \cdot b_i \cdot c_j = c_j \sum_i a_i \cdot b_i$

Skalarprodukt oder inneres Produkt:

Dabei handelt es sich im allgemeinen Fall zwischen Tensoren aus $\mathbb{R}^{m \times n}$ um eine positiv definite, symmetrische Bilinearform, die folgendermaßen definiert ist:

$$: : \mathbb{R}^{m \times n} \times \mathbb{R}^{m \times n} \longrightarrow \mathbb{R} \mid (\underline{\underline{A}}, \underline{\underline{B}}) \mapsto \underline{\underline{A}} : \underline{\underline{B}} = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n A_{ij} \cdot B_{ij} \equiv A_{ij} \cdot B_{ij} .$$

Dyadisches Produkt:

Das dyadische Produkt \otimes ist die lineare Abbildung zweier Tensoren zweiter Stufe auf einen Tensor vierter Stufe [58]

$$\otimes : \mathbb{R}^{m \times n} \times \mathbb{R}^{o \times p} \longrightarrow \mathbb{R}^{m \times n \times o \times p} \mid (\underline{\underline{A}}, \underline{\underline{B}}) \mapsto \underline{\underline{A}} \otimes \underline{\underline{B}}$$

mit der folgenden Eigenschaft: $(\underline{\underline{A}} \otimes \underline{\underline{B}}) \underline{\underline{C}} = (\underline{\underline{B}} : \underline{\underline{C}}) \underline{\underline{A}}$ und $\underline{\underline{C}} \in \mathbb{R}^{o \times p}$. Das dyadische Produkt zweier Vektoren stellt einen Spezialfall der obigen Definition dar und ergibt einen Tensor zweiter Stufe.

Beispiel: Darstellung einer Matrix aus ihren Komponenten

$$\underline{\underline{A}} = A_{ij} \underline{\underline{e}}_i \otimes \underline{\underline{e}}_j$$

Dabei sind $\{A_{ij}\}$ die Komponenten der Matrix $\underline{\underline{A}}$ bezüglich der Basis $\{\underline{\underline{e}}_i \otimes \underline{\underline{e}}_j\}$ und berechnen sich folgendermaßen unter Verwendung des dyadischen Produkts:

$$A_{ij} = \underline{\underline{A}} \cdot (\underline{\underline{e}}_i \otimes \underline{\underline{e}}_j) = \underline{\underline{e}}_i \cdot (\underline{\underline{A}} \underline{\underline{e}}_j) .$$

Für die Spur von $\underline{\underline{A}}$ gilt dann:

$$\text{Spur}(\underline{\underline{A}}) = \underline{\underline{e}}_i \cdot (\underline{\underline{A}} \underline{\underline{e}}_i) = \underline{\underline{A}} \cdot (\underline{\underline{e}}_i \otimes \underline{\underline{e}}_i) = A_{ii} .$$

Norm bzw. Betrag eines Tensors:

Die Norm eines Tensors $\|\underline{\underline{A}}\|$ berechnet sich unter Anwendung des obigen Skalarprodukts zu

$$\|\underline{\underline{A}}\| = \sqrt{\underline{\underline{A}} : \underline{\underline{A}}} = \sqrt{A_{ij} A_{ij}} . \tag{2.1}$$

Deviatorischer und dilatorischer Anteil eines Tensors:

Jeder zweistufige Tensor $\underline{\underline{A}}$ kann additiv in einen deviatorischen Anteil $\underline{\underline{A}}'$ und einen dilatorischen Anteil $\underline{\underline{A}}^\circ$ zerlegt werden:

$$\underline{\underline{A}} = \underline{\underline{A}}' + \underline{\underline{A}}^\circ \tag{2.2}$$

mit $\underline{\underline{A}}^\circ = \frac{1}{3} \text{Spur}(\underline{\underline{A}}) \underline{\underline{I}}$ und $\underline{\underline{A}}' = \underline{\underline{A}} - \frac{1}{3} \text{Spur}(\underline{\underline{A}}) \underline{\underline{I}}$.

Voigt-Notation:

Zur Beschreibung des Spannungs- bzw. Dehnungszustands bedienen wir uns der Voigt-Notation. Dabei macht man sich die Symmetrie der entsprechenden Tensoren (Spannung, Dehnung, Steifigkeit) zunutze, um deren Darstellung derart zu vereinfachen, dass Spannungen bzw. Dehnungen nur noch einen Vektor und Steifigkeiten lediglich einen Tensor zweiter Stufe aufspannen. Diese lassen sich dann folgendermaßen formulieren:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \tau_{xy} \\ \tau_{yz} \\ \tau_{zx} \end{bmatrix}, \quad \underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{zx} \end{bmatrix}, \quad \underline{\underline{E}} = \begin{bmatrix} E_{11} & E_{12} & E_{13} & E_{14} & E_{15} & E_{16} \\ & E_{22} & E_{23} & E_{24} & E_{25} & E_{26} \\ & & E_{33} & E_{34} & E_{35} & E_{36} \\ & & & E_{44} & E_{45} & E_{46} \\ & & & & \text{symmetrisch} & E_{55} & E_{56} \\ & & & & & & E_{66} \end{bmatrix} .$$

2.2 Grundlagen der Methode der Finiten Elemente (FEM)

Die Methode der Finiten Elemente (FEM) ist ein Näherungsverfahren, dessen Grundidee auf der Zerlegung des zu lösenden, komplexen, physikalischen Problems in viele, einfache, kleine Elemente basiert. Dies gilt nicht nur in geometrischer Hinsicht (siehe Abb. 2.1), sondern auch was den „zeitlichen Ablauf“ angeht. Die geometrischen Elemente besitzen endliche Abmessungen (\rightarrow Finite Elemente) und sind rein technisch nur an bestimmten Punkten, den sogenannten Knoten, miteinander verbunden. Die näherungsweise Lösung des Gesamtproblems erreicht man nun dadurch, dass das Problem an allen durch die Konstruktion (Entwurf von Geometrie und Netzknotentopologie \rightarrow *meshing*) entstandenen Knoten entsprechend der vorgegebenen Rand- und Kompatibilitätsbedingungen für jeden „zeitlichen Teilabschnitt“ (Inkrement) sukzessive gelöst und anschließend auch dargestellt wird. Die Anzahl dieser Inkremente richtet sich im Allgemeinen nach der Problemstellung. Eine hohe Inkrementanzahl steigert die Genauigkeit des FEM-Näherungsverfahrens und erhöht gleichzeitig die Konvergenzwahrscheinlichkeit in jedem Inkrement.

Der folgende Abschnitt beschreibt die mathematischen und physikalischen Grundlagen der FEM. In Anbetracht der in dieser Arbeit behandelten physikalischen Problemstellung (mechanische Verformung) geschieht dies zur Verdeutlichung der Vorgehensweise zunächst für den elastostatischen Fall (lineare Finite-Elemente-Methode). Die Implementierung plastischer Prozesse (nicht-lineare Finite-Elemente-Methode) ist dann lediglich als Erweiterung der hier erarbeiteten Grundprinzipie zu verstehen und wird an der entsprechenden Stelle noch einmal näher erläutert. Grundlage für die hier dargestellten Sachverhalte bilden die Bücher von Klein [59] und Dankert *et al.* [60], sowie das Skriptum von Könke [61].

2.2.1 Formulierung der zugrundeliegenden Differentialgleichungen in Matrixform

Die FE-Methode ist ein computergestütztes Näherungsverfahren, das durch einen hohen Formalisierungsgrad auch die Lösung komplexer, physikalischer Probleme ermöglicht. Im ersten Schritt dieser Formalisierung werden die entsprechenden, bekannten Gleichungen der Elastizitätslehre in Matrixform neu formuliert.

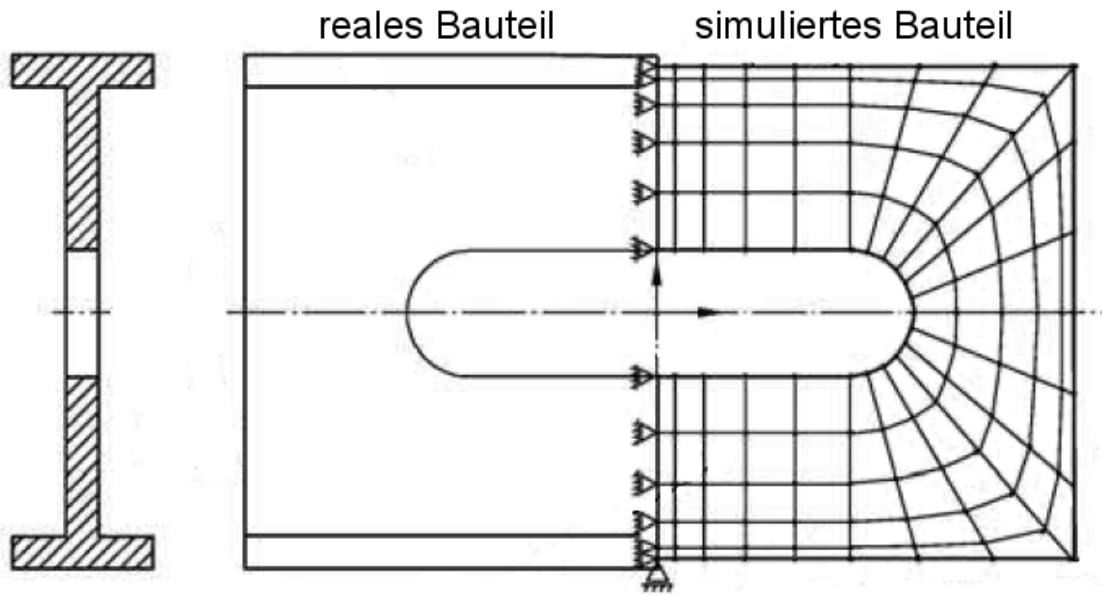


Abbildung 2.1: Verdeutlichung des grundlegenden Prinzips beim Entwurf einer FEM-Simulation am Beispiel eines Doppel-T-Trägers (IPB) [59].

Betrachtet man einen beliebigen, verformten Körper, so muss, bezogen auf ein beliebiges Volumenelement, zu jedem Zeitpunkt dieser Verformung ein Gleichgewicht zwischen der inneren Spannung und den von außen angreifenden Belastungen herrschen. Es muss also für die daraus resultierenden Kräfte \underline{K} gelten:

$$\sum \underline{K} = 0 .$$

Abbildung 2.2(a) verdeutlicht dieses Kräftegleichgewicht am Beispiel aller in x-Richtung auf ein Quader-Element wirkenden Kräfte (p_x : äußere Kraft; σ_{xx} : Hauptspannung; τ_{yx} , τ_{zx} : Scherspannungen), welches sich im Inneren eines Körpers befindet. Daraus ergibt sich:

$$\begin{aligned} & \sum K_x = 0 \\ \Leftrightarrow & -\sigma_{xx} dy dz + \left(\sigma_{xx} + \frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} dx \right) dy dz - \tau_{yx} dx dz + \left(\tau_{yx} + \frac{\partial \tau_{yx}}{\partial y} dy \right) dx dz \\ & -\tau_{zx} dx dy + \left(\tau_{zx} + \frac{\partial \tau_{zx}}{\partial z} dz \right) dx dy - p_x dx dy dz = 0 \\ \Leftrightarrow & \frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial \tau_{yx}}{\partial y} + \frac{\partial \tau_{zx}}{\partial z} - p_x = 0 . \end{aligned}$$

Führt man die entsprechenden Rechnungen für die beiden anderen Richtungen aus, so gelangt man zu folgender Gleichgewichtsgleichung, die innere und äußere Kraftgrößen miteinander verknüpft:

$$\begin{bmatrix} \frac{\partial}{\partial x} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\partial}{\partial y} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\partial}{\partial z} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \tau_{xy} \\ \tau_{yz} \\ \tau_{zx} \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} p_x \\ p_y \\ p_z \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$$

$$\Leftrightarrow \underline{\underline{D}}^T \cdot \underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{p}} = 0 . \quad (2.3)$$

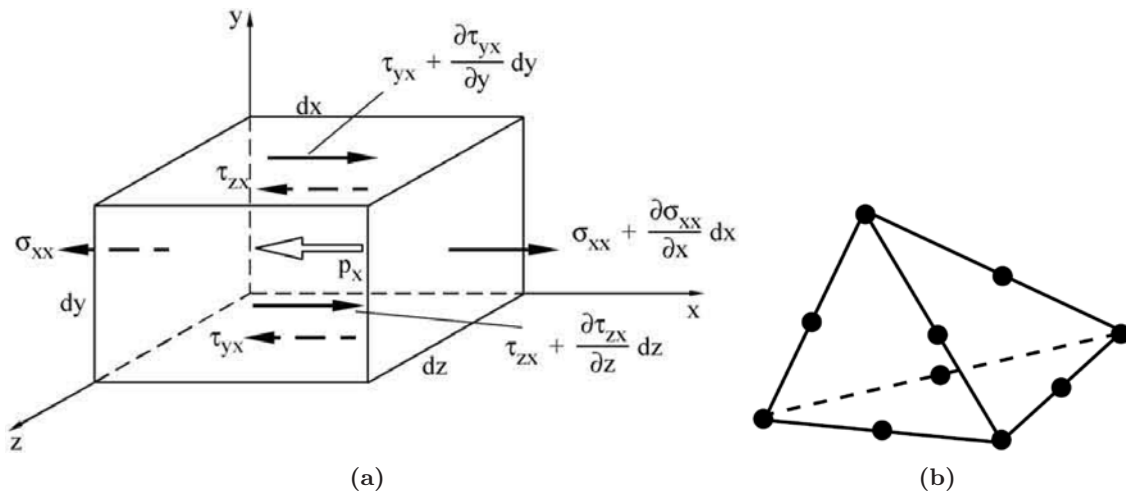


Abbildung 2.2: (a) Kräftegleichgewicht an einem beliebigen Quader-Element im Inneren eines Körpers [59] und (b) tetraederförmiges „Finites“ Element (Typ: C3D10M) mit 10 Knoten (Punkte).

Dabei ist $\underline{\underline{D}}$ die Differentialoperatorenmatrix (vgl. auch Gl. (2.4)), $\underline{\sigma}$ der Spannungsvektor und \underline{p} der Vektor der von außen angreifenden Kräfte. Um nun in Form einer Matrixgleichung einen Zusammenhang zwischen Verschiebungen \underline{u} und den anliegenden äußeren Kräften herzustellen, benötigt man die folgenden beiden Beziehungen:

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{zx} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{\partial}{\partial x} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\partial}{\partial y} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\partial}{\partial z} \\ \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial x} & 0 \\ 0 & \frac{\partial}{\partial z} & \frac{\partial}{\partial y} \\ \frac{\partial}{\partial z} & 0 & \frac{\partial}{\partial x} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} u_x \\ u_y \\ u_z \end{bmatrix} = \underline{\underline{D}} \cdot \underline{u} \quad (2.4)$$

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \tau_{xy} \\ \tau_{yz} \\ \tau_{zx} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} E_{11} & E_{12} & E_{13} & E_{14} & E_{15} & E_{16} \\ & E_{22} & E_{23} & E_{24} & E_{25} & E_{26} \\ & & E_{33} & E_{34} & E_{35} & E_{36} \\ & & & E_{44} & E_{45} & E_{46} \\ & & & & E_{55} & E_{56} \\ & & & & & E_{66} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{zx} \end{bmatrix} = \underline{\underline{E}} \cdot \underline{\underline{\varepsilon}} \quad (2.5)$$

symmetrisch

Die kinematische Gleichung (2.4) beschreibt die Beziehung zwischen den äußeren Weggrößen (Verschiebungen \underline{u}) und den entsprechenden inneren Weggrößen (Dehnungen $\underline{\underline{\varepsilon}}$), während das Materialgesetz (2.5) eine Darstellung des Hook'schen Gesetzes in Matrixform ist ($\underline{\underline{E}}$ heißt Elastizitätsmatrix), also eine Verbindung zwischen inneren Kraft- und Weggrößen herstellt. Setzt man nun (2.4) und (2.5) in Gleichung (2.3) ein, so ergibt sich die gesuchte Beziehung in Matrixschreibweise:

$$\underbrace{\underline{\underline{D}}^T \cdot \underline{\underline{E}} \cdot \underline{\underline{D}}}_{\equiv \underline{\underline{k}}} \cdot \underline{u} = \underline{p} \iff \underline{\underline{k}} \cdot \underline{u} = \underline{p}. \quad (2.6)$$

Dies ist die finite Grundgleichung mit der Steifigkeitsmatrix $\underline{\underline{k}}$, die im Folgenden für ein beliebiges elastostatisches Problem im Sinne der Finite-Elemente-Methode weiterentwickelt werden soll.

Sei nun ein komplexes, elastostatisches Problem (z.B. Belastung auf ein komplexes Bauteil) gegeben. Nach der Grundidee der Finiten-Elemente-Methode wird in einem ersten Schritt das Gesamtproblem in kleine, „finite“ Elemente unterteilt. Diese Elemente können abhängig von der Problemstellung verschiedene Formen annehmen und sind lediglich an bestimmten Punkten, den sogenannten Knoten, miteinander verbunden. Abbildung 2.2(b) zeigt beispielhaft das in dieser Arbeit ausschließlich benutzte tetraederförmige Element (Typ: C3D10M) mit 10 Knoten. Äußere Belastungen bzw. Randbedingungen werden bei der FE-Methode ausschließlich über diese Knoten eingeleitet bzw. realisiert. Deshalb müssen die folgenden beiden Bedingungen zu jedem Zeitpunkt einer Verformung an jedem Knoten gewährleistet sein [60]:

I) Gleichgewicht:

Die Gleichgewichtsbedingungen zwischen äußeren Kräften und inneren Kräften (Elementknotenkräfte) müssen an allen Knoten gelten.

II) **Kompatibilität:**

Es muss sichergestellt sein, dass Verformungen der Elemente infolge der Elementknotenkräfte derart berechnet werden, dass die Knoten angrenzender Elemente die gleichen Verformungen vollführen. Dies sorgt unter anderem dafür, dass benachbarte Elemente nicht plötzlich „auseinanderreißen“.

Basierend darauf erfolgt nun zunächst gemäß Gleichung (2.6) für alle n_e Elemente die Bestimmung der entsprechenden Elementsteifigkeiten \underline{k}_e (vgl. Gl. (2.7)), gefolgt von deren Zusammenfassung zu einer Systemsteifigkeit \underline{K} . Dies bedeutet, dass sich zunächst für jedes Element durch besagte Gleichgewichtsforderung ein Gleichungssystem ergibt, welches von den Knotenverschiebungen und Knotenkräften innerhalb dieses Elements abhängig ist. Für ein Element mit beispielsweise zwei Knoten (k_1, k_2) und je drei Translationsfreiheitsgraden (u_x, u_y, u_z) hat dieses Gleichungssystem folgende Form:

$$\begin{aligned}
 & \begin{bmatrix} \underline{k}_{11} & \underline{k}_{12} \\ (3 \times 3) & (3 \times 3) \\ \hline \underline{k}_{12}^T & \underline{k}_{22} \\ (3 \times 3) & (3 \times 3) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} u_{k1,x} \\ u_{k1,y} \\ u_{k1,z} \\ u_{k2,x} \\ u_{k2,y} \\ u_{k2,z} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} p_{k1,x} \\ p_{k1,y} \\ p_{k1,z} \\ p_{k2,x} \\ p_{k2,y} \\ p_{k2,z} \end{bmatrix} \\
 & \iff \begin{bmatrix} \underline{k}_{11} & \underline{k}_{12} \\ \underline{k}_{12}^T & \underline{k}_{22} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \underline{u}_{k1} \\ \underline{u}_{k2} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \underline{p}_{k1} \\ \underline{p}_{k2} \end{bmatrix} \\
 & \iff \underline{k}_e \cdot \underline{u}_e = \underline{p}_e . \tag{2.7}
 \end{aligned}$$

Stehen die Elementsteifigkeiten für alle n_e Elemente zur Verfügung, so kann nun durch knotenweise Anwendung der Gleichgewichts- bzw. Kompatibilitätsbedingung in Abhängigkeit von den Elementsteifigkeiten eine Systemsteifigkeitsbeziehung aufgebaut werden¹. Rein formal wird dabei jede Submatrix (vgl. in vorherigem Beispiel \underline{k}_{11} , \underline{k}_{22} und \underline{k}_{12}) einer jeden Elementsteifigkeitsmatrix genau einmal in die Systemsteifigkeitsmatrix eingespeichert, die dann schließlich folgender Bedingung gehorcht:

$$\underline{K} \cdot \underline{U} = \underline{P} . \tag{2.8}$$

Dabei ist \underline{K} die Systemsteifigkeitsmatrix, \underline{U} der Systemverschiebungsvektor und \underline{P} der Systembelastungsvektor. In diesem Stadium der FE-Methode ist \underline{K} eine quadratische Matrix mit $(n_e \cdot f)$ Zeilen/Spalten (n_e : Gesamtanzahl der Knoten / f : Anzahl der Freiheitsgrade innerhalb des Systems). An dieser Stelle ist es nun einfach die entsprechenden Randbedingungen in das Gleichungssystem einzubauen, denn jede Randbedingung führt zum Streichen („Nullsetzen“) einer Zeile/Spalte oder auch zum Auffüllen der entsprechenden Matrixelemente mit den in der Randbedingung geforderten Werten.

¹Es erscheint auf den ersten Blick unnötig kompliziert erst Elementsteifigkeitsbeziehungen aufzustellen bevor man knotenweise die Systemsteifigkeitsbeziehung aufbaut, dieser hohe Grad an Formalismus stellt jedoch sicher, dass eben diese Systemsteifigkeit immer auf die gleiche Weise erstellt werden kann, unabhängig von der Art/Form der gewählten Elemente, und somit auch unabhängig von der Art des zu lösenden Problems.

Bemerkung zu vorgegebenen Kräften und Längenänderungen (engl.: *prescribed loads and displacements*):

In den meisten FEM-Simulationen besteht die Möglichkeit Verformungen entweder durch die Vorgabe von Kräften oder durch die Vorgabe von Längenänderungen auf den modellierten Körper bzw. auf Teile des Körpers zu realisieren. In beiden Fällen erfolgt die mathematische Umsetzung zunächst einmal auf die gleiche Weise. Genau wie bei auftretenden Randbedingungen werden die Zeilen innerhalb des Gleichungssystems (2.8), die den Teilen des Körpers zugeordnet sind, welche gewisse Vorgaben erfahren sollen, den vorgegebenen Kraft- bzw. Längenänderungswerten entsprechend angepasst. Im Gegensatz zur Vorgabe von Kräften ergibt sich bei der Vorgabe von Längenänderungen hierbei jedoch meist ein Problem, denn die resultierende Systemsteifigkeitsmatrix verliert dadurch üblicherweise ihre Symmetrie. Dies lässt sich allerdings durch geeignete Zeilenoperationen, welche die Lösungen des Gleichungssystems nicht verändern, korrigieren [62,63].

2.2.2 Lösungsverfahren nach Galerkin

Bei Gleichung (2.8) handelt es sich um ein System von Differentialgleichungen, welches es nun zu lösen gilt. Dabei findet in der Mehrzahl der Fälle das Lösungsverfahren nach Galerkin seine Anwendung [64]. Um die Methode zu veranschaulichen soll erst das grundsätzliche, mathematische Vorgehen in einer Dimension ($\hat{=}$ System mit einem Freiheitsgrad) beschrieben werden. Die Methode von Galerkin ist eine spezielle Variante der Methode der gewichteten Residuen zur näherungsweise Lösung partieller Differentialgleichungen.

Sei $L[u(x)] + f(x) = 0$ die differentielle Formulierung eines physikalischen Problems mit einer Randbedingung für $u(x)$ und

$$\bar{u}(x) = \sum_{i=1}^n a_{i-1} \cdot g_i = a_0 + a_1 \cdot x + a_2 \cdot x^2 + \dots + a_n \cdot x^n \tag{2.9}$$

eine Ansatzfunktion für deren Lösung mit a_{i-1} Parametern und g_i linear unabhängigen Basisfunktionen. Dann ergibt sich daraus das Residuum als $r(x) = L[\bar{u}(x)] + f(x)$. Bei der Methode der gewichteten Residuen wird nun $\bar{u}(x)$ so gewählt, dass für das innere Produkt gilt:

$$\int w(x) r(x) dx = 0, \tag{2.10}$$

und zwar für eine Menge ausgewählter, linear unabhängiger² Gewichtsfunktionen $w(x)$. Bei der Methode von Galerkin fällt diese Wahl gerade auf die Basisfunktionen g_i der Ansatzfunktion, sodass die Berechnung des inneren Produkts (2.10) und somit die Bestimmung der a_{i-1} Parameter nicht nur stark vereinfacht wird, sondern auch, passend zur FE-Methode, einen hohen Grad der Formalisierung aufweist.

Übertragen auf das FE-Problem wählt man eine Ansatzfunktionsmatrix $\underline{\underline{G}}$ derart, dass gilt:

$$\underline{u} = \underline{\underline{G}} \cdot \underline{d}. \tag{2.11}$$

Beliebige Verschiebungen \underline{u} in einem Körper werden also über bestimmte „Stützstellen“ realisiert (Knotenverschiebungen). Dementsprechend nimmt das innere Produkt (2.10) bei Anwendung auf Gleichung (2.8) folgende Form an:

$$\begin{aligned} & \int_V (\underline{\underline{G}}^T \cdot (\underline{K} \cdot \underline{U} - \underline{P})) dV = 0 \\ \iff & \int_V (\underline{\underline{G}}^T \cdot (\underline{K} \cdot \underline{\underline{G}} \cdot \underline{d} - \underline{P})) dV = 0 \\ \iff & \int_V (\underline{\underline{G}}^T \cdot \underline{K} \cdot \underline{\underline{G}} \cdot \underline{d}) dV - \int_V (\underline{\underline{G}}^T \cdot \underline{P}) dV = 0 \end{aligned} \tag{2.12}$$

²Wäre $\bar{u}(x)$ die exakte Lösung des Problems wäre das innere Produkt $\int w(x)r(x) dx$ stets gleich Null, unabhängig von der Wahl der Gewichtsfunktionen $w(x)$.

Auch in Gleichung (2.12) steht im linken Integral die Verknüpfung einer Steifigkeit mit einer Verschiebung und im rechten Integral sind alle äußeren Kräfte zusammengefasst. Es ergibt sich also eine „finale“ Weiterentwicklung der finiten Grundgleichung für das hier betrachtete Problem:

$$\underline{\hat{K}} \cdot \underline{d} = \underline{\hat{P}}, \quad (2.13)$$

welche jedoch durch das Näherungsverfahren nach Galerkin in ein lineares Gleichungssystem überführt wurde. Dessen Lösung ergibt sich dann schließlich durch Anwendung des Gauß'schen Eliminationsverfahrens oder der Cholesky-Zerlegung [65, 66].

Aus den hier beschriebenen Grundlagen der Finite-Elemente-Methode wird klar, dass der Erfolg dieser Methode unter anderem auf dem extrem hohen Formalisierungsgrad beruht und dass die Lösung eines komplexen, physikalischen Problems zwar mit dem Entwurf der Geometrie beginnt, aber letztendlich entscheidend sind die gewählte Netzknotentopologie (Elementtyp \rightarrow Ansatzfunktionen; Knotenwahl \rightarrow Genauigkeit), sowie die dem Material entsprechenden Steifigkeitsmatrizen. In den modernen Softwarepaketen, wie ANSYS oder ABAQUS, müssen nach dem Aufbau der Geometrie (inklusive der Elementwahl) nur noch die Elastizitätsmatrizen des jeweiligen Materials angegeben werden; die Programme bauen dann nach dem hier beschriebenen Verfahren die Element- und Systemsteifigkeitsmatrizen auf und lösen diese anschließend.

2.2.3 Plastischer Fall - Nicht-lineare Finite-Elemente-Methode

An dieser Stelle sei erwähnt, dass die hier beschriebenen Gleichungen in ihrer bisherigen Form lediglich für den linearen, elastostatischen Fall gelten. Auf ein Miteinbeziehen dynamischer Beziehungen wurde in Anbetracht des vorliegenden physikalischen Problems verzichtet. Die Implementierung plastischen Materialverhaltens erfolgt unter Berücksichtigung der weiter oben dargestellten Grundlagen im Rahmen einer nicht-linearen FE-Methode dadurch, dass die verwendeten Steifigkeitsmatrizen zusätzlich eine Abhängigkeit von den bereits stattgefundenen Verschiebungen ($\hat{=}$ Verformungshistorie) erhalten:

$$\underline{K}(\underline{U}) \cdot \underline{U} = \underline{P}. \quad (2.14)$$

Der nicht-lineare Fall wird also auf den linearen Fall zurückgeführt indem das Beanspruchungsniveau des Materials ebenfalls Berücksichtigung findet. Der Verlust der allgemeinen Linearität hat jedoch für die weitere Implementierung eines plastischen Materialverhaltens noch andere Konsequenzen. Durch den Einfluss der Verformungshistorie nimmt Gleichung (2.14) eine implizite Form an; eine analytische Lösung ist dann auch für einfachste Fälle nur selten möglich. Trotzdem kann über die Anwendung eines inkrementell-iterativen Verfahrens eine Näherungslösung gefunden werden. Dies gelingt durch die Unterteilung des gesamten Verformungszeitraums in eine genügend große Anzahl an Zwischenschritten (Inkrementen). Innerhalb dieser Inkremente folgt die verwendete Steifigkeitsmatrix, wie im elastostatischen Fall, einem linearen Zusammenhang und ermöglicht so in einem iterativen Prozess die Ermittlung einer passenden Steifigkeitsmatrix. Dabei ist es wichtig, eine genügend große Anzahl an Zwischenschritten zu berücksichtigen damit zum einen die Konvergenz der Einzelschritte gewährleistet ist und zum anderen die so erreichte Näherung keinen zu großen Fehler aufweist. Die Basiskonfigurationen der kommerziellen Softwarepakete ANSYS und ABAQUS beinhalten allerdings nur ein begrenztes Arsenal an Möglichkeiten im elastoplastischen Fall die funktionalen Zusammenhänge zwischen der Steifigkeitsmatrix und den bereits durchlaufenen Verschiebungen³ zu realisieren. In der aktuellen Studie war es jedoch notwendig, eben diesen funktionalen Zusammenhang möglichst frei definieren zu können. Dies ermöglichte eine von ABAQUS bereitgestellte Subroutine namens UMAT, mit deren Hilfe in Fortran-Code ein annähernd beliebiges, plastisches Verfestigungsverhalten einstellbar ist. Ein weiterer Nachteil des nicht-linearen Falls macht sich bei dem Zusammenbau der Knotenbeziehungen, wie in Abschnitt 2.2.1 beschrieben, bemerkbar, denn die zu beachtende Verformungshistorie verbietet, im

³In beiden Softwarepaketen wird meist ein Zusammenhang zwischen der erreichten, plastischen Dehnung und einigen, ausgesuchten Verfestigungsgesetzen hergestellt (lineare Verfestigung, multilineare Verfestigung usw.).

Gegensatz zum linearen Fall, bei dem formalen Aufbau der Gesamtsteifigkeitsmatrix eine Superposition der einzelnen Submatrizen, sodass jede Knotenverschiebung im Rahmen der bestehenden Gleichgewichts- und Kompatibilitätsbedingungen gesondert betrachtet werden muss. Dies führt natürlich zu einer zusätzlichen Erhöhung des Rechenaufwandes.

2.3 Implementierung eines benutzerdefinierten, konstitutiven Materialverhaltens

Dieser Abschnitt erläutert zunächst die grundlegende Funktionsweise des ABAQUS-Unterprogramms UMAT und beschreibt dann nicht nur die theoretischen Überlegungen zur Implementierung eines elasto-plastischen Materialverhaltens, sondern auch dessen numerische Umsetzung. Dabei basieren die nun folgenden Erläuterungen größtenteils auf den Werken von Simo und Hughes [67] bzw. Böhlke [68], ergänzt durch die Arbeiten von Petryna [69] und Ballani [58]. Bei den folgenden Herleitungen wird erst einmal auf die in Abschnitt 2.1 beschriebene Voigt-Notation verzichtet. Die entsprechenden Vereinfachungen finden jedoch vor einer letztendlichen Implementierung des Algorithmus in die ABAQUS-Umgebung wieder ihre Anwendung.

2.3.1 UMAT - Grundlegende Funktionsweise

Die UMAT [70] ist eine Subroutine des ABAQUS/Standard-Softwarepakets und dient der Implementierung annähernd beliebiger, konstitutiver Materialmodelle. Dabei wird sie, sofern aktiviert, im Laufe einer FE-Simulation für jeden Knotenpunkt bei jeder Iteration eines jeden Inkrements aufgerufen und durchlaufen. Ein Aufruf beginnt stets mit der Übergabe von Informationen über den aktuellen Zustand ($\hat{=}$ Index n) des verformten Materials (Spannungen, vordefinierte Feldvariablen, benutzerdefinierte Zustandsvariablen (SDV)⁴ usw.) und über das zu realisierende Inkrement (vordefinierte Zustandsvariablen, bisherige Dehnung, sowohl total als auch plastisch, Dehnungsincrement, Zeitindex usw.). Innerhalb der Subroutine werden dann in Abhängigkeit von dem zugrundegelegten, konstitutiven Materialmodell die Spannungen, Dehnungen und SDVs für das Ende des Inkrements ($\hat{=}$ Index $n + 1$) neu berechnet. Kernstück einer jeden Berechnung innerhalb der UMAT-Subroutine ist die Definition einer geeigneten, dem Materialmodell entsprechenden Jacobi-Matrix (\rightarrow **DDSDDE**)

$$\mathbf{DDSDDE} = \left. \frac{\partial \Delta \underline{\underline{\sigma}}}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}}\right|_{n+1} = \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}}, \quad (2.15)$$

welche letzten Endes die Vorschrift für die Neuberechnung der Spannung am Ende eines Inkrements liefert. Zur besseren Übersicht werden im Folgenden alle UMAT-internen Variablen, wie die **DDSDDE**, großgeschrieben und fettgedruckt.

Die hier beschriebene Vorgehensweise basiert auf dem 1986 von Simo und Taylor veröffentlichten *return-mapping*-Algorithmus [71]. Abbildung 2.3 verdeutlicht schematisch den auf diesem Algorithmus basierenden Ablauf eines jeden Inkrements. Die Berechnung der entsprechenden Größen erfolgt innerhalb der UMAT-Subroutine und beinhaltet ein geeignetes Zeitintegrationsverfahren, sowie eine geeignete Linearisierung des Problems, um die nacheinander berechneten Inkremente in korrekter Art und Weise zusammenzuführen. Dementsprechend ist es zunächst einmal notwendig die theoretischen Grundlagen einer elasto-plastischen Verformung zu verstehen.

⁴Diese werden programmintern als *solution-dependent state variables* bezeichnet und dienen der Berechnung/Ausgabe/Speicherung von benutzerspezifischen Daten.

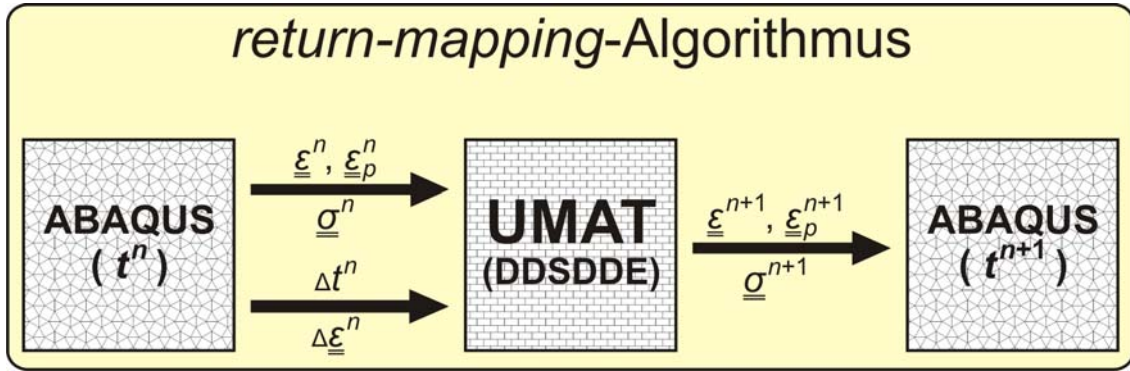


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung des *return-mapping*-Algorithmus. Der Index p kennzeichnet plastische Größen, n den Zustand vor und $n + 1$ den Zustand nach einem Inkrement.

2.3.2 Elasto-plastisches Materialverhalten

Die im Rahmen dieser Studie durchgeführten Verformungen fanden ausschließlich in isothermer Umgebung (77 K oder 295 K) statt und beschränkten sich auf langsame Dehnraten von maximal 1 s^{-1} . Dies hat zur Folge, dass Beziehungen zwischen auftretenden Spannungen und Dehnungen als geschwindigkeitsunabhängig und das Materialverhalten als quasi-statisch angesehen werden kann. Die Behandlung aller betrachteten Verformungen erfolgt also im Rahmen einer klassischen, ratenunabhängigen Elasto-Plastizitätstheorie [67] unter Einsatz des Prinzips der maximalen plastischen Dissipation⁵. Auf eine Herleitung der entsprechenden Beziehungen wird allerdings an dieser Stelle zu Gunsten der daraus resultierenden Folgerungen verzichtet, Details dazu finden sich unter anderem in [72]. Unter Beachtung dieser beiden Grundprinzipien ergeben sich die folgenden Annahmen und Bedingungen für die zu untersuchenden Prozesse:

- Additive Zerlegung:

Es handelt sich bei den betrachteten Dehnungen zu jedem Zeitpunkt der Verformung lediglich um kleine Dehnungen. Dies ermöglicht die additive Zerlegung des Dehnungs- bzw. Dehnratentensors in einen elastischen und einen plastischen Anteil:

$$\begin{aligned}\underline{\underline{\epsilon}} &= \underline{\underline{\epsilon}}_e + \underline{\underline{\epsilon}}_p \\ \dot{\underline{\underline{\epsilon}}} &= \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_e + \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_p.\end{aligned}\tag{2.16}$$

Außerdem wird im Folgenden vorausgesetzt, dass das untersuchte plastische Materialverhalten inkompressibel ist. Daher gilt:

$$\underline{\underline{\epsilon}}_p = \underline{\underline{\epsilon}}_{p'} \implies \text{Spur}(\underline{\underline{\epsilon}}_e) = \text{Spur}(\underline{\underline{\epsilon}}).\tag{2.17}$$

- Spannungs-Dehnungs-Beziehung für den elastischen Bereich:

Im allgemeinen, elastischen Fall ergibt sich der Spannungstensor $\underline{\underline{\sigma}}$ als Response auf eine elastische Dehnung $\underline{\underline{\epsilon}}_e$ aus der Formänderungsenergiegedichte W , welche als Potential für die besagte Spannung dient. Im isotropen, linearen Spezialfall hat die Formänderungsenergie die Form (λ, μ : Lamé-Konstanten):

$$W(\underline{\underline{\epsilon}}_e) = \frac{\lambda}{2} \text{Spur}(\underline{\underline{\epsilon}}_e)^2 + \mu \text{Spur}(\underline{\underline{\epsilon}}_e^2).$$

⁵Prinzip der maximalen plastischen Dissipation [69]:

Für eine angegebene plastische Dehnrate $\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_p$ entspricht der aktuelle Spannungszustand immer dem Maximum der plastischen Dissipation Π_{dis} :

$$\Pi_{dis} = \underline{\underline{\sigma}} : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_p + W_{\text{Verfestigung}}(\alpha) \geq 0.$$

Dabei entspricht der erste Term einem Energiebeitrag aufgrund des plastischen Fließens und $W_{\text{Verfestigung}}(\alpha)$ ist der Beitrag der Materialverfestigung, wobei α den „Fortschritt“ der Verfestigung charakterisiert.

Daraus folgt für den Spannungstensor:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \frac{\partial W(\underline{\underline{\varepsilon}}_e)}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}_e} = \lambda \text{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}_e) \underline{\underline{\mathbb{I}}} + 2\mu \underline{\underline{\varepsilon}}_e \quad (2.18)$$

$$\stackrel{(A.1)}{=} K \text{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{\mathbb{I}}} + 2\mu \underline{\underline{\varepsilon}}'_e \quad (2.18)$$

$$\stackrel{(2.16)}{=} \underline{\underline{\underline{C}}} : [\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_p] \quad (2.19)$$

mit dem Kompressionsmodul K und dem Steifigkeitstensor

$$\underline{\underline{\underline{C}}} = \lambda \underline{\underline{\mathbb{I}}} \otimes \underline{\underline{\mathbb{I}}} + 2\mu \underline{\underline{\mathbb{I}}}^S \quad (2.20)$$

$$\stackrel{(A.1)}{=} 3K \underline{\underline{\mathbb{P}}}^\circ + 2\mu \underline{\underline{\mathbb{P}}}' . \quad (2.21)$$

Dabei ist $\underline{\underline{\mathbb{I}}}$ der Einheitstensor 2. Stufe mit $\underline{\underline{\mathbb{I}}} = \delta_{ij} \underline{\underline{e}}_i \otimes \underline{\underline{e}}_j$ und $\underline{\underline{\mathbb{I}}}^S$ der symmetrische vierstufige Einheitstensor mit $\underline{\underline{\mathbb{I}}}^S = \frac{1}{2}(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk}) \underline{\underline{e}}_i \otimes \underline{\underline{e}}_j \otimes \underline{\underline{e}}_k \otimes \underline{\underline{e}}_l$. Die Projektoren $\underline{\underline{\mathbb{P}}}^\circ$ bzw. $\underline{\underline{\mathbb{P}}}'$ sind spezielle, tensorielle Operatoren, die einen beliebigen Tensor in den entsprechenden dilatatorischen bzw. deviatorischen Tensor überführen (vgl. Gl. (2.2)). Sie lassen sich folgendermaßen berechnen:

$$\underline{\underline{\mathbb{P}}}^\circ = \frac{1}{3} \underline{\underline{\mathbb{I}}} \otimes \underline{\underline{\mathbb{I}}} \quad \text{und} \quad \underline{\underline{\mathbb{P}}}' = \underline{\underline{\mathbb{I}}}^S - \underline{\underline{\mathbb{P}}}^\circ .$$

Die Lamé-Konstanten λ und μ ergeben sich über die bekannten Beziehungen:

$$\lambda = \frac{2\nu G}{1 - 2\nu} \quad \text{und} \quad \mu = G \quad \text{mit} \quad G = \frac{E}{2(1 + \nu)} . \quad (2.22)$$

Dabei ist G der Schub- bzw. E der Elastizitätsmodul und ν die Poisson-Zahl.

- Fließbedingung nach von Mises:

Elastisches Materialverhalten ist begrenzt auf einen bestimmten, kleinen Spannungsbereich. Erreicht die Spannung einen ausgezeichneten Wert, so kann plastisches Fließen einsetzen. Da es im Allgemeinen unpraktikabel ist, einen tensoriellen „Schwellenwert“ anzugeben, erfolgt die Betrachtung üblicherweise mit Hilfe der Norm $\|\dots\|$ des Spannungstensors (vgl. Gl. (2.1)). Die funktionelle Darstellung dieses Sachverhaltes spiegelt sich in der sogenannten Fließbedingung wider [68]:

$$\varphi(\underline{\underline{\sigma}}', \sigma_F(\varepsilon_p)) = \|\underline{\underline{\sigma}}'\| - \sqrt{\frac{2}{3}} \sigma_F(\varepsilon_p) = 0 . \quad (2.23)$$

In Abhängigkeit vom untersuchten Material gibt es eine Vielzahl von möglichen Fließbedingungen. Die hier angegebene Fließbedingung nach von Mises basiert auf der Annahme, dass plastisches Fließen mit dem Erreichen einer kritischen Energie der Schubverformungen in Verbindung steht. Diese Energie ist dem deviatorischen Anteil des Spannungstensors proportional und deshalb die erste Wahl bei der Untersuchung von Metallplastizitäten, die erfahrungsgemäß ausschließlich von eben diesem deviatorischen Anteil $\underline{\underline{\sigma}}'$ abhängen; dieser lässt sich über Gleichung (2.2) berechnen. σ_F ist die sogenannte Fließspannung, und deren Abhängigkeit von ε_p wird durch das zugrunde gelegte Verfestigungsverhalten definiert. Im dreidimensionalen Spannungsraum stellt eine derartige Fließbedingung für feste ε_p eine abgeschlossene, konvexe Fläche dar, die sogenannte Fließfläche. Ändert sich die Fließbedingung (2.23) mit ε_p , so lässt sich jedem ε_p eine eigene Fließfläche zuordnen. Dabei erfolgt die Berechnung dieses Betrags der plastischen Dehnung ε_p als akkumulierte plastische Dehnung nach folgender Vorschrift [68]:

$$\varepsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3}} \int_0^t \|\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p\| d\tau . \quad (2.24)$$

- Fließregel:

Im Rahmen einer assoziierten⁶ Plastizitätstheorie ergibt sich die in (2.24) eingehende plastische Dehnrate als [68]

$$\underline{\dot{\varepsilon}}_p = \gamma \cdot \frac{\partial \varphi(\underline{\sigma}', \sigma_F(\varepsilon_p))}{\partial \underline{\sigma}'}. \quad (2.25)$$

Diese leitet sich direkt aus dem Prinzip der maximalen plastischen Dissipation unter der Nebenbedingung (2.23) ab. Die Lösung des so entstandenen Optimierungsproblems führt zu einem Lagrange-Multiplikator $\gamma \geq 0$ und den im Folgenden beschriebenen Belastungs- und Konsistenzbedingungen für ein plastisches Fließen; γ wird deshalb auch Konsistenzparameter genannt.

- Kuhn-Tucker-Komplementaritätsbedingung (Belastungsbedingung):

Basierend auf dem Prinzip der maximalen plastischen Dissipation und der Lösung des entsprechenden Optimierungsproblems lassen sich nun mit Hilfe von γ und φ alle im Rahmen einer Verformung möglichen Prozesse beschreiben:

$\varphi < 0, \quad \gamma = 0$ elastische Be-/Entlastung

$\varphi = 0, \quad \gamma > 0$ plastische Belastung

$\varphi = 0, \quad \gamma = 0$ neutrale Belastung

Abbildung 2.4 veranschaulicht die drei genannten Prozesse unter Annahme einer von Mises Fließbedingung anhand einer vereinfachten, zweidimensionalen Darstellung des entsprechenden Spannungsraums.

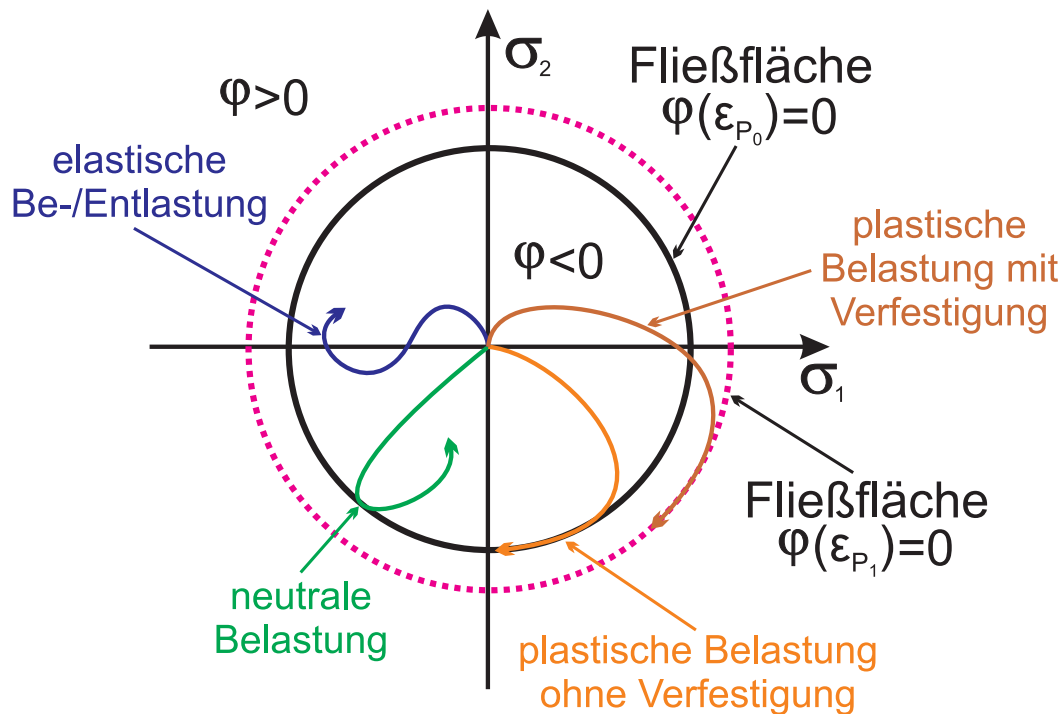


Abbildung 2.4: Veranschaulichung der verschiedenen im Rahmen einer mechanischen Verformung möglichen Prozesse. Ebenfalls dargestellt ist das Verhalten der Fließfläche bei Auftreten einer Verfestigung (\cong Abhängigkeit der Fließbedingung von der akkumulierten plastischen Dehnung ε_p).

⁶Assoziierte Plastizität bedeutet hier, dass die Richtung der im späteren Verlauf untersuchten Dehnungsincremente stets normal zur Fließfläche orientiert ist.

- Konsistenzbedingung:

Wie Abbildung 2.4 verdeutlicht, genügt es im Allgemeinen nicht, dass φ gleich Null ist, um eine plastische Verformung zu realisieren, vielmehr muss gewährleistet sein, dass der Prozess die Fließfläche auch nicht mehr verlässt. Dies wird erreicht durch die Konsistenzbedingung [68]

$$\dot{\varphi}(\underline{\underline{\sigma}}', \sigma_F(\varepsilon_p)) = 0 \quad (2.26)$$

und entspricht prinzipiell der physikalischen Notwendigkeit, dass $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p$ ebenfalls nicht gleich Null sein darf damit es überhaupt zur Akkumulation einer plastischen Dehnung kommen kann.

Diese Bedingungen bilden die Grundlagen für die nun folgende numerische Implementierung eines elasto-plastischen Materialverhaltens in die benutzerdefinierte ABAQUS-Subroutine UMAT.

2.3.3 Zeitintegration

Es gilt nun die Prinzipien des in Abschnitt 2.3.1 vorgestellten *return-mapping*-Algorithmus in geeigneter Weise auf das hier beschriebene elasto-plastische Grundproblem unter Berücksichtigung der beschriebenen Bedingungen anzuwenden. Zeitintegration bedeutet in diesem Zusammenhang, dass dafür gesorgt werden muss, dass der zeitliche Ablauf der Inkremente sowohl physikalisch als auch numerisch korrekt ist.

Problemstellung:

Bereits vorliegende Daten $\{\underline{\underline{\varepsilon}}_p^n, \varepsilon_p^n, \underline{\underline{\sigma}}^n, \mathbf{SDVs}, \dots\}$ zu einem Zeitpunkt t^n vor dem Inkrement werden zusammen mit dem neuen Dehnungsincrement $\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^n$ von der UMAT eingelesen und ein geeigneter Algorithmus soll diese in die entsprechenden Größen $\{\underline{\underline{\varepsilon}}_p^{n+1}, \varepsilon_p^{n+1}, \mathbf{DDSDDE} (\equiv \underline{\underline{C}}_{alg}), \mathbf{SDVs}, \dots\}$ am Ende des Inkrements zu einem Zeitpunkt t^{n+1} überführen.

Lösung:

Zur Bestimmung der gesuchten Größen ist es zunächst einmal notwendig herauszufinden, ob das jeweilige Inkrement, also der gerade berechnete Zeitschritt, ein rein elastischer oder ein elasto-plastischer ist. Dies gelingt durch die Einführung einer sogenannten *trial*-Spannung ($\hat{=}$ Test-Spannung) $\underline{\underline{\sigma}}_{trial}$, welche sich folgendermaßen berechnet:

$$\underline{\underline{\sigma}}_{trial} = \underline{\underline{C}} : [\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1} - \underline{\underline{\varepsilon}}_p^n] \quad (2.27)$$

$$= \underline{\underline{C}} : [\underline{\underline{\varepsilon}}^n + \Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^n - \underline{\underline{\varepsilon}}_p^n] = \underline{\underline{\sigma}}^n + \underline{\underline{C}} : [\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^n] . \quad (2.28)$$

Eingesetzt in die Fließbedingung (2.23) ergibt sich:

$$\varphi_{trial} = \varphi(\underline{\underline{\sigma}}'_{trial}, \sigma_F(\varepsilon_p^n)) = \|\underline{\underline{\sigma}}'_{trial}\| - \sqrt{\frac{2}{3}} \sigma_F(\varepsilon_p^n) = 0 \quad (2.29)$$

$$\text{mit } \|\underline{\underline{\sigma}}'_{trial}\| = \sqrt{\|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}\|^2 - 3p^2} \quad \text{und} \quad p = -\frac{1}{3} \text{Spur}(\underline{\underline{\sigma}}_{trial}) .$$

Die Größe p bezeichnet den Anteil des hydrostatischen Drucks an der Spannung (hier: $\underline{\underline{\sigma}}_{trial}$). An dieser Stelle sei noch einmal bemerkt, dass im Falle der Metallplastizität lediglich der deviatorische Anteil des Spannungstensors für ein Fließen verantwortlich zeichnet. Basierend auf Bedingung (2.29) lässt sich nun eine Fallunterscheidung treffen:

1.) $\varphi_{trial} \leq 0$:

Der Zeitschritt ist rein elastisch und es sind keine weiteren Anpassungen notwendig. Daher berechnen sich die Dehnung $\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}$ und die Spannung $\underline{\underline{\sigma}}^{n+1}$ am Ende des Inkrements wie folgt:

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1} = \underline{\underline{\varepsilon}}^n + \Delta \underline{\underline{\varepsilon}} \quad (2.30)$$

$$\underline{\underline{\sigma}}^{n+1} = \underline{\underline{\sigma}}^n + \underline{\underline{C}} : [\Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^n] . \quad (2.31)$$

2.) $\varphi_{trial} > 0$:⁷

Der Zeitschritt ist elasto-plastisch. Zur Berechnung der entsprechenden Größen am Ende des Inkrements ist ein geeignetes Zeitintegrationsverfahren zu wählen, in diesem Fall aufgrund seiner Stabilität das implizite Euler-Verfahren [73]. Dementsprechend gelten für die plastische Dehnung am Ende eines Inkrements die beiden Beziehungen:

$$\begin{aligned} \underline{\underline{\varepsilon}}_p^{n+1} &= \underline{\underline{\varepsilon}}_p^n + \Delta t \cdot \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p^{n+1} \stackrel{(A.3)}{=} \underline{\underline{\varepsilon}}_p^n + \Delta t \cdot \gamma^{n+1} \cdot \underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1} \\ &= \underline{\underline{\varepsilon}}_p^n + \Delta \gamma \cdot \underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1} \\ &= \underline{\underline{\varepsilon}}_p^n + \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}_p^n \end{aligned} \quad (2.32)$$

$$\begin{aligned} \varepsilon_p^{n+1} &= \varepsilon_p^n + \Delta t \cdot \dot{\varepsilon}_p^{n+1} \stackrel{(A.4)}{=} \varepsilon_p^n + \Delta t \cdot \gamma^{n+1} \cdot \sqrt{\frac{2}{3}} \\ &= \varepsilon_p^n + \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot \Delta \gamma \\ &= \varepsilon_p^n + \Delta \varepsilon_p^n \end{aligned} \quad (2.33)$$

Der Tensor $\underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1}$ gibt hier die Richtung⁸ des deviatorischen Spannungstensors $\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}$ an und ist definiert durch:

$$\underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1} = \frac{\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}}{\|\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}\|} .$$

Die plastische Dehnung am Ende des Inkrements lässt sich also berechnen mit Hilfe des Parameters der Zeitintegration $\Delta \gamma$. Zur Bestimmung von $\Delta \gamma$ betrachtet man:

$$\begin{aligned} \underline{\underline{\sigma}}'^{n+1} &= \underline{\underline{C}} : [\underline{\underline{\varepsilon}}'^{n+1} - \underline{\underline{\varepsilon}}_p'^{n+1}] = \underline{\underline{C}} : [\underline{\underline{\varepsilon}}'^{n+1} - (\underline{\underline{\varepsilon}}_p'^n + \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}_p'^n)] \\ &\stackrel{(2.32)}{=} \underline{\underline{C}} : [\underline{\underline{\varepsilon}}'^{n+1} - \underline{\underline{\varepsilon}}_p'^n - \Delta \gamma \cdot \underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1}] \\ &\stackrel{(2.27)}{=} \underline{\underline{\sigma}}_{trial}'^{n+1} - 2\mu \Delta \gamma \cdot \underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1} = \|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}'^{n+1}\| \cdot \underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1} . \end{aligned} \quad (2.34)$$

Ordnet man nun in Gleichung (2.34) die mit der *trial*-Spannung verknüpften Größen auf der einen und die restlichen Größen auf der anderen Seite an, folgt daraus:

$$\|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}'^{n+1}\| \cdot \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}'^{n+1} = [\|\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}\| + 2\mu \Delta \gamma] \cdot \underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1} . \quad (2.35)$$

Diese Gleichung ist nur dann erfüllt, wenn $\underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}'^{n+1} = \underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1}$, also die Richtungen der deviatorischen *trial*-Spannung und der deviatorischen Spannung übereinstimmen. Diese spezielle

⁷Dies scheint offensichtlich einer Fließbedingung zu widersprechen, deutet aber im Rahmen einer *trial*-Spannung nur auf einen nicht-elastischen Zeitschritt hin.

⁸Der Begriff Richtung eines Tensors $\underline{\underline{A}}$ ergibt sich hier aus der Analogie zur Richtung eines Vektors \underline{a} :

$$\text{Vektor: } \underline{N}_a = \frac{\underline{a}}{\|\underline{a}\|} \quad \text{Tensor: } \underline{\underline{N}}_A = \frac{\underline{\underline{A}}}{\|\underline{\underline{A}}\|} .$$

Variation des *return-mapping*-Algorithmus bezeichnet man daher auch als *radial return-mapping*-Algorithmus. Darüber hinaus wird dadurch das tensorielle Problem in Gleichung (2.34) zu einem Skalaren der Form

$$\|\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}\| + 2\mu \Delta\gamma = \|\underline{\underline{\sigma}}'_{trial}{}^{n+1}\|. \quad (2.36)$$

vereinfacht. Setzt man in diese Gleichung die Fließbedingung (2.23) ein, so erhält man für $\Delta\gamma$ eine implizite, skalare Bestimmungsgleichung:

$$\begin{aligned} & \sqrt{\frac{2}{3}} \sigma_F(\varepsilon_p^{n+1}) + 2\mu \Delta\gamma = \|\underline{\underline{\sigma}}'_{trial}{}^{n+1}\| \\ \stackrel{(2.33)}{\iff} & \sqrt{\frac{2}{3}} \sigma_F\left(\varepsilon_p^n + \sqrt{\frac{2}{3}} \Delta\gamma\right) + 2\mu \Delta\gamma = \|\underline{\underline{\sigma}}'_{trial}{}^{n+1}\| \\ \iff & \|\underline{\underline{\sigma}}'_{trial}{}^{n+1}\| - 2\mu \Delta\gamma - \sqrt{\frac{2}{3}} \sigma_F\left(\varepsilon_p^n + \sqrt{\frac{2}{3}} \Delta\gamma\right) = 0, \end{aligned} \quad (2.37)$$

welche zum Beispiel mittels Newton-Verfahren [65, 66, 73] gelöst werden kann.

Damit ist die Zeitintegration sowohl für den rein elastischen als auch für den elasto-plastischen Fall gelöst. Zur Vervollständigung des Algorithmus fehlt nun lediglich noch eine geeignete algorithmisch konsistente Tangente $\underline{\underline{C}}_{alg}$ (Jacobi-Matrix \rightarrow **DDSDDE**).

2.3.4 Algorithmisch konsistente Linearisierung

Bei der Bestimmung der algorithmischen Tangente nach Gleichung (2.15) ist zu beachten, dass aufgrund der Diskretisierung der Zeit in finite Intervalle und der Anwendung eines Zeitintegrationsverfahrens die Spannung $\underline{\underline{\sigma}}^{n+1}$ zwar eine Funktion von $\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}$ und $\underline{\underline{\varepsilon}}_p^{n+1}$ ist, jedoch $\underline{\underline{\varepsilon}}_p^{n+1}$ selbst ebenfalls von $\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}$ abhängt. Es gilt also:

$$\underline{\underline{\sigma}}^{n+1} = \underline{\underline{f}}\left(\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}, \underline{\underline{\varepsilon}}_p^{n+1}(\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1})\right).$$

Eine algorithmisch konsistente Linearisierung des Problems muss eben diesem Sachverhalt Rechnung tragen. Dazu wird in einem ersten Schritt zunächst der exakte Ausdruck für die Spannung $\underline{\underline{\sigma}}^{n+1}$ bestimmt, um dann im Folgenden die korrekte Ableitung nach $\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}$ bilden zu können.

Die Spannung am Ende des Inkrements $\underline{\underline{\sigma}}^{n+1}$ ist nach (2.2) gegeben durch:

$$\underline{\underline{\sigma}}^{n+1} = \underline{\underline{\sigma}}'^{n+1} + \underline{\underline{\sigma}}^o{}^{n+1}.$$

Die zuvor hergeleiteten Beziehungen (2.34) und (A.2) überführen diese Gleichung in

$$\begin{aligned} \underline{\underline{\sigma}}^{n+1} &= \underline{\underline{\sigma}}'_{trial}{}^{n+1} - 2\mu \Delta\gamma \cdot \underline{\underline{N}}'_{\sigma_{trial}}{}^{n+1} + K \text{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}) \underline{\underline{I}} \\ &= \underline{\underline{\sigma}}'_{trial}{}^{n+1} - 2\mu \Delta\gamma \cdot \underline{\underline{N}}'_{\sigma_{trial}}{}^{n+1}. \end{aligned} \quad (2.38)$$

Gleichung (2.38) zeigt deutlich, dass sowohl das Konzept der *trial*-Spannung also auch die Art des verwendeten Zeitintegrationsverfahrens einen Einfluss auf die gesuchte Jacobi-Matrix haben. Basierend auf diesem Wissen ist es nun möglich gemäß Gleichung (2.15) eine algorithmisch konsistente Tangente $\underline{\underline{C}}_{alg}$ zu berechnen:

$$\begin{aligned} \underline{\underline{C}}_{alg} = \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}} &= \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}} \left[\underline{\underline{\sigma}}'_{trial}{}^{n+1} - 2\mu \Delta\gamma \cdot \underline{\underline{N}}'_{\sigma_{trial}}{}^{n+1} \right] \\ &= \underbrace{\frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}'_{trial}{}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}}}_{(1)} - 2\mu \underline{\underline{N}}'_{\sigma_{trial}}{}^{n+1} \otimes \underbrace{\frac{\partial \Delta\gamma}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}}}_{(2)} - 2\mu \Delta\gamma \underbrace{\frac{\partial \underline{\underline{N}}'_{\sigma_{trial}}{}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}}}_{(3)}. \end{aligned} \quad (2.39)$$

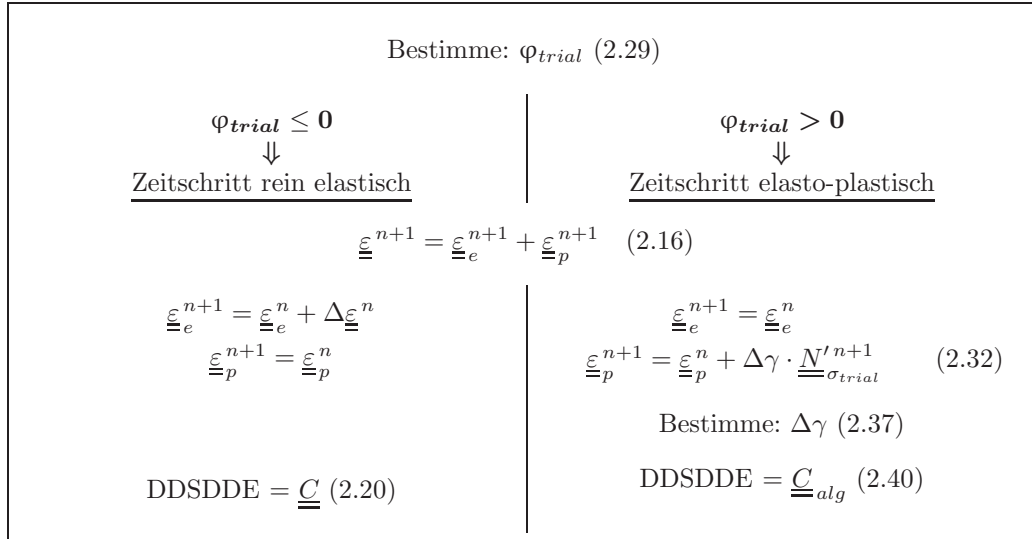
Die Berechnung der drei hier auftretenden Ableitungen (1), (2) und (3) ist ausführlicher in Anhang A beschrieben. Setzt man die einzelnen Ergebnisse (A.5), (A.6) und (A.7) in Gleichung (2.39) ein, so ergibt sich für die algorithmisch konsistente Tangente:

$$\begin{aligned} \underline{\underline{C}}_{alg} &= \underline{\underline{C}} - \left(\frac{2\mu}{1 + \frac{\sigma_F^*(\varepsilon_p^{n+1})}{3\mu}} \right) \cdot \underline{\underline{N}}'^{n+1} \otimes \underline{\underline{N}}'^{n+1} - \frac{(2\mu)^2 \Delta\gamma}{\|\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}\|} \cdot \left[\underline{\underline{P}}' - \underline{\underline{N}}'^{n+1} \otimes \underline{\underline{N}}'^{n+1} \right] \\ &= \underline{\underline{C}} + \left(\frac{(2\mu)^2 \Delta\gamma}{\|\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}\|} - \frac{2\mu}{1 + \frac{\sigma_F^*(\varepsilon_p^{n+1})}{3\mu}} \right) \cdot \underline{\underline{N}}'^{n+1} \otimes \underline{\underline{N}}'^{n+1} - \frac{(2\mu)^2 \Delta\gamma}{\|\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}\|} \cdot \underline{\underline{P}}' \end{aligned} \quad (2.40)$$

mit $\sigma_F^*(\varepsilon_p^{n+1}) = \frac{\partial \sigma_F(\varepsilon_p^{n+1})}{\partial \varepsilon_p^{n+1}}$. Hat man also zuvor über Gleichung (2.37) ein $\Delta\gamma$ bestimmt, kann die algorithmisch konsistente Tangente mittels Gleichung (2.40) einfach berechnet werden.

2.3.5 Zusammenfassung: Der entwickelte Algorithmus

Damit sind die theoretischen Vorüberlegungen zur Implementierung eines elasto-plastischen Materialverhaltens komplett und die notwendigen Schritte für ein jedes Zeitinkrement lassen sich wie folgt zusammenfassen:



Doch bevor der letztendliche, in Fortran-Code geschriebene, Algorithmus angegeben werden kann, ist es wichtig zu wissen in welcher Form ABAQUS die entsprechenden physikalischen Größen abspeichert bzw. verarbeitet. Dabei benutzt das Programm im Falle eines isotropen Materialverhaltens die Voigt-Notation (vgl. Abschnitt 2.1). Dadurch lassen sich der Steifigkeitstensor (und somit auch die entsprechende algorithmisch konsistente Tangente \rightarrow **DDSDDE**) als Tensor zweiter Stufe und der Spannungs- (\rightarrow **STRESS**) bzw. die Dehnungstensoren (Gesamtdehnung \rightarrow **STRAN** und Dehnungsinkrement \rightarrow **DSTRAN**) als Vektoren darstellen. Zu beachten ist an dieser Stelle außerdem, dass ABAQUS die Nichtdiagonalelemente der Dehnungstensoren als technische Gleitungen γ_{ij} abspeichert, die doppelt so groß sind wie die entsprechenden Schubdehnungen ε_{ij} ($i \neq j$).

Damit haben die vier relevanten physikalischen Größen in ABAQUS folgende Form:

$$\mathbf{DDSDDE} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ & & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ & & & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ \textit{symmetrisch} & & & & C_{55} & C_{56} \\ & & & & & C_{66} \end{bmatrix}$$

$$\mathbf{STRESS} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{23} \end{bmatrix} \quad \mathbf{STRAN} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{12} \\ 2\varepsilon_{13} \\ 2\varepsilon_{23} \end{bmatrix} \quad \mathbf{DSTRAN} = \begin{bmatrix} \Delta\varepsilon_{11} \\ \Delta\varepsilon_{22} \\ \Delta\varepsilon_{33} \\ 2\Delta\varepsilon_{12} \\ 2\Delta\varepsilon_{13} \\ 2\Delta\varepsilon_{23} \end{bmatrix}$$

Nun stehen alle Informationen zur Verfügung, um den entsprechenden Algorithmus in die UMAT-Subroutine zu implementieren. Der kommentierte Programmcode, der aus den hier erarbeiteten theoretischen Überlegungen entstanden ist, findet sich in Anhang B wieder.

Kapitel 3

Die *shear compression specimen* (SCS) - Miniaturisierung und Validierung

Dieses Kapitel beschäftigt sich zunächst mit den grundlegenden Eigenschaften der *shear compression specimen* (SCS), gefolgt von den notwendigen Maßnahmen zu deren Miniaturisierung. Im Anschluss daran werden schließlich die im Rahmen der Etablierung der SCS durchgeführten Untersuchungen und deren Ergebnisse beschrieben.

3.1 Eigenschaften der SCS

Ziel bei der Konzeption dieser Probengeometrie war es zum einen das Risiko für das Auftreten elastischer und plastischer Instabilitäten (*necking*, *buckling*, *barreling* [38, 74, 75]) zu verringern, um so besonders große Dehnungen zu erreichen und zum anderen mit ein- und derselben Probengeometrie ein möglichst breites Spektrum an verschiedenen Dehnraten ($10^{-3} - 5 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1}$) zu realisieren [40–42]. Die Geometrie besteht aus einem Zylinder oder Quader in den unter einem Winkel von 45° relativ zur longitudinalen Achse zwei sich gegenüberliegende Schlitze geschnitten wurden, sodass lediglich ein dünner Steg übrig bleibt (siehe Abb. 3.1(a)). Abbildung 3.1(b) zeigt die technische Zeichnung einer SCS inklusive aller wichtigen geometrischen Parameter. Wie in der Abbildung angedeutet, erzeugt eine uniaxiale Druckbelastung eine dominante Scherung mit geringem Kompressionsanteil [41]. Dadurch lassen sich die in der Einleitung beschriebenen Probleme bei der Verformung von nk Metallen auf elegante Art und Weise umgehen. So ermöglicht der Scheranteil ein Verformen der Proben bis hin zu großen Dehnungen und durch das Aufbringen eines Kompressionsanteils spielt auch die niedrige Duktilität der nk Materialien im Zugversuch keine Rolle mehr. Darüber hinaus zeigen Untersuchungen des Spannungs- bzw. Dehnungszustandes durch Simulationen (siehe auch Abschnitt 3.2.1) und orientierungsabbildende Mikroskopie an verformten Proben aus OFHC Cu¹ und α -Fe eine Lokalisierung der Verformung auf den Steg bzw. einen hohen Grad an Homogenität innerhalb des Stegs [42, 47, 48]. Zur weiteren Verdeutlichung zeigt Abbildung 3.1(c) nochmals die verschiedenen Stadien der Verformung einer zylindrischen s-SCS aus OFHC Cu.

Ungeachtet dieser Vorteile, stellt der komplexe, dreidimensionale Spannungs- bzw. Dehnungszustand bei der Verformung einer SCS jedoch ein Problem dar. So ist es bei der SCS im Gegensatz zu herkömmlichen Zugversuchen nicht möglich auf rein analytischem Wege geometrieunabhängige Spannungs-Dehnungs-Daten aus den experimentellen Kraft-Längenänderungs-Kurven zu evaluieren (vgl. Abschnitt Zugproben nach DIN10002-1:2001(D)). Dieses Problem wurde von Rittel *et al.*

¹OFHC Cu steht für *Oxygen-Free, High-Conductivity*. Es handelt sich also um Kupfer mit einer Reinheit > 99,99 %.

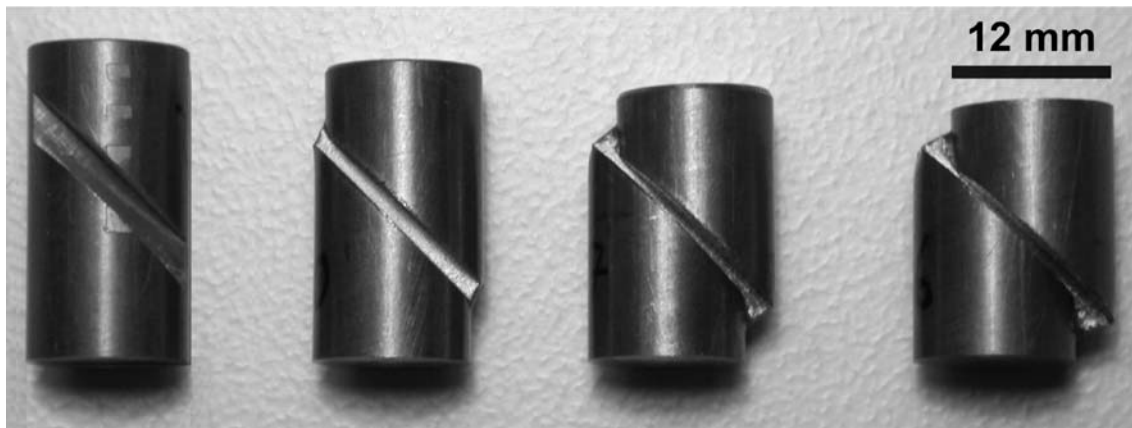
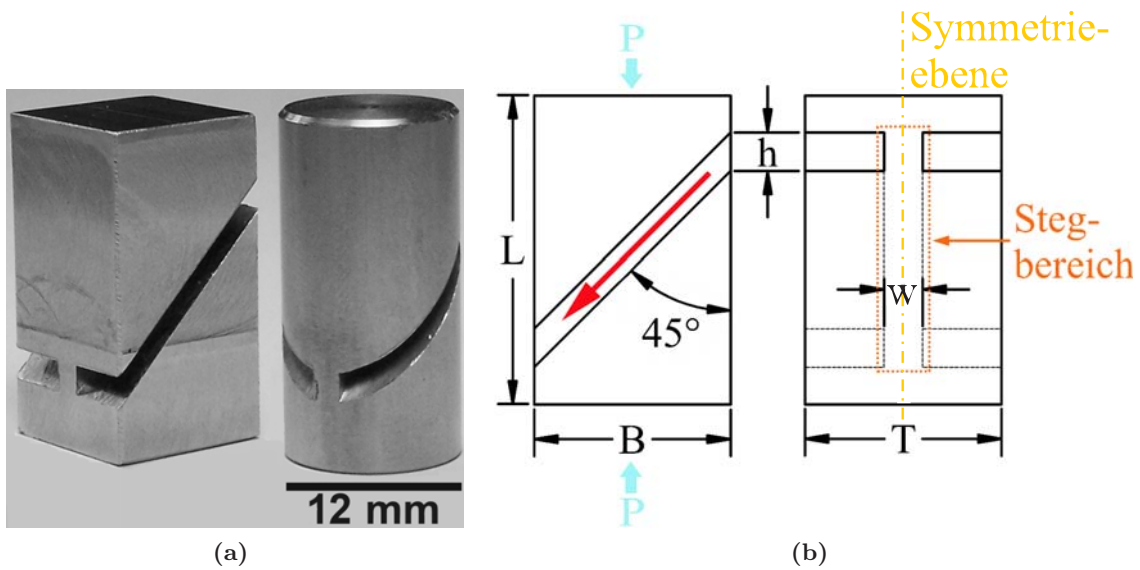


Abbildung 3.1: (a) zeigt die SCS-Probengeometrie in zylinder- (rechts) und quaderform (links). (b) beschreibt den schematischen Aufbau der SCS. In Blau ist die uniaxial angreifende Druckkraft P und in Rot die dominante, daraus resultierende Scherverformung dargestellt. L ist dabei die Länge, B die Breite und T die Dicke der Probe, während h und w die Höhe bzw. Breite des Stegs repräsentieren. Die Symmetrieebene wird im weiteren Verlauf der Studie benutzt, um bei den notwendigen Simulationen durch Halbieren der Probe Rechenzeit zu sparen. (c) verdeutlicht das Verformungsverhalten einer zylindrischen s-SCS aus OFHC Cu anhand verschiedener Stadien der Verformung.

durch die Anwendung von Finite-Elemente-Methode-(FEM)-Simulationen gelöst.

3.1.1 Bestimmung der Spannungs-Dehnungs-Daten mit Hilfe von FEM-Simulationen

Die Benutzung einer solchen FEM-Simulation hat zum Ziel nach einer erfolgten Verformung mittels SCS aus den experimentell bestimmten Daten (Druckkraft, Längenänderung) die entsprechenden geometrieunabhängigen Größen (Spannung, Dehnung) zu ermitteln. Dabei werden bei der Implementierung der jeweiligen Probengeometrie in die FEM-Simulation zunächst einmal die Materialeigenschaften als nicht bekannt vorausgesetzt. Dementsprechend soll die Validierung explizit zeigen, dass die mechanischen Eigenschaften (Fließspannung, Verfestigungsverhalten usw.)

eines Referenzmaterials mittels SCS genauso gut bestimmbar sind wie über eine bereits etablierte Probengeometrie.

Gelingt es durch geschickte Wahl der Materialparameter in der FEM die simulierten Kräfte bzw. Längenänderungen mit den Experimentellen in Übereinstimmung zu bringen, so lassen sich aus der angepassten Simulation auch die gesuchten Spannungen und Dehnungen bestimmen. Dazu implementierten Rittel *et al.* ein linear elastisches Materialverhalten kombiniert mit einer ebenfalls linearen [42] bzw. multi-linearen plastischen Verfestigung (in parabolischer Form) [49]. Diese beiden Ansätze führten jedoch in der aktuellen Arbeit nicht zu einer befriedigenden Anpassung an die experimentellen Daten. Deshalb wurde stattdessen auf eine spezielle Subroutine namens UMAT in der FEM-Software ABAQUS zurückgegriffen, welche die Implementierung eines nahezu beliebigen konstitutiven Materialverhaltens ermöglichte.

Im Folgenden soll die Vorgehensweise bei der Bestimmung der geometrieunabhängigen äquivalenten Spannungen und Dehnungen detailliert anhand eines Beispiels verdeutlicht werden. Abbildung 3.2 zeigt die Verformungsdaten (Druckkraft-Längenänderung) einer typischen, zylinderförmigen s-SCS-Probe (durchgezogene Linie) aus rostfreiem Edelstahl (Werkstoff Nr. 1.4301; Dehnrate: $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$). Die zweite Kurve (Quadrate) in diesem Schaubild entstand aus den experimentellen Daten durch Anwendung einer Korrekturfunktion für die Steifigkeiten der Prüfmaschine und, sofern vorhanden, des Probenaufnehmers. Für jede der verwendeten Prüfmaschinen bzw. experimentellen Konfigurationen (Raumtemperatur, flüssiger Stickstoff) wurde eine solche Korrekturfunktion bestimmt. Dabei gelang es in allen Fällen durch die gute Reproduzierbarkeit von „Leermessungen“² die Druckkraft-Längenänderungs-Daten über den jeweils verwendeten Parameterbereich mit einem Polynom 4. Grades anzupassen. Diese Korrekturfunktionen ermöglichten es schließlich für alle auftretenden Druckkräfte die Längenänderungen, die nicht von der Probe herrühren in erster Näherung zu eliminieren. Darüber hinaus wurden zur Vereinfachung der Implementierung in die FEM-Simulation alle auftretenden Einspanneffekte vernachlässigt und dementsprechend jeweils die entsprechenden Datenpunkte zu Beginn jeder Verformung ignoriert.

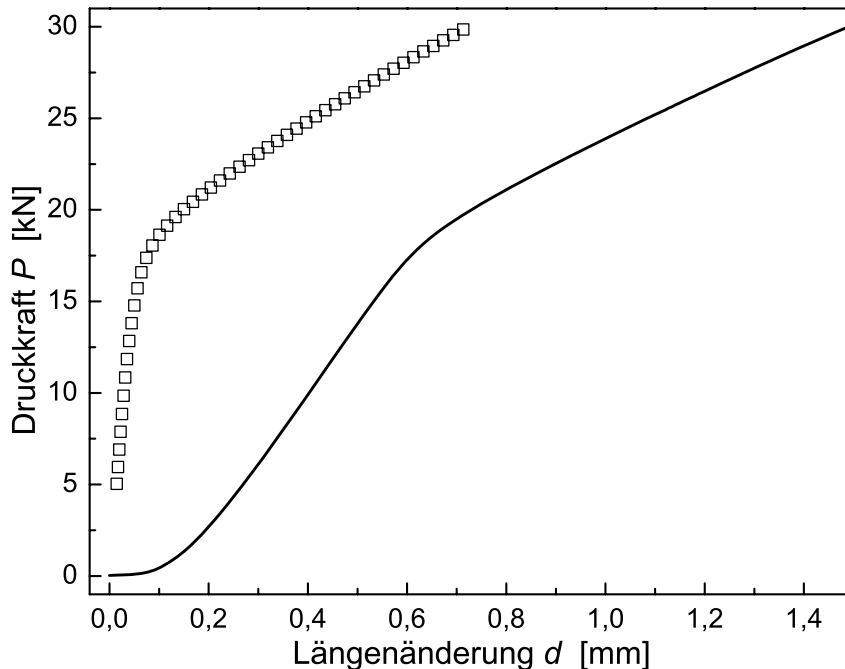


Abbildung 3.2: Experimentelle Daten einer verformten s-SCS-Probe aus rostfreiem Edelstahl (Werkstoff Nr. 1.4301). Dargestellt sind die Druckkraft P gegen die Längenänderung d , sowohl für das Experiment (durchgezogene Linie) als auch für die entsprechend korrigierten Daten (Quadrate; vgl. Text).

²Eine „Leermessung“ beinhaltet im Falle der s-SCS lediglich die Steifigkeit der Prüfmaschine (Druckplatten, Traverse u.ä.) während im Falle der m-SCS zusätzlich die Steifigkeit des Probenaufnehmers mit einging.

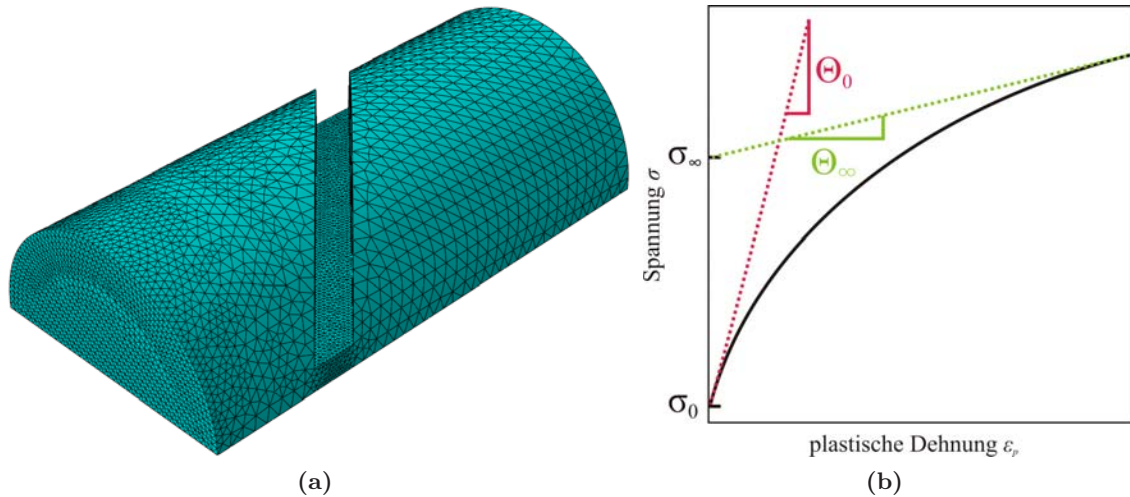


Abbildung 3.3: (a) Dreidimensionales FEM-Modell der verformten s-SCS-Probe aus rostfreiem Edelstahl und (b) schematischer Verlauf der modifizierten Voce-Beziehung nach Gleichung (3.1). Zum besseren Verständnis sind die Bedeutungen der Anpassungsparameter σ_0 , σ_∞ , Θ_0 und Θ_∞ eingezeichnet.

Das entsprechende dreidimensionale FEM-Modell im „gemeshen“ Zustand ist in Abbildung 3.3(a) dargestellt. Es enthält 160.000 Elemente (tetraederförmig, vom Typ C3D10M) und besteht aus Gründen der Symmetrie und zugunsten einer optimierten Rechenzeit nur aus einem halben Zylinder. Außerdem wurden die für die Verformung besonders wichtigen Bereiche in und um den Steg mit einer höheren Dichte an Knoten versehen, um die Genauigkeit und die Zuverlässigkeit der Simulationen weiter zu verbessern. Die vorgegebene Längenänderung d von 0,7 mm aufgrund einer Druckverformung setzt sich aus 100 äquidistanten Schritten zusammen, in denen benötigte Daten, wie die Kraft auf die Druckfläche bzw. äquivalente Spannungen und Dehnungen innerhalb der Probe, ablesbar sind. Darüber hinaus ermöglicht die benutzerdefinierte Subroutine UMAT, ein Bestandteil des ABAQUS Software-Pakets, annähernd beliebige elastische und plastische Materialeigenschaften in das Modell zu integrieren. In der aktuellen Studie fiel die Wahl auf ein linear elastisches Verhalten (Tangentenmodul³ angepasst; Poisson-Zahl bestimmt mit Ultraschall-Puls-Echo-Verfahren, siehe Anhang C.5, $\rightarrow \nu(\text{Edelstahl}) = 0,275$) in Verbindung mit dem folgenden plastischen Verfestigungsverhalten:

$$\sigma(\varepsilon_p) = \sigma_0 + \Theta_\infty \varepsilon_p + (\sigma_\infty - \sigma_0) \left[1 - \exp\left(-\frac{\Theta_0 - \Theta_\infty}{\sigma_\infty - \sigma_0} \varepsilon_p\right) \right]. \quad (3.1)$$

Dabei stellt σ die äquivalente Spannung bei einer akkumulierten, plastischen Dehnung ε_p dar, während σ_0 , σ_∞ , Θ_0 und Θ_∞ Parameter zur Anpassung an die experimentellen Daten sind. Die Größe Θ_0 entspricht außerdem dem bereits angepassten Tangentenmodul, um die Stetigkeit der erhaltenen Daten im Übergangsbereich zwischen Elastizität und Plastizität zu gewährleisten. Gleichung (3.1) ist hierbei eine Kombination aus der wohlbekannten Voce-Beziehung [76] und einem linearen Verfestigungsverhalten (vgl. Abb. 3.3(b)). In einem iterativen Prozess werden nun die freien Fitparameter solange angepasst bis die simulierten Druckkraft-Längenänderungs-Kurven mit den Experimentellen übereinstimmen. Abbildung 3.5 zeigt das Resultat dieser Vorgehensweise für das beschriebene Verformungsexperiment.

³Der Tangentenmodul ist die verallgemeinerte Form des Elastizitätsmoduls und ergibt sich als solcher als Steigung der Tangente an den linear elastischen Bereich bei $\varepsilon = 0$ einer beliebigen Spannungs-Dehnungs-Kurve; der Elastizitätsmodul ist der Tangentenmodul einer Zugverformung.

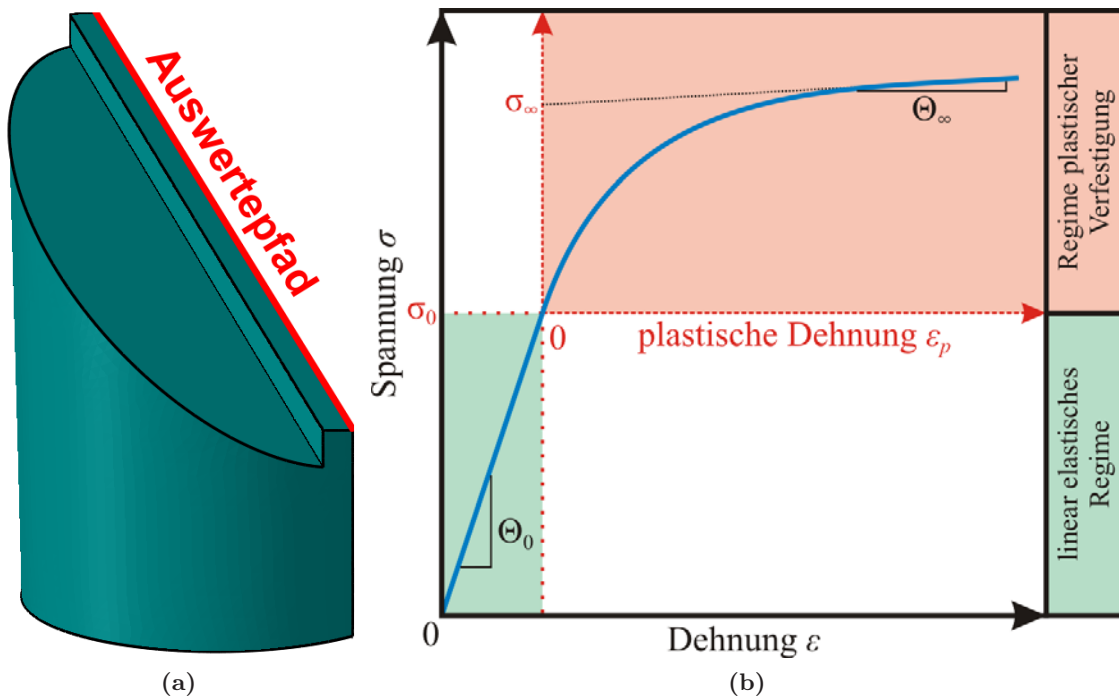


Abbildung 3.4: Verdeutlichung der Vorgehensweise bei der Bestimmung der Spannungen und Dehnungen mittels FEM-Simulation. (a) zeigt beispielhaft bei einer zylinderförmigen s-SCS die Orientierung des verwendeten Auswertepfades (rot) bei der Untersuchung der Homogenität des Spannungs- bzw. Dehnungszustandes und (b) die Konstruktion der Spannungs-Dehnungs-Kurve über die mit Hilfe der Simulation erhaltenen Materialparameter.

Die entsprechenden Spannungen und Dehnungen wurden im Rahmen dieser Arbeit auf zwei verschiedene Weisen bestimmt:

- Untersuchung der Homogenität des Spannungs- bzw. Dehnungszustandes während einer Verformung der SCS:**
 Dabei war es wichtig die Verteilung der entsprechenden Spannungen und Dehnungen innerhalb des Stegbereichs zu ermitteln. Dies gelang durch die Erzeugung eines Auswertepfades innerhalb des FEM-Modells (siehe Abb. 3.4(a)) entlang dessen die Spannungen und Dehnungen in Abhängigkeit von der Position des Pfades abgelesen werden konnten. Details über das genaue Vorgehen bei diesem Verfahren bzw. über die daraus resultierenden Ergebnisse finden sich in Abschnitt 3.2.1.
- Konstruktion der Spannungs-Dehnungs-Kurve aus den angepassten Materialparametern:**
 Die Bestimmung der Spannungs-Dehnungs-Kurve basiert auf dem in Abschnitt 2.3 beschriebenen Verfahren zur Implementierung eines konstitutiven Materialverhaltens. Dabei wird die Verformung in zwei Abschnitte unterteilt, die stetig ineinander übergehen: ein linear elastisches Regime und ein Regime plastischer Verfestigung (modifizierte Voce-Beziehung). Diese beiden Bereiche lassen sich nun mit Hilfe der angepassten Materialparameter darstellen und entsprechend zusammenführen. Abbildung 3.4(b) verdeutlicht die Vorgehensweise bei dieser Konstruktion.

Dementsprechend zeigt der *Inset* von Abbildung 3.5 die aus den angepassten Materialparametern konstruierte Spannungs-Dehnungs-Kurve.

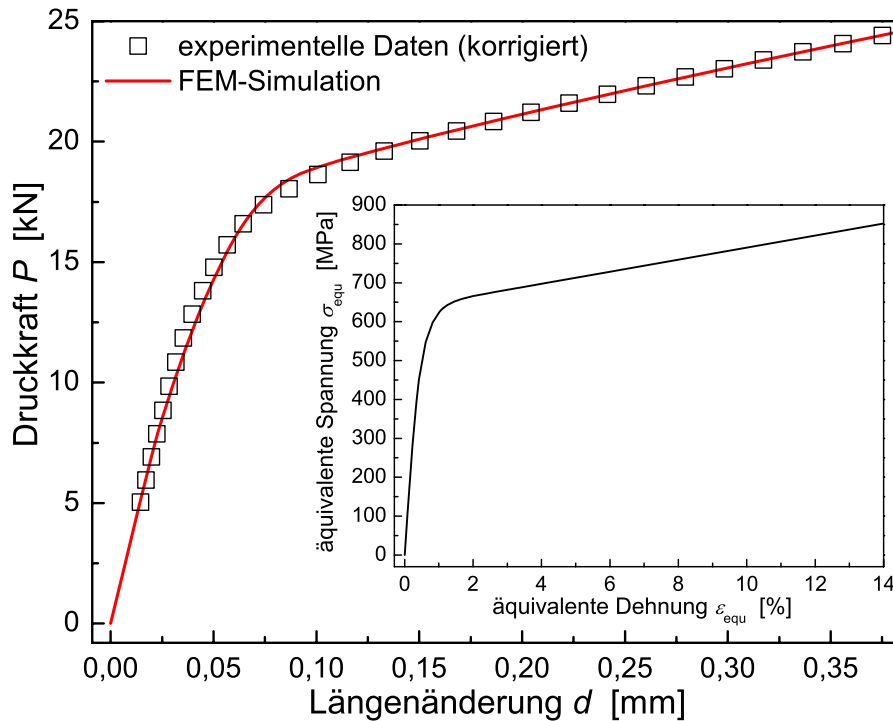


Abbildung 3.5: Resultate der Anpassung an die Verformungsdaten der s-SCS aus rostfreiem Edelstahl. Gezeigt ist zum einen ein Vergleich von experimentellen und simulierten Daten (Druckkraft-Längenänderung) und zum anderen die aus der evaluierten Anpassung konstruierten Spannungs-Dehnungs-Daten (*Inset*).

3.1.2 Miniaturisierung der SCS-Geometrie

Bei der in dieser Studie angestrebten Miniaturisierung lag der Schwerpunkt vor allem auf der affinen⁴ Verkleinerung der Geometrie. Damit sollte gewährleistet werden, dass sich durch die Verkleinerung der Probengeometrie der bei dieser Art von Verformung vorherrschende Spannungszustand nicht ändert und daher auch die herausragenden Eigenschaften der s-SCS erhalten bleiben. Insbesondere stellte es sich als wichtig heraus, die Verhältnisse B/w , T/w und h/w (vgl. Abb. 3.1) im Vergleich zur „Originalgröße“ konstant zu halten. Zu große Abweichungen von den Originalrelationen führten in der Mehrzahl der Fälle zu einer Verringerung der dominanten Scherung zugunsten des Kompressionsanteils, was in der Regel mit dem frühzeitigen Versagen der Probe endete.

Bei einer angestrebten Länge von ungefähr 7 mm für die verkleinerten Proben ergaben sich natürlich gerade hinsichtlich der Herstellungsmethode besondere Anforderungen. In Anbetracht der gewünschten Präzision, sowohl beim Ausschneiden der Probe als auch beim Strukturieren der beiden Kanäle, fiel die Wahl auf die sogenannte Draht-Funkenerosion.

Draht-Funkenerosion

Hierbei wird an einen bis zu $4\ \mu\text{m}$ dünnen Metalldraht in einer nichtleitenden Flüssigkeit (z.B. Öl, deionisiertes Wasser o.ä.) eine hohe Spannung (mehrere kV) angelegt und dann dem Werkstück vorsichtig genähert bis bei genügend kleinem Abstand eine Lichtbogenentladung stattfindet. Diese Entladung führt zum einen zu einer stark lokalisierten Wärmeentwicklung, welche das Material in der näheren Umgebung des Drahtes schmelzen bzw. verdampfen lässt, und zum anderen zum

⁴Affinität bedeutet in diesem Zusammenhang eine Verkleinerung der bereits bekannten Probengeometrie unter Beibehaltung der Kollinearität und der Längenverhältnisse.

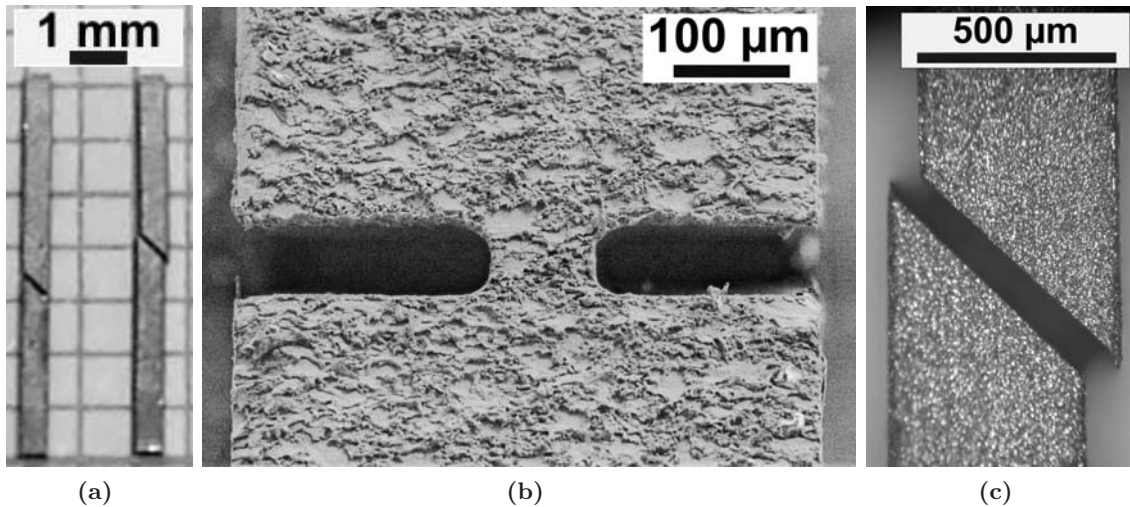


Abbildung 3.6: (a) zeigt auf der linken Seite eine unverformte und auf der Rechten eine verformte m-SCS. In (b) ist der Stegbereich einer m-SCS mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie dargestellt während (c) durch die vergrößerte Aufnahme einer verformten m-SCS die gelungene affine Verkleinerung dieser Probengeometrie noch einmal verdeutlicht.

Zusammenbruch der Stromzufuhr (Kondensatorentladung). Dieser Auf- und Entladezyklus wiederholt sich viele tausendmal in der Minute und führt so zu einem „Materialabtrag“. Moderne Achsantriebe und eine CAD/CAM-basierte Programmierung der zu fertigenden Bauteile sorgen heutzutage für Flexibilität und hohe Präzision bei der Funkenerosion. Abbildung 3.6 zeigt funkenerosiv hergestellte m-SCS, sowohl vor als auch nach der Verformung.

Alle im Rahmen dieser Arbeit benötigten funkenerosiven Arbeiten wurden von der Firma *IMM - Institut für Mikrotechnik Mainz GmbH* durchgeführt.

3.1.3 Verformungen bei Raumtemperatur

Die bei Raumtemperatur stattfindenden Verformungsexperimente an den s-SCS-Proben erfolgte auf einer spindelgetriebenen Prüfmaschine der Firma *ZWICK* (Modell 1476; 10 kN-Kraftdose), die der miniaturisierten Proben auf einer ebenfalls spindelgetriebenen Prüfmaschine der Firma *INSTRON* (Modell 5564; 1 kN-Kraftdose). Die Bestimmung/Einstellung der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ erfolgte in beiden Fällen über die Beziehung:

$$\dot{\epsilon} = \frac{v}{h}, \quad (3.2)$$

wobei v die Stempelgeschwindigkeit der Prüfmaschine und h die Steghöhe der verformten SCS ist. Eine Messung der aktuellen Steghöhe h während einer Verformung war jedoch mit dem vorhandenen Messaufbau nicht möglich und folglich auch keine echtzeitgesteuerte Anpassung der Dehnrates. Deshalb sind alle im Rahmen dieser Arbeit angegebenen Dehnrates, sofern diese sich auf SCS-Verformungen beziehen, als Anfangsdehnrates zu sehen, welche sich aus der vor dem Experiment bestimmten Steghöhe und einer der angestrebten Anfangsdehnrates entsprechenden Stempelgeschwindigkeit ergeben. So ließen sich im Rahmen dieser Studie Dehnrates zwischen $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und 1 s^{-1} realisieren.

Um den Einfluss von Einspann- und Reibungseffekten möglichst klein zu halten, wurde in einem ersten Schritt die Maschinensteifigkeit durch Reduzierung auf die für einen „uniaxialen“ Druckversuch relevanten Bauteile (Druckdose, 2 Pressstempel) optimiert. Die Verformung der s-SCS erfolgte dann ohne weitere Hilfsmittel, während für die Verformung der m-SCS die Konstruktion eines auf Hartmetall-Rollen gelagerten Probenaufnehmers erforderlich war, welcher sowohl die Handhabung als auch die Reproduzierbarkeit dieser Experimente sicherstellte (siehe Abb. 3.7).

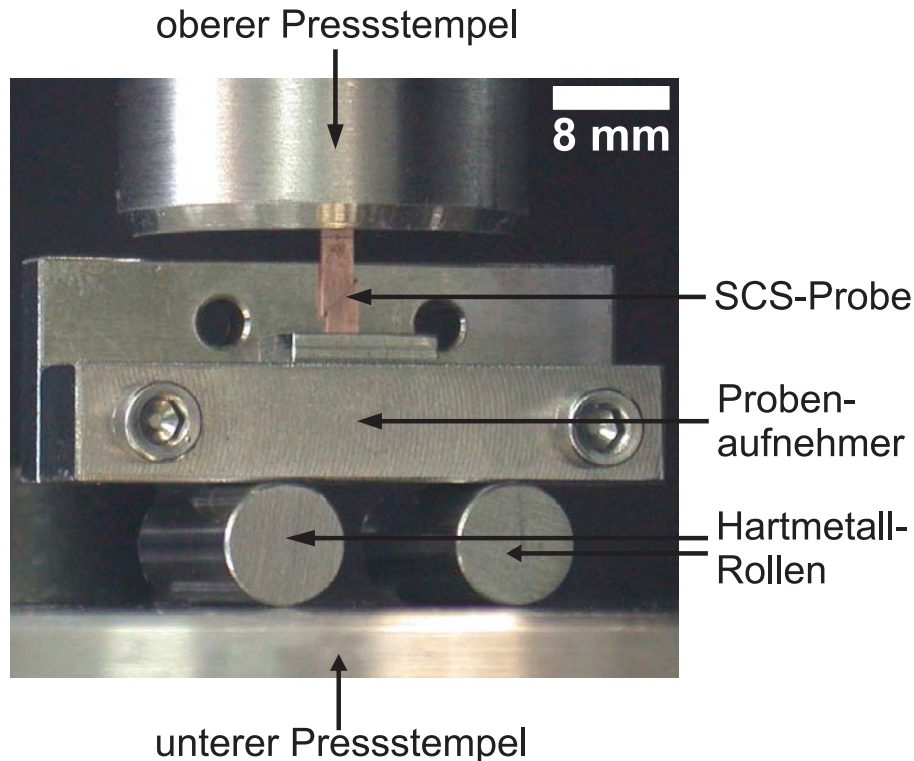


Abbildung 3.7: Aufbau des Verformungsexperiments für die m-SCS bei Raumtemperatur.

Dabei wurde die Wegaufnahme während des Versuchs lediglich über den Traversenweg der Prüfmaschine realisiert. Wie bereits weiter oben erläutert hat dies natürlich zur Folge, dass nicht nur die experimentell bestimmten Längenänderungen, sondern auch die im späteren Verlauf angegebenen äquivalenten Dehnungen mit einem Fehler behaftet sind, der sich aus dem Vernachlässigen der Steifigkeiten von Prüfmaschine und Probenaufnahme ergibt.

3.2 Validierung der miniaturisierten *shear compression specimen* (m-SCS)

Bei der Etablierung einer neuartigen bzw. modifizierten Probengeometrie gilt es verschiedene, grundlegende Aspekte zu beachten. Zum einen ist es von essentieller Bedeutung, den bei einer Verformung der neuen Probengeometrie auftretenden Spannungs- bzw. Dehnungszustand zu verstehen und zum anderen ist es erforderlich, zu zeigen, dass eben diese Probengeometrie auch hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften des untersuchten Materials Ergebnisse liefert, die mit denen bereits etablierter mechanischer Prüfverfahren im Rahmen der Messgenauigkeit übereinstimmen.

Im Folgenden soll die m-SCS hinsichtlich dieser beiden Gesichtspunkte näher untersucht werden. Dabei fiel die Wahl des Referenzmaterials auf kommerziell erhältlichen rostfreien Edelstahl (Werkstoff Nr. 1.4301); nähere Erläuterungen dazu finden sich im späteren Verlauf dieses Kapitels.

3.2.1 Grundlegendes Verständnis

Die Informationen, die in diesem Abschnitt zusammengefasst sind, sollen dazu beitragen den dreidimensionalen Spannungszustand während der Verformung einer SCS besser zu verstehen. Im Abschnitt 3.1.1 wurde bereits die Extraktion der äquivalenten Spannungen und Dehnungen mit

Hilfe von Finite-Elemente-Methode-(FEM)-Simulationen beschrieben. Jedoch lassen sich damit noch andere wichtige Erkenntnisse über die SCS gewinnen. Dabei liegt das Hauptaugenmerk auf der Untersuchung der Homogenität der relevanten Größen (Spannung, Dehnung) im Stegbereich und auf der Charakterisierung des Spannungs- bzw. Dehnungszustandes hinsichtlich der vorherrschenden Verformungsarten.

Die Homogenität der im Stegbereich vorliegenden Spannungs- und Dehnungsfelder ist eine wichtige Voraussetzung für die angestrebte Untersuchung des makroskopischen Materialverhaltens verschiedenster Werkstoffe mittels SCS. Bei der Interpretation der experimentellen Daten muss gewährleistet sein, dass die dabei ermittelten makroskopischen Spannungs- und Dehnungswerte auch repräsentativ für das gesamte Material sind.

Die Untersuchung der räumlichen Variation der Spannungs- und Dehnungsfelder während einer Verformung im Innern des Steges erfolgte über einen Satz von 5x5 linien-gemittelten Pfaden (vgl. Abb. 3.4(a)), welche parallel zum Steg ausgerichtet und über dessen volle Länge ausgedehnt sind; in Anbetracht der vorherrschenden Symmetrien liefert dieser Satz an Pfaden ein Bild, welches für den kompletten Steg repräsentativ ist. Abbildung 3.8 zeigt die Positionen der Durchstoßungspunkte

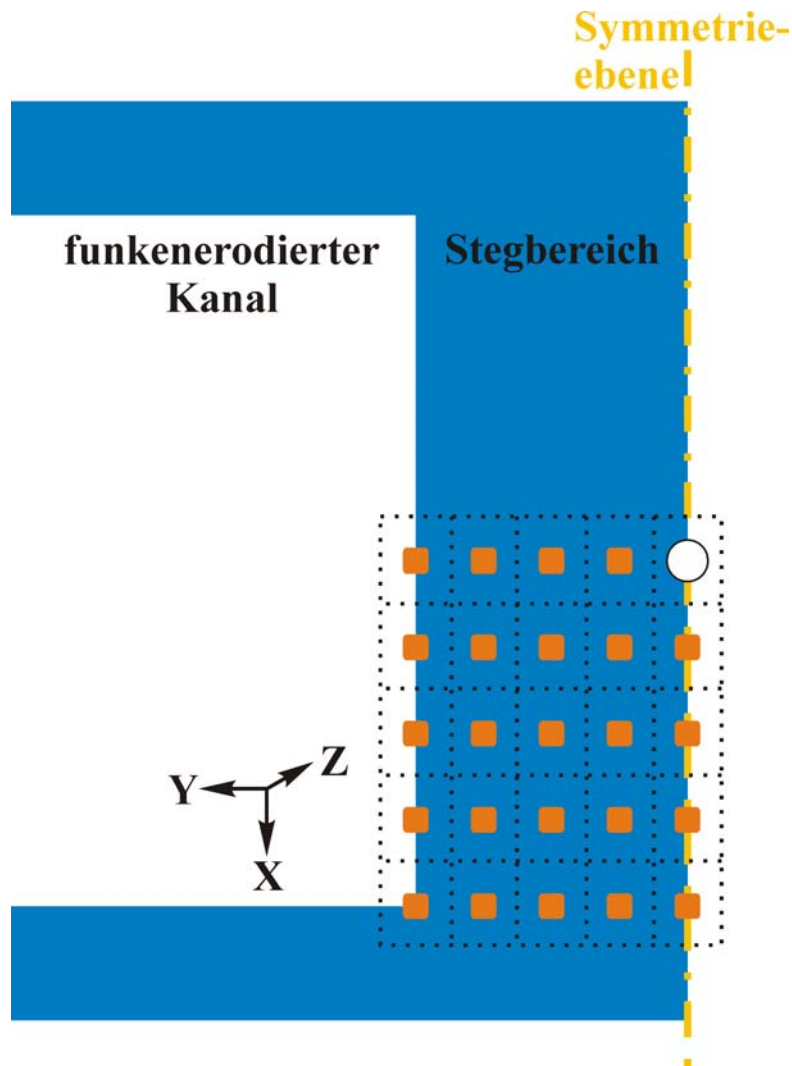


Abbildung 3.8: Schematische Darstellung der Pfadpositionen (rote Punkte) für die Untersuchung der Homogenität der Spannungen und Dehnungen im Stegbereich. Die gepunkteten Rechtecke entsprechen den farb-kodierten Rechtecken in Abbildung 3.9.

der einzelnen Pfade (rote Punkte), welche in Abbildung 3.9 mittels farbkodierter Rechtecke die aus den linien-gemittelten Pfaden extrahierten Spannungen und Dehnungen für die jeweilige Position (x- und y-Richtung) angeben. Darüber hinaus ist für jeden dieser Pfade die Standardabweichung in z-Richtung in Prozent angeben (Zahl in der Mitte jedes Rechtecks). Abbildung 3.9 macht deutlich, dass es einen Verformungskern gibt, der ungefähr 50% des Stegvolumens ausmacht. In diesem weichen die Spannungen um weniger als 4% (Standardabweichungen in z-Richtung $\leq 2\%$) und die Dehnungen um weniger als 10% (Standardabweichungen in z-Richtung $\leq 9\%$) von dem linien-gemittelten Auswertepfad im Zentrum des Stegs ab (weißer Kreis). Innerhalb des Kernbereichs kann die Verformung also als quasi-homogen angenommen werden.

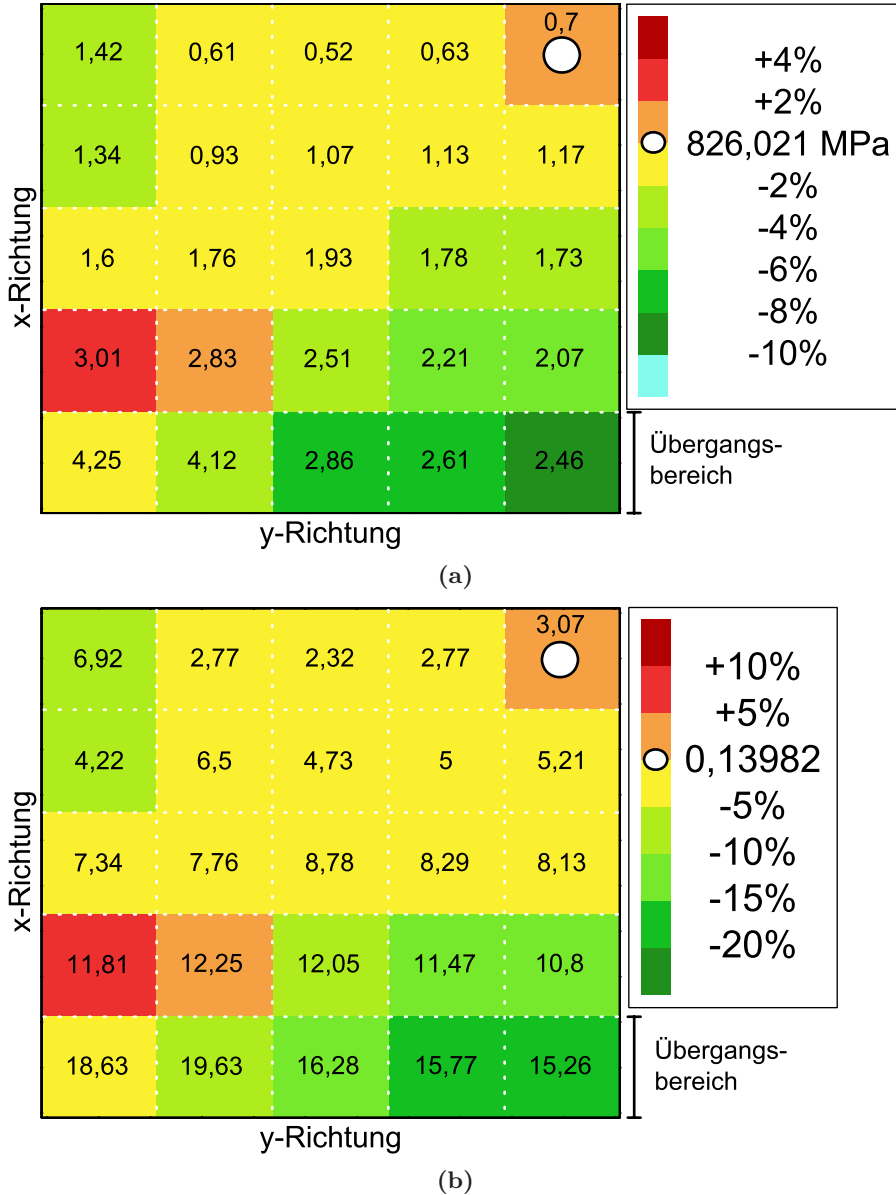


Abbildung 3.9: Verteilung der (a) Spannungen und (b) Dehnungen im Stegbereich einer m-SCS aus rostfreiem Edelstahl. Jedes Rechteck repräsentiert einen bestimmten Pfad entsprechend Abbildung 3.8. Die Standardabweichung entlang jedes Pfades (z-Richtung) ist jeweils als Zahlenwert in Prozent im Innern der Rechtecke angegeben. Der weiße Kreis markiert das Zentrum des Stegs.

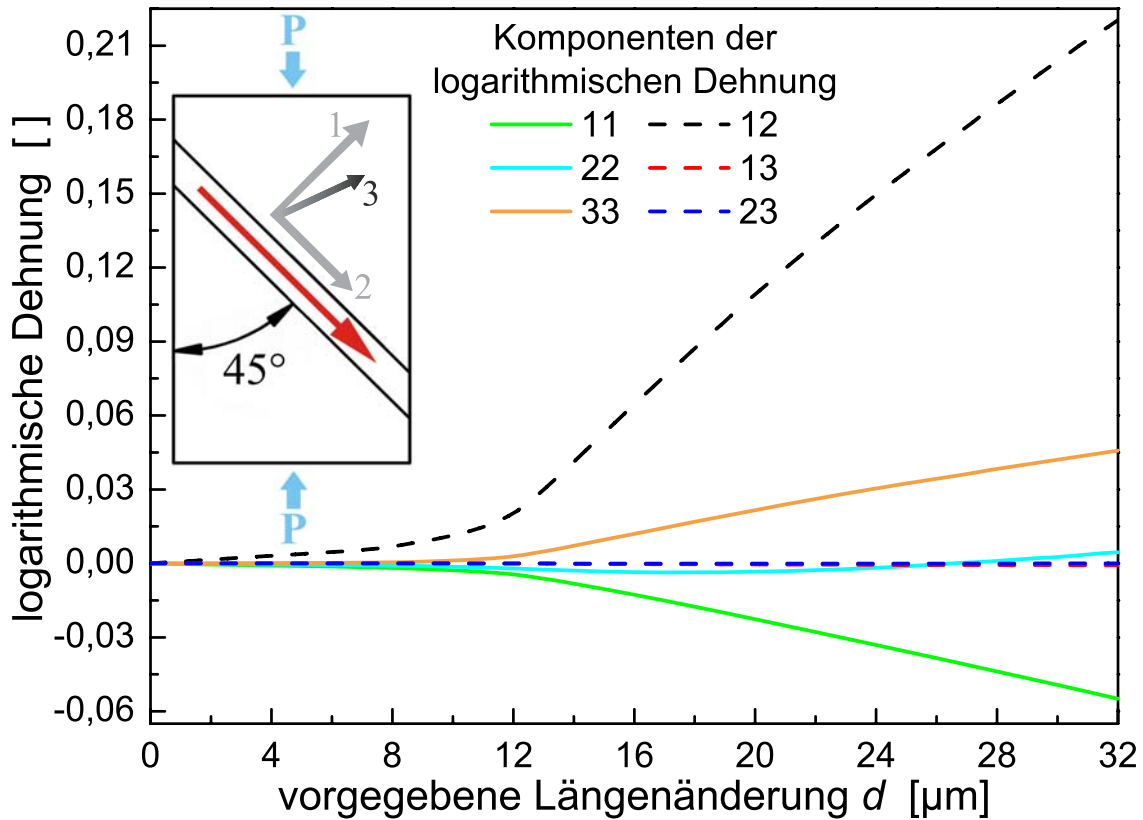


Abbildung 3.10: Darstellung des Dehnungszustandes während der Verformung einer m-SCS aus rostfreiem Edelstahl (Werkstoff Nr. 1.4301) anhand der einzelnen Komponenten des Dehnungstensors. Das verwendete Koordinatensystem ist zur Verdeutlichung ebenfalls angegeben.

Die Charakterisierung des Spannungs- bzw. Dehnungszustandes lässt sich nach der Wahl eines geeigneten Koordinatensystems relativ einfach mit Hilfe der ABAQUS-Software realisieren. Diese ermöglicht die Darstellung der verschiedenen Komponenten des Spannungs- bzw. Dehnungstensors während einer Verformung. Exemplarisch zeigt Abbildung 3.10 alle mit Hilfe eines Auswertepfades aus dem Zentrum des Stegbereichs extrahierten Komponenten der logarithmischen⁵ Dehnung einer m-SCS-Probe aus rostfreiem Edelstahl. Offensichtlich handelt es sich bei dem untersuchten Dehnungszustand um eine dominante Scherung (ϵ_{12}), die von einem vergleichsweise kleinen Anteil an hydrostatischer Dehnung überlagert ist (ϵ_{11} und ϵ_{33}). Die verbleibenden Komponenten des Dehnungstensors spielen in der gesamten Verformung keine Rolle. Beide Beobachtungen zeigen eine gute Übereinstimmung mit den Daten von Rittel *et al.* [41], welche aus Simulationen einer s-SCS stammen.

⁵Der Begriff logarithmisch bezieht sich hier nicht auf die Art der Auftragung, sondern gründet sich auf der Bestimmung der Dehnung in der Finite-Elemente-Methode-Software. Für genügend kleine Verschiebungen ergibt sich dabei eine Dehnung aus der Taylor-Entwicklung der Funktion $f(\lambda) = \ln \lambda$, wobei $\lambda = dl/dL$ das Verhältnis von neuer Länge dl zu ursprünglicher Länge dL darstellt (Details hierzu finden sich in *ABAQUS Theory Manual*, Kapitel 1.4.1 + 1.4.2).

3.2.2 Wahl des Referenzmaterials: rostfreier Edelstahl

Bei der Validierung einer Probengeometrie spielt die Wahl des Referenzmaterials eine wichtige Rolle, denn es sollen möglichst keine materialspezifischen Effekte den Vergleich zwischen den Geometrien verfälschen. Im Idealfall erfolgt deshalb die Fertigung der verschiedenen Probengeometrien aus demselben Basismaterial, denn Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung bzw. bei der Herstellung der Materialien können große Auswirkungen auf deren mechanische Eigenschaften haben. Abbildung 3.11 verdeutlicht exemplarisch diesen Sachverhalt mit zwei identischen Zugversuchen an OFHC Cu; eine Probe liegt im wie-hergestellten Zustand vor, die andere wurde vor der Verformung für 2,5 h bei $0,64 T_m$ ausgeheizt. Dieser deutliche Unterschied im mechanischen Verhalten zweier Proben mit gleicher chemischer Zusammensetzung gründet sich größtenteils in ihren unterschiedlichen Mikrostrukturen. Gerade bei solch hochreinen Materialien wie OFHC Cu kommt es aufgrund des Herstellungsprozesses oder sogar der Handhabung zu Variationen in Korngröße, Stapelfehlerdichte, Versetzungsdichte usw., die sich teilweise sehr stark auf die mechanischen Eigenschaften des Materials auswirken. Deshalb ist ein Vergleich verschiedener Probengeometrien nur dann sinnvoll, wenn das verwendete Material aller Proben nicht nur dieselbe chemische Zusammensetzung hat, sondern auch die jeweilige Mikrostruktur innerhalb gewisser Toleranzen übereinstimmt.

Aus diesem Grund fiel die Wahl des Referenzmaterials auf kommerziell erhältlichen rostfreien Edelstahl (Werkstoff Nr. 1.4301; X5CrNi18-10; *Goodfellow*) in Stabform, dessen Mikrostruktur mittels orientierungsabbildender Mikroskopie (EBSD) und Vickers-Härteprüfung hinsichtlich ihrer Homogenität untersucht wurde. Abbildung 3.12 zeigt die EBSD-Aufnahmen von entsprechenden Materialschnitten, senkrecht und parallel zur Stabachse. Die beiden Schnittflächen weisen gute Übereinstimmungen in den Korngrößen ($\geq 70 \mu\text{m}$) bzw. in den Verteilungen der Kornorientierungen auf. Auch die Vickers-Härteprüfungen auf den nach dem Schneiden polierten Oberflächen ergeben nahezu identische Werte der Vickers-Härte HV0,5 von ≈ 250 ; die Vergleichbarkeit der Mikrostrukturen ist also auch auf der Ebene der mechanischen Eigenschaften gegeben. Daher muss bei der Fertigung der verschiedenen Geometrien ebenfalls nicht auf die Orientierung des Referenzmaterials geachtet werden.

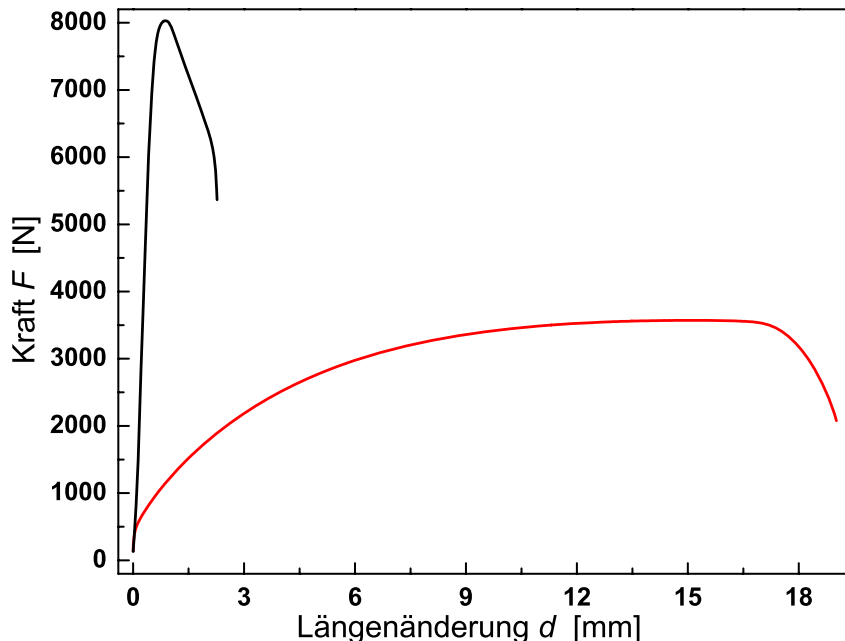


Abbildung 3.11: Zur Verdeutlichung des Einflusses der Mikrostruktur auf die mechanischen Eigenschaften eines Materials sind hier zwei identische Zugversuche dargestellt; eine wie-hergestellte Probe aus OFHC Cu (schwarz) und eine für 2,5 h bei $0,64 T_m$ ausgeheizte Probe gleicher chemischer Zusammensetzung (rot).

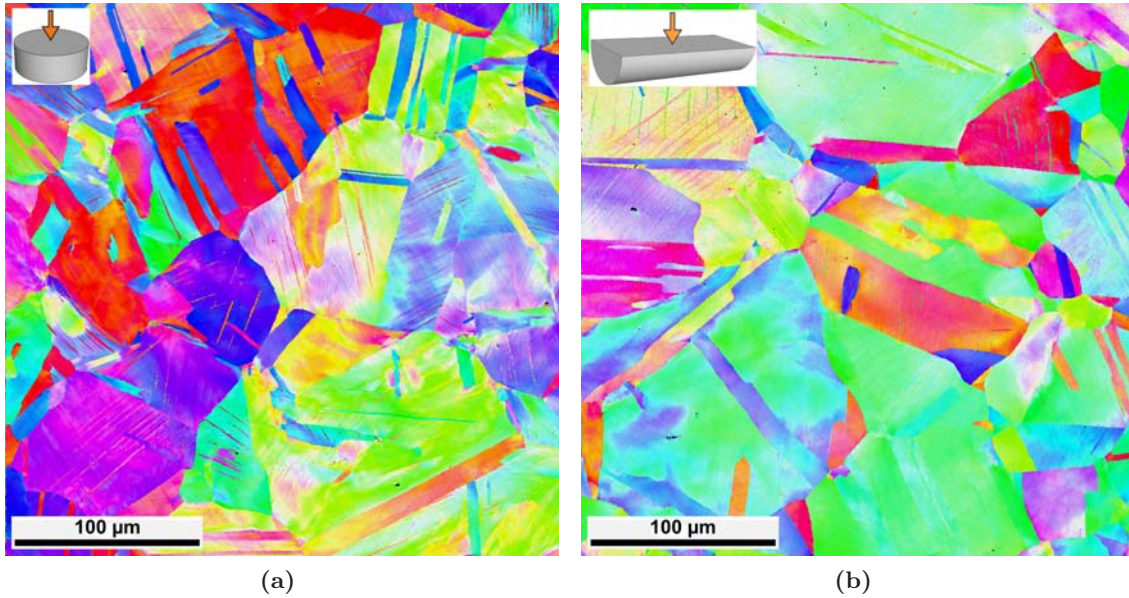


Abbildung 3.12: EBSD-Aufnahmen des verwendeten Edelstahls, dargestellt sind Schnittflächen (a) senkrecht und (b) parallel zur Stabachse. Die mittlere Korngröße liegt bei beiden Proben $\geq 70 \mu\text{m}$.

3.2.3 Vergleichbarkeit der Daten bzw. Validierung der m-SCS

Bei der Validierung einer Probengeometrie ist der Beweis anzutreten, dass sich mechanische Größen, welche die Verformung charakterisieren - unter Einhaltung aller anderen Randbedingungen - im Rahmen der Messgenauigkeit mit denen mittels einer herkömmlichen Probengeometrie ermittelten Größen reproduzieren lassen. In der vorliegenden Arbeit wurden dabei die Ergebnisse der SCS mit denen einer als Referenzgeometrie gewählten Standard-Zuggeometrie (DIN10002-1:2001(D)) verglichen; und zwar hinsichtlich des Tangentenmoduls, der Fließspannung und des Verfestigungsverhaltens.

Runde Standard-Zugproben nach DIN10002-1:2001(D) [57]:

Zur Validierung der aus den Verformungen mittels SCS-Probengeometrie gewonnenen Daten wurden der DIN-Norm entsprechend runde Standard-Zugproben hergestellt und anschließend mittels einer Prüfmaschine der Firma *INSTRON* (Modell: 4505) mit einem axialen Extensometer zur lokalen Messung der Längenänderung verformt. Abbildung 3.13 zeigt das Layout einer solchen Zugprobe. Die aus dem Experiment erhaltenen Zugkraft-Längenänderungs-Daten lassen sich aufgrund der einfachen Geometrie analytisch in die entsprechenden Spannungen und Dehnungen umrechnen:

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad \text{und} \quad \varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}, \quad (3.3)$$

wobei F die aufgewendete Zugkraft und ΔL die entsprechende Längenänderung repräsentiert bzw. S_0 und L_0 den geometrischen Abmessungen entsprechen, wie sie in Abbildung 3.13 beschrieben sind. Diese Umrechnungsvorschriften gelten allerdings nur, wenn sich der Querschnitt der Probe während der Verformung nicht verändert. Will man dies ebenfalls mit in Betracht ziehen, so lassen sich unter der Annahme der Volumenerhaltung folgende Beziehungen für die wahren Spannungen σ_{true} und Dehnungen $\varepsilon_{\text{true}}$ herleiten:

$$\sigma_{\text{true}} = \frac{F}{S_0} (1 + \varepsilon) \quad \text{und} \quad \varepsilon_{\text{true}} = \ln(1 + \varepsilon). \quad (3.4)$$

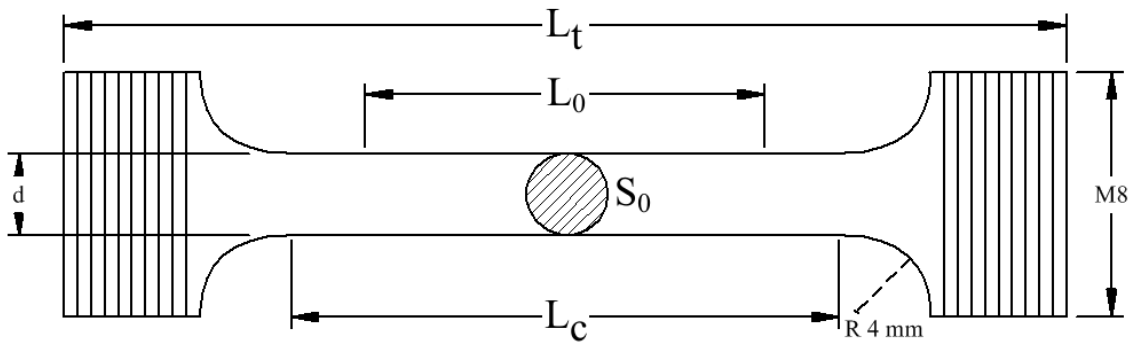


Abbildung 3.13: Schematischer Aufbau der verwendeten, runden Zugprobegeometrie nach DIN10002-1:2001(D) [57]. Dabei ist L_t die Gesamtlänge der Probe, L_c bzw. L_0 die sogenannte Versuchs- bzw. Anfangslänge, S_0 der Anfangsquerschnitt innerhalb der Versuchs- und Anfangslänge und d der Probendurchmesser in der Versuchs- und Anfangslänge.

Berücksichtigung der Schnitttradien der m-SCS - die effektive Stegbreite w_{eff}

Durch die Fertigung der m-SCS mittels Funkenerosion ergibt sich ein weiteres Problem. Wie in den Abbildungen 3.6(b) und C.3 deutlich zu erkennen ist, weicht die reale Form des Stegs aufgrund des endlichen Durchmessers des bei der Funkenerosion verwendeten Drahtes von der aus Gründen der Einfachheit in der Simulation idealisiert modellierten Rechteckform ab (vgl. Abb. 3.1(b)). Um diesem Sachverhalt Rechnung zu tragen, wurde mit Hilfe einer Bildanalyse-Software⁶, wie in Abbildung 3.14 erläutert, eine „wahre Stegfläche“ bestimmt und dann durch Division durch die Steghöhe h eine flächen-äquivalente, effektive Stegbreite w_{eff} errechnet, welche dann bei der FEM-Modellierung ihre Anwendung fand. An dieser Stelle sei erwähnt, dass für die Bestimmung von Absolutwerten zum Vergleich von Verformungen mit unterschiedlichen Probegeometrien eine solche Korrektur aufgrund der Schnitttradien sinnvoll ist. Bei der Untersuchung von Relativwerten,



Abbildung 3.14: Mit einer Bildanalyse-Software bearbeitete REM-Aufnahme des Stegbereichs einer m-SCS. Die „wahre Stegfläche“ ist schwarz und die Steghöhe h in orange dargestellt. Der flächen-äquivalente, rechteckige Stegquerschnitt, welcher in der FEM-Simulation benutzt wurde, ist blau gekennzeichnet und bestimmt so die effektive Stegbreite w_{eff} .

⁶UTHSCSA ImageTool for Windows Version 3.00; The University of Texas Health Science Center; San Antonio.

wie z.B. bei der Auswertung eines Aktivierungsvolumens (vgl. Abschnitt 4.3), genügt es jedoch meistens - sofern die gleiche Probengeometrie benutzt wird - alle betrachteten Verformungen in gleicher Weise zu „behandeln“ (gleiche Korrektur der Maschinensteifigkeit, gleiche Korrektur aufgrund der Schnittradien usw.).

Ergebnisse der Probencharakterisierung vor der mechanischen Verformung

Vor der Darstellung und Interpretation der entsprechenden Versuchsergebnisse sollen im Folgenden zunächst kurz die wichtigsten Daten zu den im Rahmen der Validierung verformten Proben zusammengefasst werden. Die dazu verwendeten Charakterisierungsmethoden sind ausführlich in Anhang C beschrieben.

s-SCS (zylinderförmig):

Länge	Durchmesser	Steghöhe	Stegbreite	Dehnrate
L	$B = D$	h	w	$\dot{\epsilon}$
24,97 mm	12,65 mm	2,135 mm	2,125 mm	$3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

m-SCS (quaderförmig):

Länge	Breite	Dicke	Steghöhe	Stegbreite		Dehnrate
L	B	D	h	w	w_{eff}	$\dot{\epsilon}$
7 mm	$515 \mu\text{m}$	$800 \mu\text{m}$	$120,75 \mu\text{m}$	$135 \mu\text{m}$	$142,08 \mu\text{m}$	$3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Standard-Zugproben:

Durchmesser	Querschnitt	Gesamtlänge	Versuchslänge	Anfangsmesslänge	Dehnrate
d	S_0	L_t	L_c	L_0	$\dot{\epsilon}$
5 mm	$19,63 \text{ mm}^2$	60 mm	30 mm	25 mm	$3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Alle Verformungen fanden bei Raumtemperatur statt. Die Ultraschallmessung ergab einen Wert von $\nu = 0,275$ für die Poisson-Zahl des verwendeten Edelstahl.

Zusammenfassung der Verformungsergebnisse

Abbildung 3.15 zeigt zusammengefasst die äquivalenten Spannungen und Dehnungen für einen Standard-Zugversuch (DIN10002-1:2001(D)), eine s-SCS- und eine m-SCS-Verformung des gewählten Edelstahl. Diese zeigen überaus gute Übereinstimmungen; vor allem das Verfestigungsverhalten ist in allen drei Kurven nahezu identisch. Jedoch ergeben sich im Falle des Tangentenmoduls und der Fließspannung gewisse Differenzen, die im Folgenden eingehender betrachtet werden sollen.

Die Genauigkeit bei der Bestimmung des Tangentenmoduls hängt empfindlich von der Methode zur Messung der Längenänderung während der Verformung ab. In der aktuellen Studie konnte zumindest für die Verformungen mittels SCS, lediglich der an der Prüfmaschine zurückgelegte Traversenweg zu Rate gezogen werden. Dementsprechend sind die Ergebnisse trotz der Korrektur für die Maschinensteifigkeit (inklusive des Probenaufnehmers) fehlerbehaftet. Die erhaltenen Werte liegen etwa 40 % unterhalb des Wertes der Ultraschallmessung (vgl. Abschnitt C.5) von $198,8 \pm 1,5 \text{ GPa}$. Andere lokale Messmethoden für die Längenänderung, wie z.B. die induktive, kapazitive oder optische Wegaufnahme, würden den Messfehler stark reduzieren, standen jedoch zum Zeitpunkt der Studie nicht zur Verfügung. Eine Auswertung des Tangentenmoduls beim Zugversuch (Erfassung der Längenänderungen mit Hilfe eines axialen Extensometers) liefert einen Wert von $\approx 162 \text{ GPa}$, lediglich 19 % unter dem Ultraschallwert.

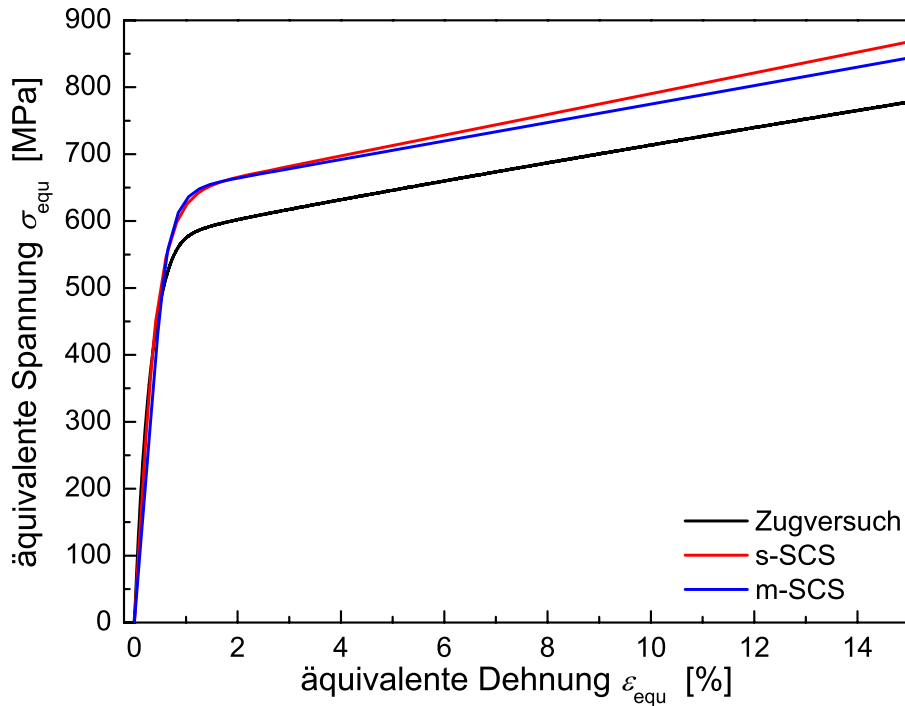


Abbildung 3.15: Äquivalente Spannungen und Dehnungen eines Zugversuchs (schwarz), einer s-SCS- (rot) und einer m-SCS-Verformung (blau) an rostfreiem Edelstahl (Werkstoff Nr. 1.4301). Alle Proben sind aus demselben Stabmaterial hergestellt worden.

Die erhaltenen Fließspannungen der SCS-Verformungen sind identisch, liegen jedoch um etwa 10 % höher als der entsprechende Wert des Zugversuchs. Dieser Sachverhalt wurde bereits von Rittel *et al.* beobachtet und auf den Einfluss von Reibungseffekten zwischen Probe und Pressplatten (im Falle der m-SCS zwischen Probe bzw. Probenaufnehmer und Pressplatten) zurückgeführt [41]. Im Vergleich zu den Arbeiten von Rittel *et al.*, wo der darauf zurückgeführte Fehler bei über 20 % lag, gelang es im Rahmen dieser Arbeit die Reibungseffekte weiter zu reduzieren. Die Konstruktion eines speziellen Probenaufnehmers für die Verformung der m-SCS-Proben (vgl. Abb. 3.7) verlagert außerdem genau diese Einflüsse von der Probe zum Probenaufnehmer, was zu einem hohen Maß an Reproduzierbarkeit bei diesen Verformungsexperimenten führt; eine wichtige Voraussetzung für die Anwendung der m-SCS in zukünftigen Messreihen, z.B. zur Untersuchung der zugrundeliegenden plastischen Verformungsmechanismen bei nk Metallen. Die im zweiten Teil dieses Kapitels vorgestellten Daten weisen also einen systematischen Fehler von $\approx 10\%$ auf.

Die m-SCS-Probengeometrie ist damit, genau wie der Standard-Zugversuch, durchaus geeignet mechanische Kenngrößen zu bestimmen. Ein in dieser Studie speziell angefertigter Probenaufnehmer erlaubt außerdem die Korrektur von systematischen Fehlern (z.B. Reibungseffekte, Maschinensteifigkeit usw.) und erleichtert durch die Gewährleistung eines hohen Grades an Reproduzierbarkeit die Durchführung von aufwendigeren Messreihen an nk Metallen.

Kapitel 4

Verformung der edelgaskondensierten, nanokristallinen Mischkristalllegierung Pd₉₀Au₁₀ mittels m-SCS

Nach der erfolgreichen Etablierung der m-SCS als Probengeometrie zur Bestimmung mechanischer Eigenschaften im vorherigen Kapitel, befasst sich dieser Abschnitt mit einer ersten Anwendung der m-SCS. Hierbei handelt es sich um Verformungen mittels m-SCS, bestehend aus der edelgaskondensierten, nanokristallinen (nk) Mischkristalllegierung Pd₉₀Au₁₀, sowohl bei Raumtemperatur als auch in flüssigem Stickstoff ($\approx 77\text{ K}$) bei verschiedenen Dehnraten im Bereich zwischen $3 \cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ und 1 s^{-1} . Daher beginnt dieses Kapitel mit einer Beschreibung des Herstellungsverfahrens der Edelgaskondensation. Danach folgt eine Zusammenfassung der Charakterisierungsergebnisse der unverformten Proben, sowie die Untersuchung des Einflusses der Funkenerosion auf die Mikrostruktur des verwendeten nk Materials. Anschließend werden die mittels m-SCS durchgeführten Verformungsexperimente und deren Ergebnisse sowohl dargestellt als auch diskutiert. Einen Abschluss findet das Kapitel durch die Interpretation der so gewonnenen Daten hinsichtlich einer Identifizierung von möglichen, der plastischen Verformung von nk Metallen zugrundeliegenden, Deformationsmechanismen.

4.1 Edelgaskondensation

Das Verfahren der Edelgaskondensation (engl.: *inert-gas condensation*, igc), wie es von Birringer *et al.* [77] Anfang der 80er Jahre vorgestellt und seitdem sukzessive verbessert wurde, ermöglicht heutzutage die Synthese von hochreinen, nanokristallinen Bulkmetallen bzw. -legierungen. In der aktuellen Studie wurde eine Mischkristalllegierung aus 90 at.% Palladium und 10 at.% Gold als Ausgangsmaterial verwendet, welche bei Raumtemperatur innerhalb eines Zeitraumes von mindestens 18 Monaten mikrostrukturelle Stabilität aufweist¹. Abbildung 4.1(a) beschreibt den schematischen Aufbau der verwendeten Edelgaskondensationsanlage. Dem gewünschten Mischungsverhältnis entsprechende Mengen an Palladium- (Reinheit 99.95 %) und Golddraht (Reinheit 99.99 %) werden in ein widerstandsbeheiztes Verdampferschiffchen aus Molybdänblech mit einer Aluminiumoxideinlage gefüllt und dann nach dem Einstellen eines geeigneten Vakuums (Basisvakuum bei ca. 10^{-7} mbar) in einer Heliumatmosphäre von 6 mbar thermisch verdampft. Die in die

¹Mikrostrukturelle Daten, wie Korngröße und Mikroverzerrung, welche durch verschiedene Röntgenmessungen innerhalb des genannten Zeitraums bestimmt wurden, untermauern dieses Stabilitätsargument. Im Gegensatz dazu zeigt nichtlegiertes, edelgaskondensiertes Palladium Kornwachstum bereits bei Raumtemperatur [78], und ist somit gänzlich ungeeignet für langwierige Probenpräparationen oder Experimente bei Raumtemperatur.

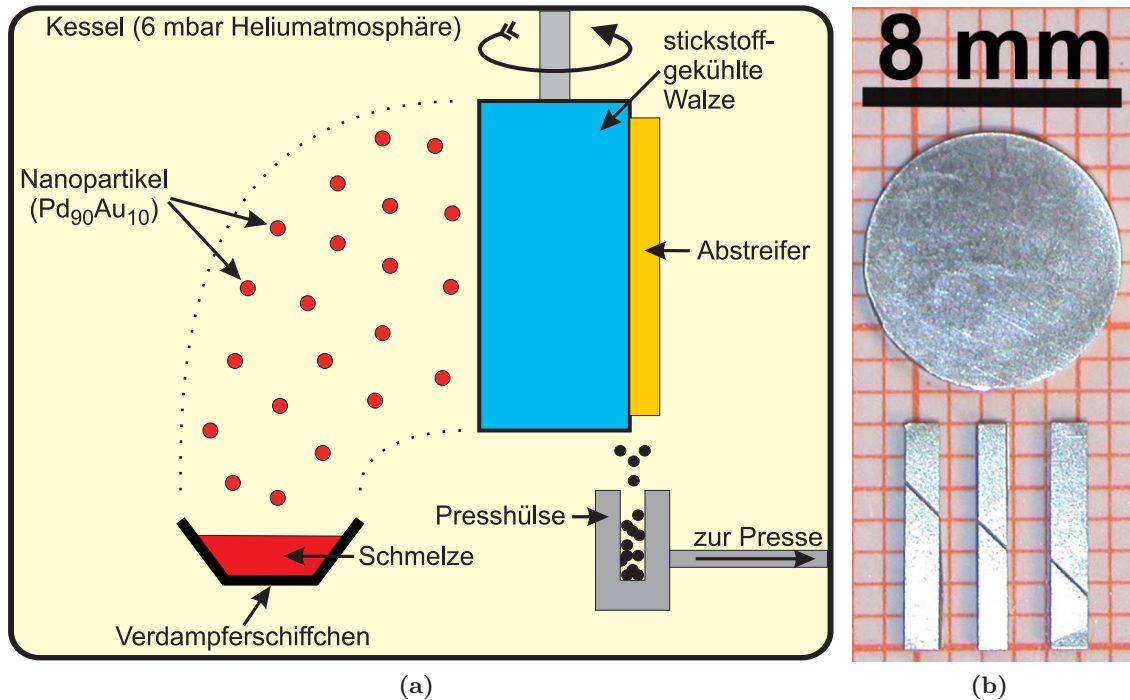


Abbildung 4.1: (a) verdeutlicht den schematischen Aufbau der verwendeten Edelgaskondensationsanlage während in (b) zum einen ein wie-hergestelltes, nanokristallines $\text{Pd}_{90}\text{Au}_{10}$ -Pellet (oben) und zum anderen drei daraus funkenerosiv herausgearbeitete m-SCS-Proben (unten) zu sehen sind.

Gasphase überführten Metallatome verlieren in der Edelgasatmosphäre durch Stöße mit Heliumatomen einen Teil ihrer kinetischen Energie und bilden schließlich kristalline Partikel mit einem Durchmesser von ungefähr 10 nm. Diese bewegen sich nun aufgrund des starken Temperaturgradienten von dem heißen Verdampferschiffchen weg in Richtung der mit flüssigem Stickstoff gekühlten Walze (Thermophorese) und lagern sich an ihr als loses Pulver ab. Ein Abstreifer aus einer flexiblen Kupfer-Beryllium-Legierung befördert das nanokristalline Pulver nun in eine Presshülse, wo es bei Drücken zwischen 1.8 GPa und 2 GPa zu einer 8 mm durchmessenden Tablette (Pellet) gepresst wird. Dabei variiert die Dicke der Pellets je nach gesammelter Pulvermenge zwischen $200\ \mu\text{m}$ und $1500\ \mu\text{m}$ (vgl. Abb. 4.1(b)). Die so hergestellten nk $\text{Pd}_{90}\text{Au}_{10}$ -Proben weisen eine Dichte zwischen 89 % und 95 % der theoretisch berechneten Dichte (vgl. Abschnitt C.4) und eine log-normale Kristallitgrößenverteilung [4] mit einer volumen-gewichteten mittleren Korngröße $\langle D \rangle_{\text{vol}}$ von 8 nm bis 10 nm auf. Außerdem zeigen gaschromatographische Untersuchungen nur geringfügige Verunreinigungen durch leichte Elemente wie Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff ($< 1\ \text{at.}\%$), während eine energie-dispersive Röntgenanalyse (EDX) mit einem Auflösungsvermögen von 0.1 gew.% keine Anzeichen für die Verunreinigung mit schweren Elementen findet.

4.2 Ergebnisse der Probencharakterisierung vor der Verformung

Die Tabellen 4.1 bzw. 4.2 zeigen zusammengefasst die Verformungsparameter, die geometrischen Abmessungen der verwendeten Proben und die Ergebnisse der im Vorfeld der Verformungen durchgeführten Probencharakterisierungen. Hierbei diente die Rasterelektronenmikroskopie (REM) der Bestimmung der Stegbreite w bzw. -höhe h . Die Weitwinkelröntgenbeugung (XRD) erlaubte eine Messung der Korngröße $\langle D \rangle_{\text{vol}}$, sowie des Gitterparameters a . Mit Hilfe der Dichtemessung wurde die Porosität P_{ges} und mittels Ultraschall-Puls-Echo-Verfahren die Poisson-Zahl ν der Proben ermittelt. Und schließlich gelang es mit dem *Focused Ion Beam* (FIB) kleine Lamellen aus dem wie-hergestellten Probenbereich bzw. dem funkenerodierten Stegbereich auszuschneiden, um in diesen dann mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) eine Korngrößenverteilung zu bestimmen. Eine ausführliche Beschreibung aller in dieser Arbeit verwendeten Charakterisierungsmethoden findet sich in Anhang C.

4.2.1 Einfluss der Funkenerosion auf die Mikrostruktur der m-SCS aus nanokristallinem Pd₉₀Au₁₀

Wie in Abschnitt 3.1.2 schon erläutert, wurden alle m-SCS mittels Funkenerosion gefertigt. Dieses Verfahren basiert auf einem durch eine Lichtbogenentladung stark lokalisierten Aufschmelzen der Probe, welches demzufolge eine gewisse lokale Erwärmung induziert. Eine Vielzahl von Untersuchungen haben jedoch gezeigt, dass die Mikrostruktur von nk Materialien nur begrenzt temperaturstabil ist [78, 79]. Aus diesem Grund wurden mittels *Focused Ion Beam* (FIB, vgl. Abschnitt 4.2.2) kleine Lamellen ($\approx 40 \mu\text{m} \times 15 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$) aus dem funkenerodierten Steg und einem wie-hergestellten Probenbereich entnommen (siehe Abb. 4.2(a)) und diese zur weiteren Untersuchung mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie an einigen Stellen auf die dafür erforderliche Dicke gedünnt (siehe Abb. 4.2(b)).

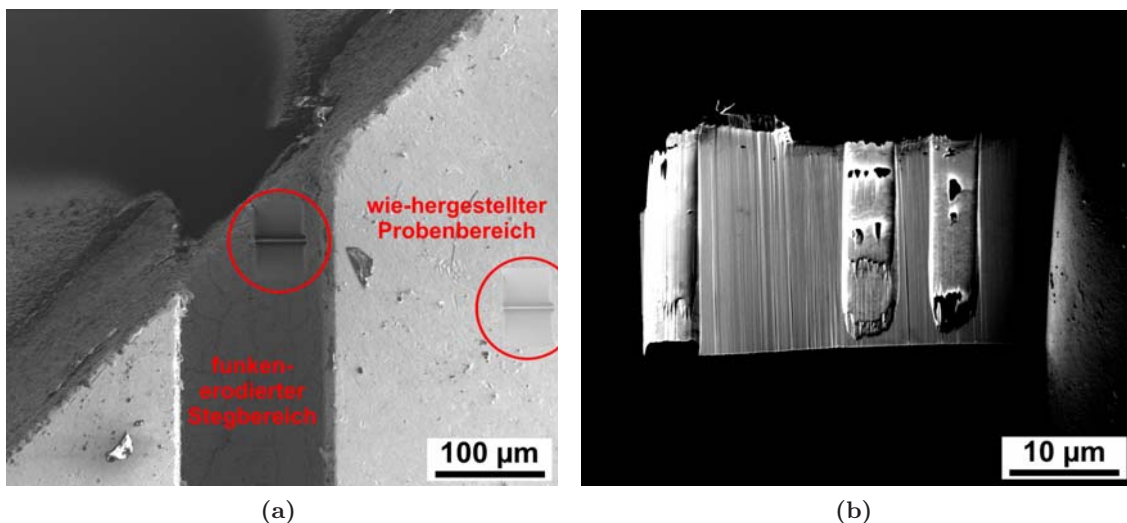


Abbildung 4.2: REM-Aufnahmen einer mittels *Focused Ion Beam* (FIB) bearbeiteten m-SCS. (a) zeigt die Positionen, an denen zur Untersuchung der Mikrostruktur mit Hilfe des FIB Lamellen aus dem Material herausgeschnitten wurden und in (b) ist eine typische, in drei Bereichen gedünnte Lamelle dargestellt.

Verformungen bei Raumtemperatur						
Probenbezeichnung	220108-1 B3	110208-1 B2	300108-3 B2	171207-2 B2	220108-1 B1	
Dehrrate $\dot{\epsilon}$ [s ⁻¹]	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^0$	
Temperatur T [K]	295					
Länge L [mm]	7					
Dicke D [μ m]	775	750	933	820	775	
Breite B [μ m]	860	1075	1090	1180	1260	
Stegbreite w [μ m]	123,5	113,2	151,9	130,8	123,5	
Steghöhe h [μ m]	150,6	144,2	193,7	163,1	150,6	
Korngröße $\langle D \rangle_{\text{vol}}$ [nm]	$9,9 \pm 2,7$	$10,0 \pm 2,5$	$8,2 \pm 1,6$	$11,1 \pm 2,5$	$10,8 \pm 2,9$	
Gitterparameter a [pm]	390,922	391,088	390,706	390,922	390,922	
Porosität P_{ges} [%]	7,5	8,2	8,6	8,7	7,5	
Poisson-Zahl ν	0,36					

Tabelle 4.1: Zusammenfassung der Verformungsparameter, der geometrischen Abmessungen und der Ergebnisse der Charakterisierungen der nanokristallinen Pd₉₀Au₁₀-Proben, die im späteren Verlauf bei Raumtemperatur verformt wurden.

		Verformungen in flüssigem Stickstoff		
Probenbezeichnung	071207-1 B2	240108-2 B1	131207-1 B2	180208-1 B2
Dehnrate $\dot{\epsilon}$ [s ⁻¹]	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-1}$
Temperatur T [K]	77			
Länge L [mm]	7			
Dicke D [μm]	847	697	818	679
Breite B [μm]	1085	1290	1185	980
Stegbreite w [μm]	132,2	105,7	124,2	103
Steghöhe h [μm]	159,7	140,4	157,2	123,6
Korngröße $\langle D \rangle_{\text{vol}}$ [nm]	$9,9 \pm 2,6$	$10,0 \pm 2,8$	$9,6 \pm 2,4$	$9,7 \pm 3,4$
Porosität P_{ges} [%]	5,7	8,6	7,3	11
Poisson-Zahl ν	0,36			

Tabelle 4.2: Zusammenfassung der Verformungsparameter, der geometrischen Abmessungen und der Ergebnisse der Charakterisierungen der nanokristallinen Pd₉₀Au₁₀-Proben, die im späteren Verlauf in flüssigem Stickstoff verformt wurden.

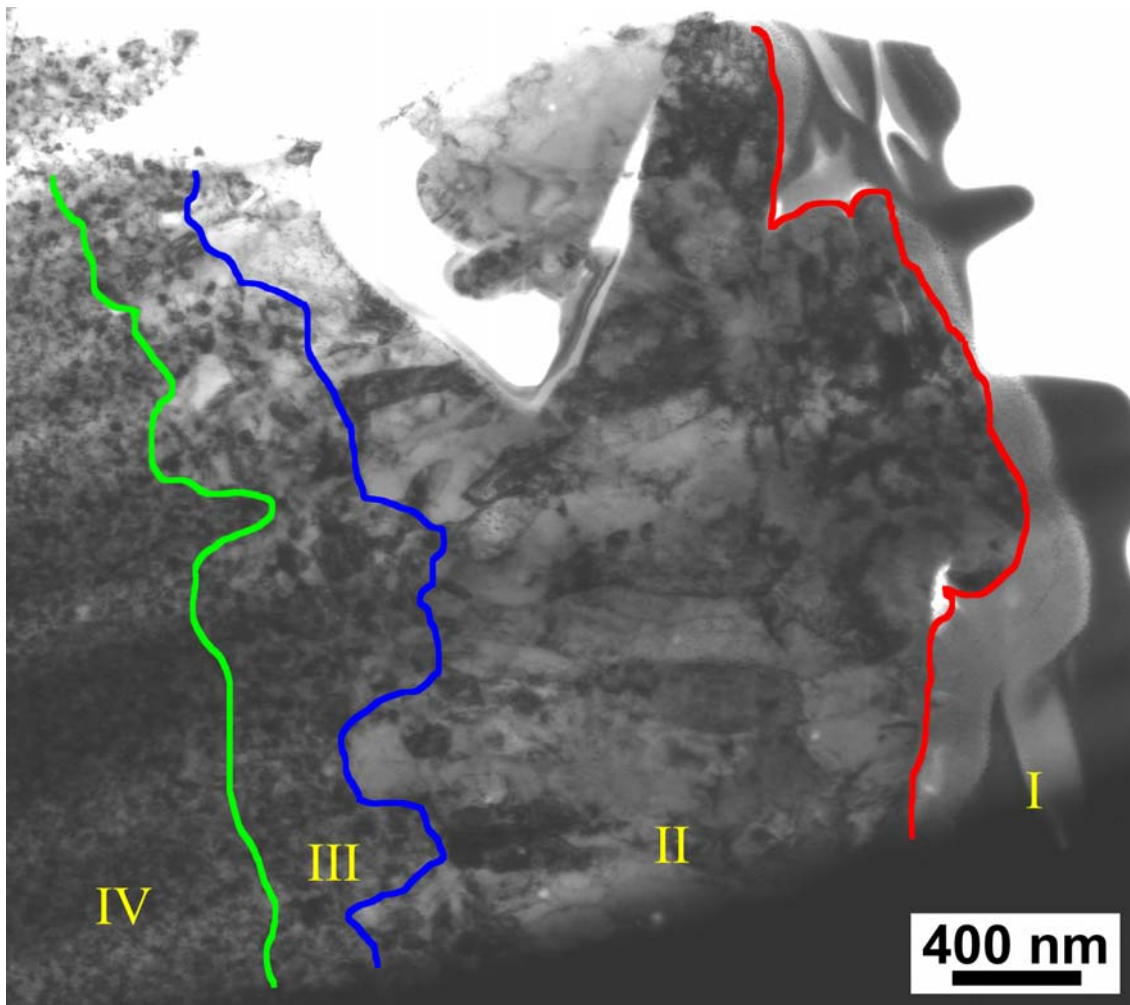


Abbildung 4.3: Untersuchung des Einflusses der Funkenerosion auf die Mikrostruktur einer nanokristallinen Probe aus Pd₉₀Au₁₀ anhand einer TEM-Hellfeldaufnahme des funkenerodierten Stegbereichs. Die verschiedenen Einflussbereiche sind farblich voneinander getrennt. Die römischen Ziffern entsprechen den im Text verwendeten. Die Probenoberfläche befindet sich auf der rechten Seite des Bildes.

Abbildung 4.3 zeigt den Einfluss der Funkenerosion auf die Mikrostruktur der Proben anhand einer TEM-Hellfeldaufnahme der aus dem funkenerodierten Stegbereich entnommenen Lamelle. Dabei lassen sich vier unterschiedliche Bereiche identifizieren:

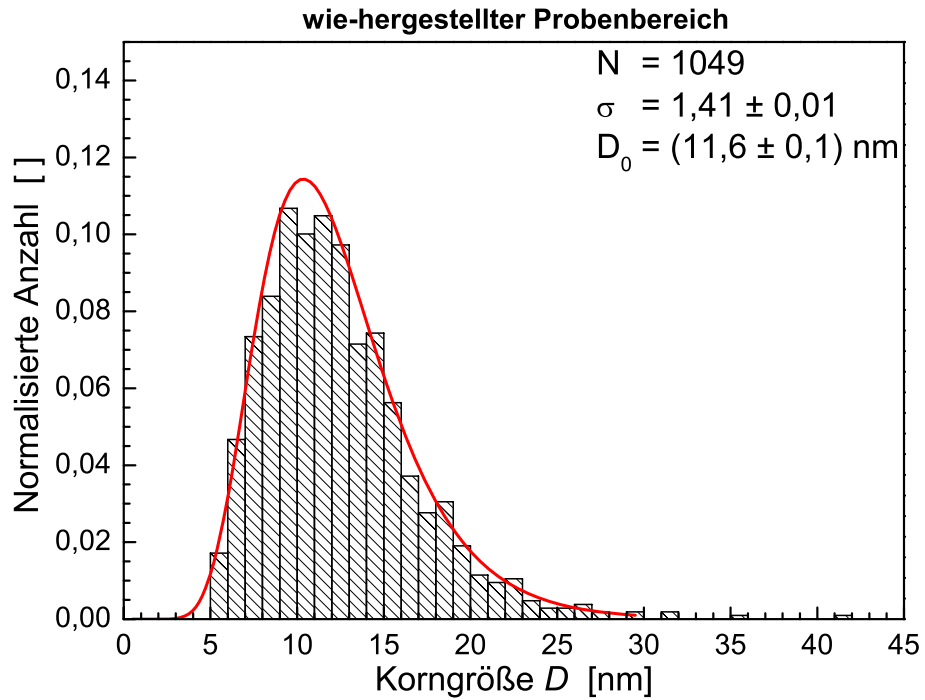
- I) Platinschicht der Dicke 0,5 μm bis 1 μm an der Probenoberfläche, die als Schutz des Materials vor der Benutzung des FIB auf den auszuschneidenden Probenbereich aufgedampft worden ist.
- II) ca. 2 μm breite, grobkristalline Pd₉₀Au₁₀-Schicht bestehend aus 0,5 μm bis 1 μm großen Kristalliten.
- III) ca. 0,5 μm breite Übergangsschicht aus Pd₉₀Au₁₀ mit Korngrößen zwischen 100 nm und 500 nm.
- IV) nanokristallines Bulkmaterial; eine nähere Untersuchung dieses Bereiches und ein Vergleich mit dem wie-hergestellten Probenbereich folgt später.

Bezogen auf die komplette Stegbreite w einer m-SCS ($100\ \mu\text{m} < w < 150\ \mu\text{m}$) beeinflusst die Funkenerosion also lediglich die Mikrostruktur einer etwa $5\ \mu\text{m}$ breiten Schicht. Dies entspricht, je nach Stegbreite, etwa 3 % bis 5 % des Gesamtstegvolumens; dementsprechend sollten die mechanischen Eigenschaften des nk Bulkmaterials das Verformungsverhalten der funkenerodierten m-SCS dominieren.

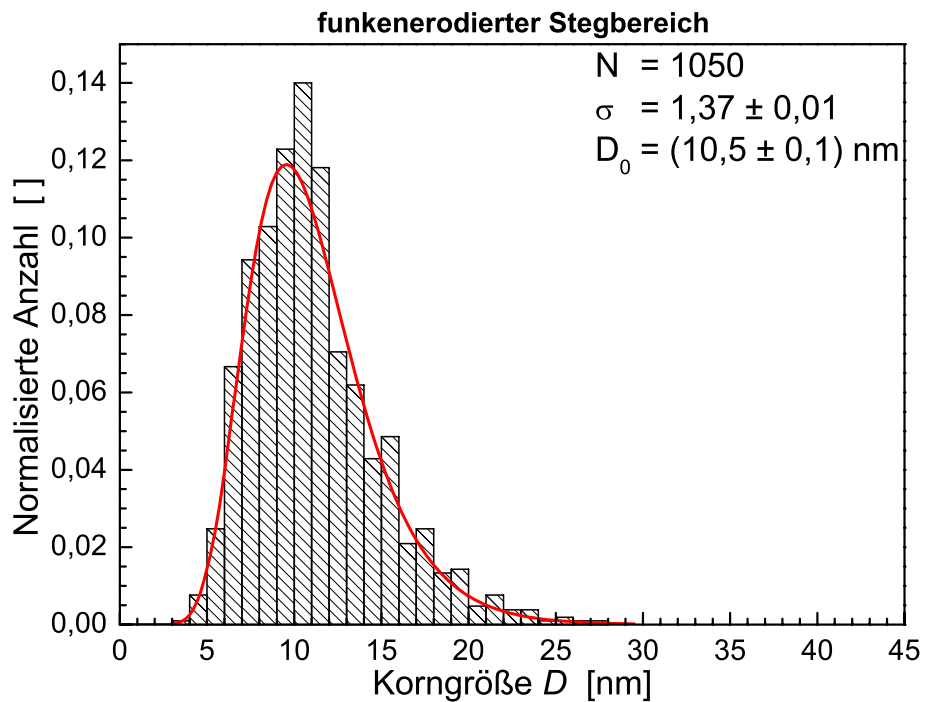
Nun bleibt noch zu klären, ob das nk Bulkmaterial im Inneren des Stegs mit dem wie-hergestellten Material fernab von den Einflüssen der Funkenerosion identisch ist. Dazu wurden TEM-Dunkelfeldaufnahmen von beiden ausgeschnittenen und gedünnten Lamellen angefertigt und durch die Vermessung von jeweils mehr als 1000 Kristalliten die Korngrößenverteilungen bestimmt. Die beiden in Abbildung 4.4 dargestellten Histogramme enthalten die Ergebnisse dieser Untersuchung und die entsprechenden Anpassungen unter Annahme einer lognormalen Korngrößenverteilungsfunktion $f(D)$ der Form [4]:

$$f(D) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} D \ln \sigma} \cdot \exp \left[-\frac{(\ln D - \ln D_0)^2}{2(\ln \sigma)^2} \right] \quad (4.1)$$

mit D_0 als Median und σ als Breite der lognormalen Korngrößenverteilung. Die Anpassungen ergeben annähernd identische Werte für Steg- und wie-hergestelltes Probenvolumen. Die funkenerosive Bearbeitung der nk Proben führt also bis auf eine $2,5\ \mu\text{m}$ dicke „Irritationsschicht“ zu keiner signifikanten Änderung der Mikrostruktur.



(a)



(b)

Abbildung 4.4: Aus TEM-Dunkelfeldaufnahmen bestimmte Korngrößenverteilungen (a) im wie-hergestellten Probenbereich und (b) im funkenerodierten Stegbereich einer m-SCS aus nanokristallinem Pd₉₀Au₁₀. Für jedes Histogramm sind sowohl die Anzahl der vermessenen Körner N als auch die aus der Anpassung (rote Linie) mittels Gleichung (4.1) erhaltenen Parameter D_0 (Median) und σ (Breite der Verteilung) angegeben [Mit freundlicher Erlaubnis von Manuel Grewer].

4.2.2 Focused Ion Beam (FIB)

Der *Focused Ion Beam* (FIB) ist eine relativ neuartige Technik zur Probenstrukturierung auf der Nanometerskala. Beim FIB wird üblicherweise ein stark fokussierter Strahl aus Ga⁺-Ionen benutzt, um ähnlich wie beim Elektronenstrahl eines Rasterelektronenmikroskops die Probenoberfläche abzutasten oder sogar Material von dieser abzutragen. Abbildung 4.5(a) zeigt den schematischen Aufbau eines solchen Systems, welches in der Basiskonfiguration aus einer Flüssigmetall-Ionenquelle (Ga⁺), einer Ionenstrahlsäule (zur Fokussierung und Ablenkung des Ga⁺-Ionenstrahls), einem Gas-Injektions-System (zur gezielten Abscheidung bestimmter Materialien auf der Probenoberfläche), einem Detektorsystem (zur Bildgebung durch die Erfassung von Sekundärelektronen bzw. Sekundärionen) und einem 5-achsigen Probenhalter besteht, die allesamt in einer Vakuumkammer untergebracht sind. Ein FIB ist grundsätzlich in der Lage die Probenoberfläche darzustellen, durch Abscheidung Material auf diese anzulagern oder durch einen dem Sputtern sehr ähnlichen Prozess Material abzutragen. In Abbildung 4.5(b) sind die wichtigsten möglichen Wechselwirkungen zwischen dem Ionenstrahl und dem Probenmaterial schematisch dargestellt. Verfügen also die auftreffenden Ga⁺-Ionen über genügend Energie, so können mit einer hervorragenden räumlichen Auflösung (vergleichbar mit einem REM) sowohl Sekundärelektronen als auch größere Teilchen (Ionen oder Atome im neutralen Zustand) aus dem Material herausgelöst und so je nach Zielsetzung die Probenoberfläche dargestellt bzw. Strukturen auf derselben erzeugt werden. An dieser Stelle sei erwähnt, dass ein geringer Prozentsatz der auftreffenden Ionen (wie auch schon in Abb. 4.5(b) angedeutet) im Material zurückbleiben kann. Weiterführende Informationen über die Grundlagen des FIB und dessen Anwendungsmöglichkeiten finden sich zum Beispiel in [80]. In dieser Arbeit wurde ein Strata 400 STEM der Firma FEI (*Karlsruhe Nano Micro Facility, KNMF*) zur Präparation von Proben für die Transmissionselektronenmikroskopie (siehe Abschnitt C.3) genutzt.

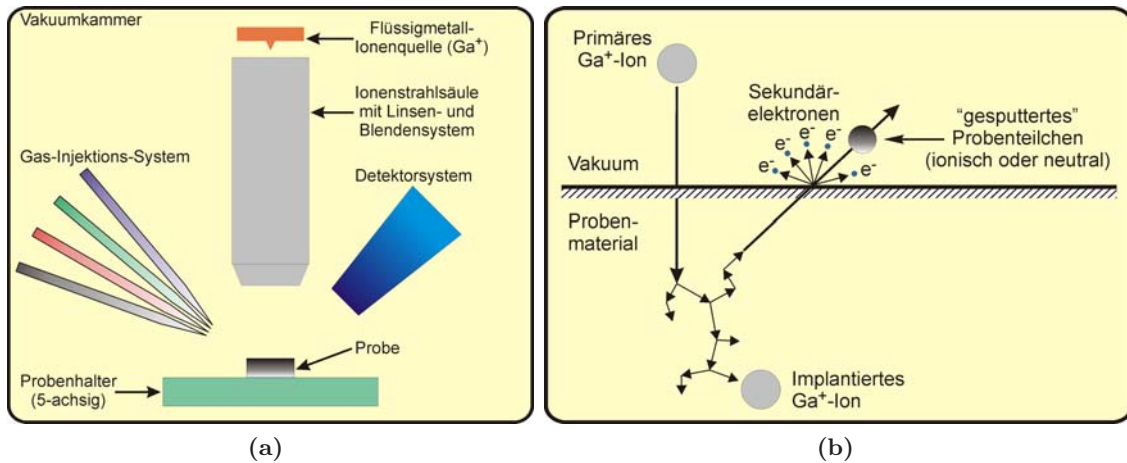


Abbildung 4.5: (a) Schematischer Aufbau eines typischen FIB-Systems und (b) Veranschaulichung der wichtigsten Ion-Probe-Wechselwirkungen in einem solchen Gerät.

4.3 Verformung von nanokristallinem Pd₉₀Au₁₀ mittels m-SCS bei Raumtemperatur

Die charakterisierten m-SCS wurden mit Hilfe des in Abschnitt 3.1.3 beschriebenen Aufbaus mit verschiedenen Dehnraten im Bereich zwischen $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und 1 s^{-1} bei Raumtemperatur verformt. Die daraus resultierenden experimentellen Daten sind in Abbildung 4.6 dargestellt. Hierbei sei noch einmal erwähnt, dass Unterschiede in geometrischen Parametern (Stegbreite und Steghöhe) der m-SCS dazu führen, dass vor der Evaluation der Spannungs-Dehnungs-Daten eine Aussage über mögliche Trends rein aus den experimentellen Daten in Abbildung 4.6 nicht sinnvoll wäre. Jedoch zeigten alle Proben mit Ausnahme der Verformung mit der höchsten Dehnrates (1 s^{-1} ; türkisfarbene Kurve in Abb. 4.6) ausgeprägte plastische Verformungsbereiche. Langsamere Dehnraten konnten von der benutzten Prüfmaschine der Firma *INSTRON* nicht stabil realisiert werden. Die Bestimmung der geometrieunabhängigen Spannungs-Dehnungs-Daten erfolgte wie in Abschnitt 3.1.1 beschrieben mittels FEM-Simulationen, wobei in allen hier betrachteten Verformungen Korrekturen für die aufgrund der funkenerosiven Fertigung entstandenen endlichen Schnitttradien keine Anwendung fanden, Korrekturen wegen der Maschinensteifigkeit bzw. wegen der Steifigkeit des Probenaufnehmers jedoch berücksichtigt wurden. Die daraus resultierenden Spannungs-Dehnungs-Kurven sind in Abbildung 4.7 zusammengefasst. An dieser Stelle sei erwähnt, dass für die Darstellung der Daten in diesem Diagramm Dehnungen im Bereich bis ca. 20% ausgewählt wurden. Tatsächlich erreichten die in Abbildung 4.6 gezeigten Verformungsexperimente weitaus größere Dehnungen

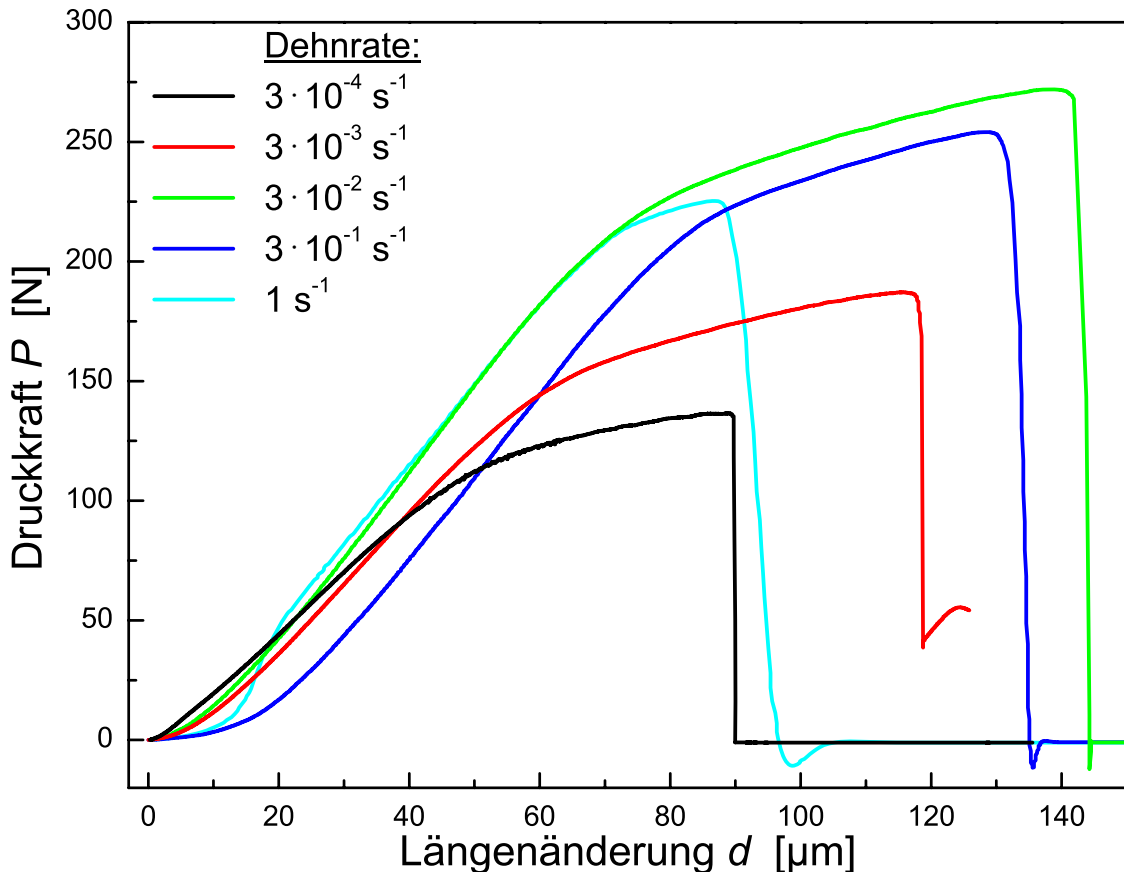


Abbildung 4.6: Experimentelle Daten der bei Raumtemperatur mittels m-SCS verformten nanokristallinen Pd₉₀Au₁₀-Proben. Gezeigt sind die Verformungsdaten für Dehnraten im Bereich zwischen $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und 1 s^{-1} .

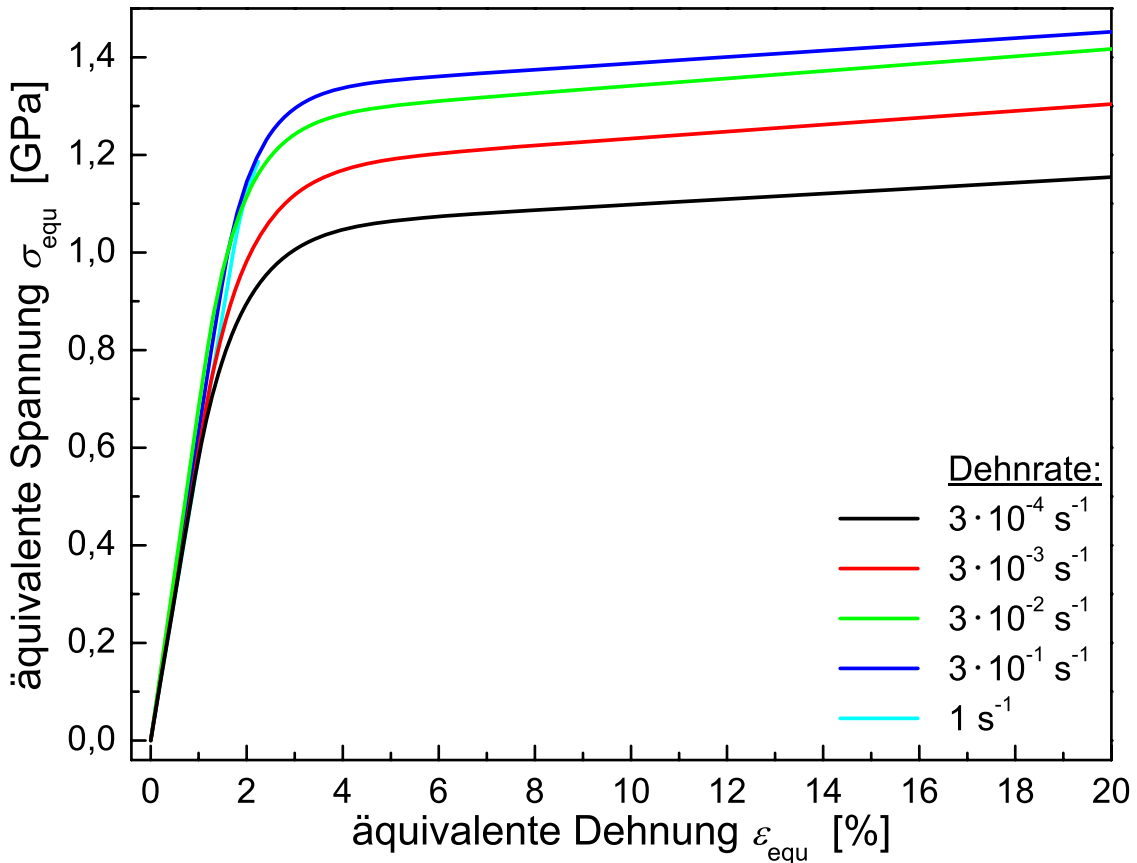


Abbildung 4.7: Spannungs-Dehnungs-Kurven der bei Raumtemperatur mittels m-SCS verformten nanokristallinen Pd₉₀Au₁₀-Proben. Gezeigt sind die Verformungsdaten für Dehnraten im Bereich zwischen $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und 1 s^{-1} .

bis hin zu $\approx 40\%$. Jedoch lag das Hauptaugenmerk dieser Studie auf dem elastisch-plastischen Übergangsbereich. Die Beschränkung der Daten auf einen Dehnungsbereich $\leq 20\%$ ist also nicht physikalischen Ursprungs, sondern ergibt sich aus der Wahl des Verfestigungsgesetzes (3.1) und dem Interesse an einer erhöhten Anpassungsqualität im elastisch-plastischen Übergangsbereich.

Die angepassten Tangentenmoduli liegen allesamt, wie erwartet, ca. 40% unter den Werten der Ultraschallmessung von $(116,3 \pm 1,8) \text{ GPa}$ (vgl. Abschnitt 3.2). Dies ist jedoch fast ausschließlich auf den Fehler bei der Bestimmung der Längenänderung über den Verfahrensweg der Traverse zurückzuführen.

Charakteristisch für alle Verformungen ist der stark ausgeprägte elastisch-plastische Übergangsbereich, der allerdings die Angabe einer Fließspannung auf den ersten Blick unmöglich macht bzw. deren Bestimmung über den bei der Verformung grobkristalliner Materialien gemeinhin üblichen 0,2%-Offset (vgl. Abschnitt 4.3.2 für Details) wenig sinnvoll erscheinen lässt. Die Ursprünge dieser Ausprägung sind bislang noch nicht gänzlich verstanden, mögliche Gründe für einen derartigen Verlauf sind:

Anelastische Relaxation:

Anelastische Relaxation tritt auf in Form einer elastischen Dehnung, welche nicht nur von der anliegenden Spannung, sondern auch von deren zeitlicher Änderung abhängt. Die dabei auftretenden Dehnungen sind zwar (elastisch) reversibel, die zugrundeliegenden Zeitkonstanten allerdings üblicherweise sehr viel größer als bei der instantanen, linearen (Hook'schen) Elastizität. Die anelastische Relaxation wird im Allgemeinen auf eine innere Reibung zurückgeführt, welche sich in der Mehrzahl der Fälle auf die thermisch aktivierte Bewegung verschiedener Defekte (Punktdefekt-Relaxation, Versetzungs-Relaxation, Grenzflächen-Relaxation, thermoelastische Relaxation usw.) gründet [81]; eine genaue Identifikation der verantwortlichen Mechanismen fällt allerdings ohne entsprechende Untersuchungen schwer. Der Nachweis solcher anelastischer Effekte gelang bereits Ende der achtziger Jahre bei nk Palladium [82, 83]. Aktuelle Kriechexperimente an nk Pd₉₀Au₁₀ führen zu ähnlichen Ergebnissen [84]. Diese lassen jedoch keine quantitativen Aussagen über den Anteil anelastischer Effekte an den hier durchgeführten Verformungen zu.

Mikroplastizität:

Unter Mikroplastizität versteht man das Auftreten lokaler plastischer Dehnungen in einem polykristallinen Material während einer Verformung. Solche Dehnungen haben ihren Ursprung in einer heterogenen Verteilung der inneren Spannungen. Diese Heterogenität ergibt sich beispielsweise durch die Verteilung von Korngrößen und Kornorientierungen, die lokale Variation der chemischen Zusammensetzung oder elastische Anisotropien und ähnlichen Inhomogenitäten im Inneren bzw. an der Oberfläche der untersuchten Proben [85]. Die in dieser Studie verformten nk Materialien zeigen zwar nur eine geringe Variation der chemischen Zusammensetzung, jedoch weisen sowohl Palladium als auch Gold eine vergleichsweise hohe elastische Anisotropie auf². Den mit Abstand größten Einfluss auf die Mikroplastizität sollte allerdings die vorliegende Korngrößenverteilung haben. Im Gegensatz zu einem grobkristallinen Werkstoff bietet ein nk Material bei gleicher Proben dimension nicht nur wegen dem sehr hohen Anteil an ungeordneten Korngrenzatomten, sondern auch aufgrund der schiereren Menge an Körnern sehr viel mehr Möglichkeiten für eine Lokalisierung der plastischen Dehnung. So zeigen Untersuchungen von Brandstetter *et al.* [87] an elektrodeponiertem, nk Nickel über die Analyse von Röntgenbeugungsprofilen bei Korngrößen von ca. 30 nm eine mikroplastische Verformung bis ungefähr 0,7 % Dehnung, darüber hinaus Makroplastizität. Aktuelle theoretische Studien von Li *et al.* [88] am gleichen Materialsystem bestätigen ebenfalls eine Verlagerung des Einsetzens makroskopischer Plastizität zu höheren Dehnungen hin. Dabei wurde die uniaxiale Zugverformung einer nk Probe in eine FEM-Simulation implementiert und innerhalb der Probe eine Verteilung der Schmid-Faktoren [89] angenommen (ein Schmid-Faktor pro Korn). Bei noch kleineren Korngrößen, wie z.B. bei dem untersuchten Materialsystem Pd₉₀Au₁₀ mit Korngrößen $\langle D \rangle_{\text{vol}}$ von ca. 10 nm, sollte der Übergang zwischen Mikro- und Makroplastizität sogar noch später geschehen; eine systematische Untersuchung dieses Sachverhaltes steht für die verwendete Legierung jedoch noch aus. Daher lässt sich an dieser Stelle keine Aussage über den Anteil der Mikroplastizität am beobachteten ausgedehnten, elastisch-plastischen Übergangsbereich treffen.

spannungsgetriebenes Kornwachstum (*coupling*):

Die Mikrostruktur von nk Materialien ist bei Raumtemperatur aus rein thermodynamischen Gründen im Allgemeinen instabil [78]. Durch Defekte, Verunreinigungen oder gezielten Einbau von Fremdatomen lässt sich diese allerdings auch bei höheren Temperaturen stabilisieren [90]. Bei der Verformung solcher Materialien ist nicht nur die Temperatur eine bestimmende Größe für die mikrostrukturelle Stabilität. Aktuelle Arbeiten, sowohl theoretischer [18] als auch experimenteller

²Definiert man den Grad der elastischen Anisotropie über den Quotienten $\frac{(C_{11}-C_{12})}{2C_{44}}$ der elastischen Steifigkeiten [86], so ergäbe sich für ein elastisch perfekt isotropes Material ein Wert von 1; je größer die Abweichung von diesem Wert desto stärker die elastische Anisotropie. Für Palladium erhält man so einen Wert von 0,356 und für Gold einen Wert von 0,343 [86]; beide Metalle zeigen also diesbezüglich ein ähnlich ausgeprägtes Verhalten.

Natur [91, 92], zeigen bei der Verformung von nk Materialien bereits bei niedrigen Temperaturen (ca. $0,15 T_m$) Kornwachstum; und zwar aufgrund der auftretenden Spannungen. Die zugrundeliegenden Mechanismen sind zum Teil noch unbekannt, eine mögliche Erklärung wäre die Kopplung (engl.: *coupling*) der auftretenden Scherspannungen τ an eine Bewegung der Korngrenzen - sowohl parallel als auch senkrecht zu τ . Dadurch wird nicht nur eine Deformation realisiert, sondern zeitgleich auch Kornwachstum ermöglicht [18, 93]. Erste Anzeichen für eine solche Kornvergrößerung zeigten sich im Laufe dieser Arbeit; eine systematische Untersuchung steht jedoch noch aus. Es ist außerdem zum jetzigen Zeitpunkt noch unklar, ob es sich um einen kontinuierlichen Effekt handelt oder ob eine „Grenzspannung“ existiert, ab der das Kornwachstum erst induziert wird. Daher lässt sich ein Einfluss auf den elastisch-plastischen Übergangsbereich, sei er nun direkter Natur durch eine spannungsgetriebene Bewegung der Korngrenzen oder indirekter Natur durch eine Veränderung der Korngrößenverteilung während der Verformung, nicht ausschließen.

Ein derart ausgeprägter elastisch-plastischer Übergangsbereich verhindert oder erschwert in manchen Fällen eine weiterführende Auswertung der Versuchsergebnisse. So erweist sich die Bestimmung der Fließspannung σ_y und auch damit verbundener physikalischer Größen, wie die Dehnratensensitivität m und das Aktivierungsvolumen Ω , als äußerst problematisch. Dehnratensensitivität und Aktivierungsvolumen dienen üblicherweise als wichtige Informationsquellen bei der Identifikation der zugrundeliegenden plastischen Deformationsmechanismen. Daher richtet sich das Hauptaugenmerk in diesem Abschnitt der aktuellen Studie auf die Auswertung eben dieser drei Größen. Vor der Beschreibung verschiedener Möglichkeiten zur Untersuchung der Fließspannung sollen im Folgenden zunächst die beiden anderen physikalischen Größen und deren Bestimmungsgleichungen vorgestellt werden.

4.3.1 Dehnratensensitivität m und Aktivierungsvolumen Ω

Die Dehnratensensitivität m ist eine phänomenologische bzw. technische Größe, welche den Einfluss der von der Prüfmaschine auf die Probe aufgetragenen Dehnrates $\dot{\epsilon}$ auf deren Verformung zum Ausdruck bringt. Sie ermöglicht außerdem eine Abschätzung der Nukleationsrate des die Deformation kontrollierenden Fließdefekts und ergibt sich aus den Versuchsergebnissen über folgende Beziehung [94]

$$m = \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right|_{T, \epsilon_p, \{y\}}. \quad (4.2)$$

Dabei hat die Auswertung der Spannungen σ trotz verschiedener Dehnrates $\dot{\epsilon}$ stets bei der gleichen plastischen Dehnung ϵ_p zu erfolgen, und zwar bei einer konstanten Temperatur T unter der Voraussetzung, dass die Mikrostruktur $\{y\}$ der untersuchten Proben zu diesem Zeitpunkt vergleichbar ist. An dieser Stelle sei angemerkt, dass die Auswertung von m üblicherweise bei einer festen (Gesamt-)Dehnung ϵ erfolgt, aus Gründen der Vergleichbarkeit wurden jedoch immer feste plastische Dehnungen ϵ_p gewählt.

Bei dem Aktivierungsvolumen Ω handelt es sich um eine experimentell zugängliche Größe, welche abhängig ist von der Natur des dominierenden Deformationsmechanismus. Besonders große Werte von Ω zwischen $10^2 b^3$ und $10^3 b^3$ lassen beispielsweise auf eine Dominanz versetzungsbasierter Plastizität schließen, während Werte im Bereich von $0,02 b^3$ und $0,1 b^3$ charakteristisch sind für eine Bewegung von Punktdefekten wie sie bei Kriechprozessen auftreten³ [95]. Das Aktivierungsvolumen lässt sich folgendermaßen berechnen [94]

$$\Omega = - \left. \frac{\partial \Delta G(\sigma, \hat{\tau})}{\partial \sigma} \right|_{T, \epsilon_p, \{y\}} = k_B T \cdot \left. \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_p}{\partial \sigma} \right|_{T, \epsilon_p, \{y\}} \quad (4.3)$$

³Das Aktivierungsvolumen wird üblicherweise in Einheiten von b^3 angegeben. Dabei ist b der Betrag des sogenannten Burgers-Vektors, welcher eine charakteristische, materialabhängige Größe in der Versetzungstheorie darstellt. Weitere Details zu diesem Thema finden sich unter anderem in [38, 75].

mit der Gibbs'schen freien Aktivierungsenergie ΔG , der Boltzmann-Konstanten k_B ($= 1,38 \cdot 10^{-23} \frac{\text{J}}{\text{K}}$) und der plastischen Dehnrate $\dot{\epsilon}_p$. Dabei ist ΔG die Energie, welche durch thermische Fluktuationen bei einer festen Spannung σ aufgebracht werden muss, um eine Sattelpunkt-konfiguration des Scherwiderstandes $\hat{\tau}$ zu erreichen und so einen Prozess plastischer Verformung zu initiieren.

4.3.2 Bestimmung der Fließspannung

Basierend auf den in Abschnitt 4.3 beschriebenen Ursachen für einen ausgeprägten, elastisch-plastischen Übergangsbereich in den Spannungs-Dehnungs-Kurven der verformten nk m-SCS, gibt es verschiedene mögliche Ansätze zur Bestimmung der Fließspannung. Im Folgenden sollen einige davon vorgestellt und auf ihre Anwendbarkeit auf die Daten der aktuellen Studie überprüft werden:

0,2 %-offset Fließspannung:

Dies ist die üblicherweise bei grob- und feinkristallinen Materialien verwendete Größe zur Angabe einer Fließspannung. Da das exakte elastische Limit oftmals kaum oder nur schwer zu identifizieren ist, wird der Spannungswert bei einer festgelegten, plastischen Dehnung von 0,2% bestimmt⁴. Tabelle 4.3 fasst die so erhaltenen Fließspannungen zusammen. Eine Bestimmung der Dehnratesensitivität m und des Aktivierungsvolumens Ω aus diesen Fließspannungs-Daten nach den Gleichungen (4.2) und (4.3) ergibt ein m von 0,054 und ein Ω von $3,8 b^3$.

Dehnrate $\dot{\epsilon}$ [s ⁻¹]	$3 \cdot 10^{-1}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-4}$
Fließspannung $\sigma_{y0,2\%}$ [GPa]	1,1469	1,0427	0,9132	0,7945

Tabelle 4.3: Zusammenfassung der erhaltenen Fließspannungen nach Auswertung bei einem Offset von 0,2% plastischer Dehnung.

$\frac{b}{D}$ -Kriterium (nach Saada [96]):

Legt man als Kriterium für den Beginn einer Makroplastizität in einem Polykristall zu Grunde, dass statistisch gesehen jedes vorhandene Korn zumindest von einer Versetzung gänzlich durchlaufen wurde, so ergibt sich als untere Grenze für das Einsetzen einer makroskopischen, plastischen Verformung eine Dehnung ϵ_{onset} von

$$\epsilon_{\text{onset}} \leq \frac{b}{D}. \quad (4.4)$$

Dabei bezeichnet b den Burgersvektor und D die jeweilige Korngröße des verformten Materials. Tabelle 4.4 fasst die mittels Gleichung (4.4) berechneten Werte von ϵ_{onset} ⁵ und die daraus resultierenden Fließspannungen zusammen. Eine Bestimmung der Dehnratesensitivität m und des Aktivierungsvolumens Ω aus diesen Fließspannungs-Daten nach den Gleichungen (4.2) und (4.3) ergibt ein m von 0,036 und ein Ω von $4,5 b^3$.

⁴Dieser Wert von 0,2% hat keine physikalische Begründung, sondern lediglich das Ziel die Bestimmung der Fließspannung zu erleichtern bzw. für bestimmte Materialien zu vereinheitlichen. Daher kann es bei anderen Werkstoffen auch sinnvoll sein eine andere plastische Dehnung zu verwenden. Aus Gründen der Übersicht und der Eindeutigkeit der jeweils angegebenen Fließspannung wird die als Offset gewählte plastische Dehnung üblicherweise als Index an die entsprechende Fließspannung angehängt (z.B. $\sigma_{y0,2\%}$). Abbildung 4.8 veranschaulicht allgemein die Vorgehensweise bei der Bestimmung solcher offset-Fließspannungen.

⁵Die entsprechenden Werte für b und D wurden unter Annahme einer Versetzungsbewegung bei kfz Metallen in (110)-Richtung aus dem Gitterparameter berechnet bzw. aus Tabelle 4.1 entnommen.

Dehnrates $\dot{\epsilon}$ [s ⁻¹]	$3 \cdot 10^{-1}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-4}$
ϵ_{onset} [%]	2,79	2,77	3,37	2,49
Fließspannung $\sigma_y(b/D)$ [GPa]	1,3513	1,2955	1,1958	1,0529

Tabelle 4.4: Zusammenfassung der berechneten Dehnungen ϵ_{onset} und der daraus resultierenden Fließspannungen entsprechend der Auswertung nach dem b/D -Kriterium.

Auswertung mittels Aktivierungsvolumen Ω und Dehnratesensitivität m :

Üblicherweise erfolgt die Auswertung von m und Ω entsprechend der Gleichungen (4.2) und (4.3) beim ersten Auftreten einer plastischen Deformation⁶, in anderen Worten bei Erreichen der Fließspannung. Wie bereits weiter oben erwähnt, ist dies in der aktuellen Studie nicht eindeutig möglich. Jedoch kann ein umgekehrter Ansatz hier neue Erkenntnisse liefern. Zu diesem Zweck wurden sowohl die Dehnratesensitivität m als auch das Aktivierungsvolumen Ω in verschiedenen Stadien der Verformung, also bei verschiedenen plastischen Dehnungen ϵ_{p_i} zwischen 0% und 18%, bestimmt. Abbildung 4.8 veranschaulicht die Vorgehensweise bei dieser Auswertungsmethode für eine Dehnrates. Eine derartige Bestimmung der entsprechenden Spannungen σ_i für alle vier Dehnrates $\dot{\epsilon}$ liefert dann mit Hilfe der Gleichungen (4.2) bzw. (4.3) die Dehnratesensitivität m bzw. das Aktivierungsvolumen Ω in Abhängigkeit von den plastischen Dehnungen ϵ_{p_i} . Die sich daraus

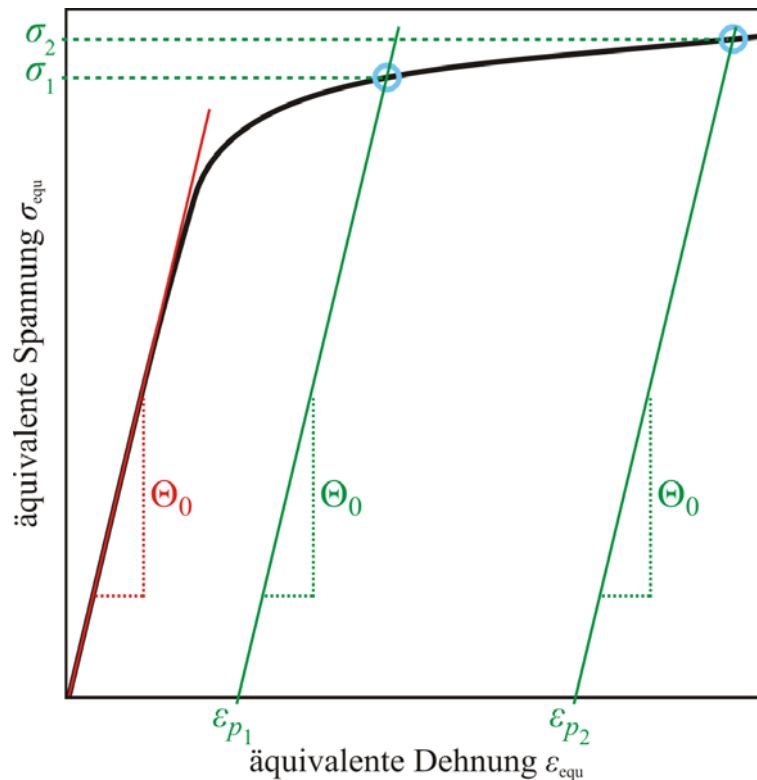


Abbildung 4.8: Veranschaulichung der Vorgehensweise bei der Bestimmung von Dehnratesensitivität m und Aktivierungsvolumen Ω bei verschiedenen plastischen Dehnungen ϵ_{p_i} für eine Dehnrates. Θ_0 entspricht dem Tangentenmodul im elastischen Bereich (rot), demzufolge sind alle ϵ_{p_i} unter Annahme einer linear elastischen Entlastung (grüne, parallelverschobene Geraden) ohne nicht-lineare oder anelastische Einflüsse rein plastische Dehnungen.

⁶Eine Auswertung in diesem Stadium der Verformung verhindert eventuelle Einflüsse einer Verfestigung auf die zu bestimmenden Größen.

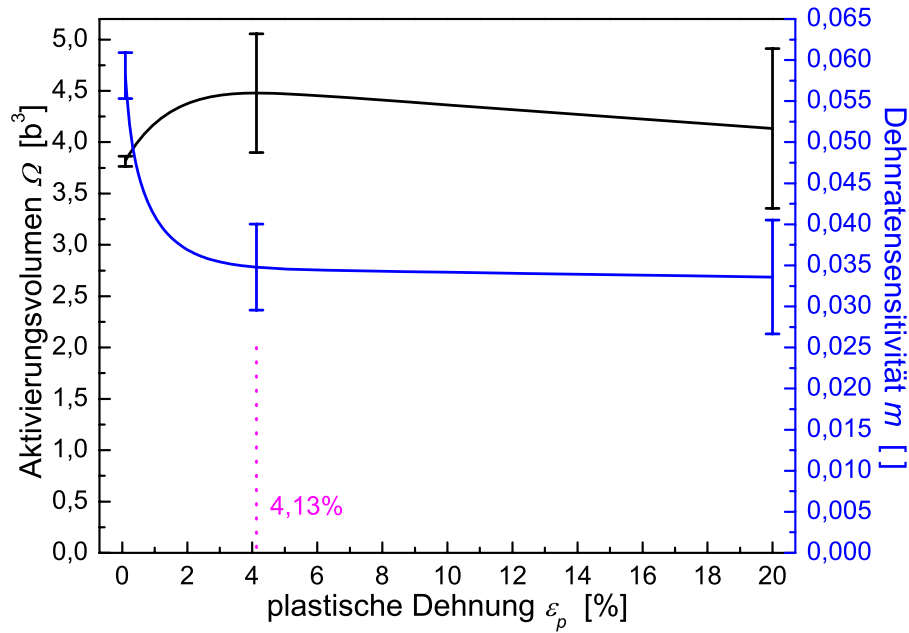


Abbildung 4.9: Dehnratensensitivität m (blau) und Aktivierungsvolumen Ω (schwarz) aufgetragen gegen die zu deren Bestimmung benutzten plastischen Dehnungen ε_p . An ausgesuchten Positionen sind zusätzlich die entsprechenden Fehlerbalken eingezeichnet, während das Maximum des ausgewerteten Aktivierungsvolumens magentafarben gekennzeichnet ist.

ergebende Entwicklung der beiden Größen m und Ω ist in Abbildung 4.9 dargestellt. Die Dehnratensensitivität ist also zu Beginn jeglicher plastischer Dehnung mit einem Wert von $\approx 0,058$ zunächst sehr hoch, verringert sich jedoch mit fortschreitender Verformung bis hin zu einer Sättigung bei etwa $0,034$ ab einer plastischen Dehnung von ca. 3% . Das Aktivierungsvolumen hingegen beginnt bei einem Wert von $\approx 3,8 b^3$, durchläuft bei einem ε_{p_i} von $4,13\%$ ein Maximum mit $4,5 b^3$ und sinkt dann im weiteren Verlauf der Verformung wieder langsam ab ($\Omega(17,9\%) \approx 4,1 b^3$). Aus dieser Auftragung ergibt sich ebenfalls ein möglicher Kandidat für die Bestimmung der Fließspannung, nämlich das Maximum des Aktivierungsvolumens. Tabelle 4.5 fasst die so erhaltenen Fließspannungen zusammen.

Dehnrates $\dot{\varepsilon}$ [s^{-1}]	$3 \cdot 10^{-1}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-4}$
Fließspannung $\sigma_y(\text{Max}(\Omega))$ [GPa]	1,3628	1,3106	1,2042	1,0733

Tabelle 4.5: Zusammenfassung der erhaltenen Fließspannungen nach einer Auswertung im Maximum der erhaltenen Aktivierungsvolumina.

Zusammenfassung und Bewertung:

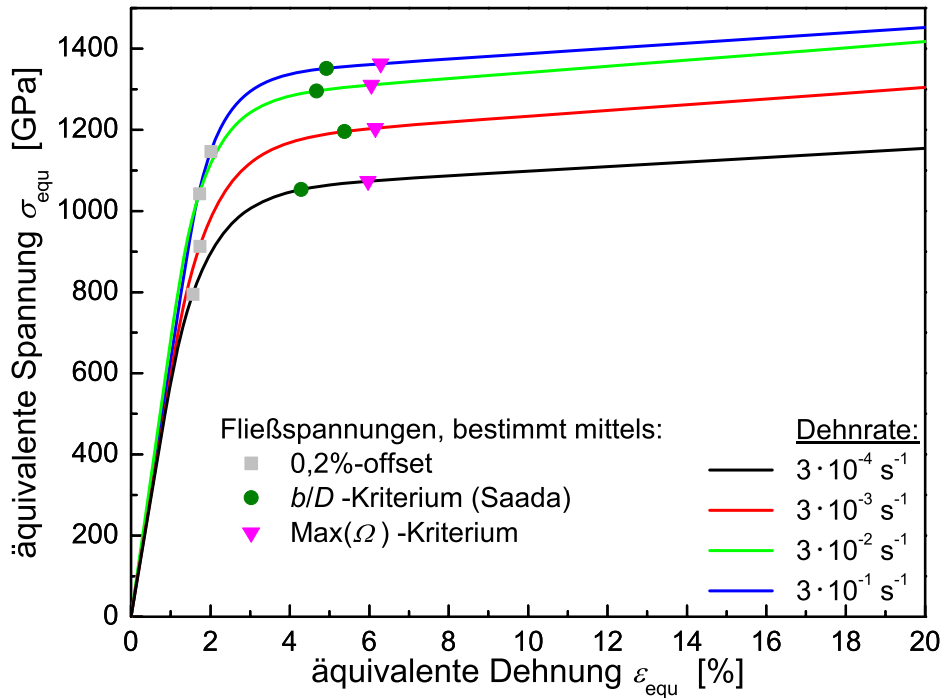
Im folgenden Abschnitt sollen die durch verschiedenste Ansätze ermittelten Fließspannungen zusammengefasst und hinsichtlich ihrer Anwendbarkeit auf die in dieser Studie verformten Materialien bewertet werden. Tabelle 4.6 zeigt alle bestimmten Fließspannungen und die entsprechenden Aktivierungsvolumina bzw. Dehnratensensitivitäten auf einen Blick. Zur weiteren Verdeutlichung sind in Abbildung 4.10(a) eben diese Fließspannungen in den entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Kurven markiert worden, während Abbildung 4.10(b) die daraus resultierenden Aktivierungsvolumina und Dehnratensensitivitäten noch einmal in einer Grafik wiedergibt.

Daraus wird noch einmal deutlich, dass eine Anwendung der herkömmlichen Auswertungsmethode bei 0,2% plastischer Dehnung bei einem derart ausgeprägten elastisch-plastischen Übergangsbereich nicht sinnvoll ist. Das b/D -Kriterium liefert zwar Werte die durchaus realistisch erscheinen, jedoch basiert diese empirische Abschätzung auf der Annahme einer durch Versetzungsbewegung dominierten plastischen Deformation, welche bei einem solch niedrigen Aktivierungsvolumen von $4,5b^3$ auszuschließen ist (vgl. Abschnitt 4.5). Lediglich die Auswertung über das maximale Aktivierungsvolumen basiert auf Überlegungen, die kein Wissen über die zugrundeliegenden Verformungsmechanismen voraussetzen und spiegelt des weiteren den ausgeprägten elastisch-plastischen Übergangsbereich wider.

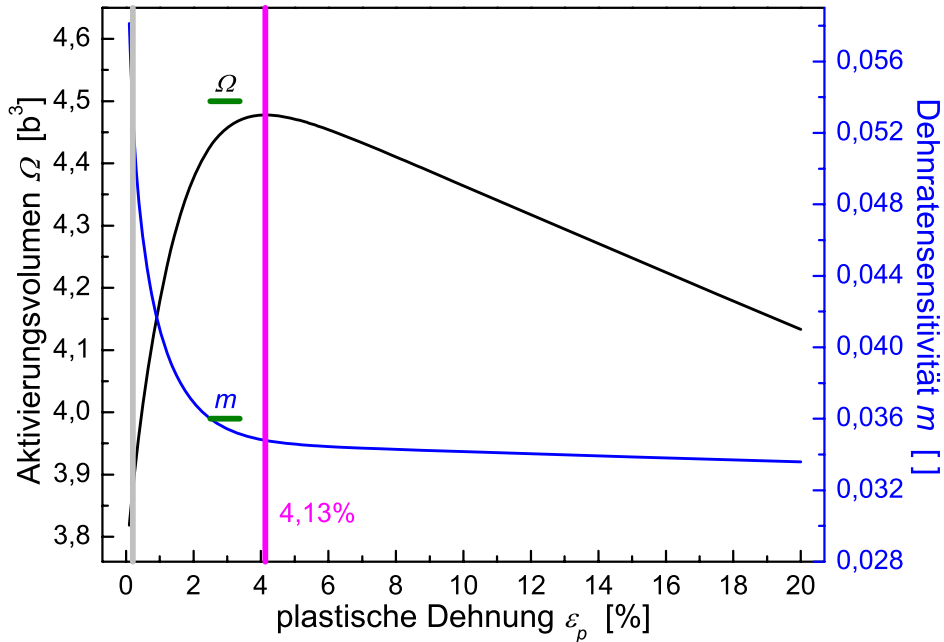
Obwohl der exakte Übergangspunkt zwischen Mikro- und Makroplastizität noch unbekannt ist, steht damit also trotzdem eine alternative Methode zur Verfügung, um die Fließspannung und im Anschluss daran auch die entsprechende Dehnratensensitivität bzw. das Aktivierungsvolumen zu bestimmen.

Dehnrates [s ⁻¹]	Fließspannung [GPa] nach		
	0,2%	b/D	Max(Ω)
$3 \cdot 10^{-1}$	1,1469	1,3513	1,3628
$3 \cdot 10^{-2}$	1,0427	1,2955	1,3106
$3 \cdot 10^{-3}$	0,9132	1,1958	1,2042
$3 \cdot 10^{-4}$	0,7945	1,0529	1,0733
Ω [b^3]	3,8	4,5	4,5
m []	0,054	0,036	0,034

Tabelle 4.6: Zusammenfassung aller erhaltenen Fließspannungen σ_y , Aktivierungsvolumina Ω und Dehnratensensitivitäten m .



(a)



(b)

Abbildung 4.10: Zusammenfassung (a) der ausgewerteten Fließspannungen, markiert in den entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Kurven, und (b) der daraus resultierenden Aktivierungsvolumina (schwarz) bzw. Dehnratesensitivitäten (blau). Die horizontalen Linien in Oliv (b/D -Kriterium) sollen zum Ausdruck bringen, dass durch leicht unterschiedliche Werte in b und D der verschiedenen Proben die Bestimmung dieser Fließspannungen nicht bei exakt denselben plastischen Dehnungen erfolgte. Die magentafarbene, vertikale Linie markiert das Maximum des Aktivierungsvolumens, die Graue die 0,2%-offset Bedingung.

4.4 Verformung von nanokristallinem Pd₉₀Au₁₀ mittels m-SCS in flüssigem Stickstoff

Bei der Untersuchung von plastischen Deformationsmechanismen spielen Verformungen bei extrem niedrigen Temperaturen eine besonders große Rolle, da sich einige der zur Diskussion stehenden Verformungsmechanismen durch ein Absenken der Temperatur unterdrücken lassen und andere nicht. Aus diesem Grund sollen im folgenden Abschnitt m-SCS aus nanokristallinem Pd₉₀Au₁₀ bei Dehnraten im Bereich zwischen $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und $3 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ in flüssigem Stickstoff ($\approx 77 \text{ K}$) verformt werden.

4.4.1 Anpassung des Messaufbaus für Tieftemperaturverformungen

Die gewünschte Erniedrigung der Temperatur ergab sich durch die Verlegung des bereits bekannten Versuchsaufbaus in ein Reservoir mit flüssigem Stickstoff. Abbildung 4.11 zeigt schematisch diesen modifizierten Aufbau. Ein speziell angefertigter Teflonbehälter nahm dabei sowohl den flüssigen Stickstoff zur Kühlung als auch die in Abschnitt 3.1.3 beschriebenen Komponenten des Raumtemperaturexperiments auf. Bei langsamen Dehnraten musste außerdem durch ständiges Nachfüllen dafür gesorgt werden, dass sich zu jedem Zeitpunkt der Verformung der komplette Versuchsaufbau in flüssigem Stickstoff befand.

Die daraus resultierenden experimentellen Daten sind in Abbildung 4.12(a) dargestellt. In allen beobachteten Fällen versagten die nk m-SCS noch vor dem Erreichen eines plastischen Bereichs. Der etwas unübliche, ausgedehnte Verlauf der Verformungskurven im elastischen Regime rührt hauptsächlich von dem zur Aufnahme des flüssigen Stickstoffs in den Versuchsaufbau integrierten Teflonbehälter her (vgl. Abb. 4.11). Die in der Auftragung auftretenden vereinzelt Peaks sind Artefakte der Messung, welche beim Nachfüllen des flüssigen Stickstoffs in den Teflonbehälter auftraten. Dies hatte jedoch darüber hinaus keinen Einfluss auf die Messungen und ließ sich außerdem durch eine behutsamere Nachfülltechnik größtenteils vermeiden; bei der Anpassung mit Hilfe der FEM-Simulationen wurden diese Peaks daher nicht miteinbezogen. Die entsprechend der in Abschnitt 3.1.1 beschriebenen Methode daraus extrahierten Spannungs-Dehnungs-Kurven sind in Abbildung 4.12(b) dargestellt.

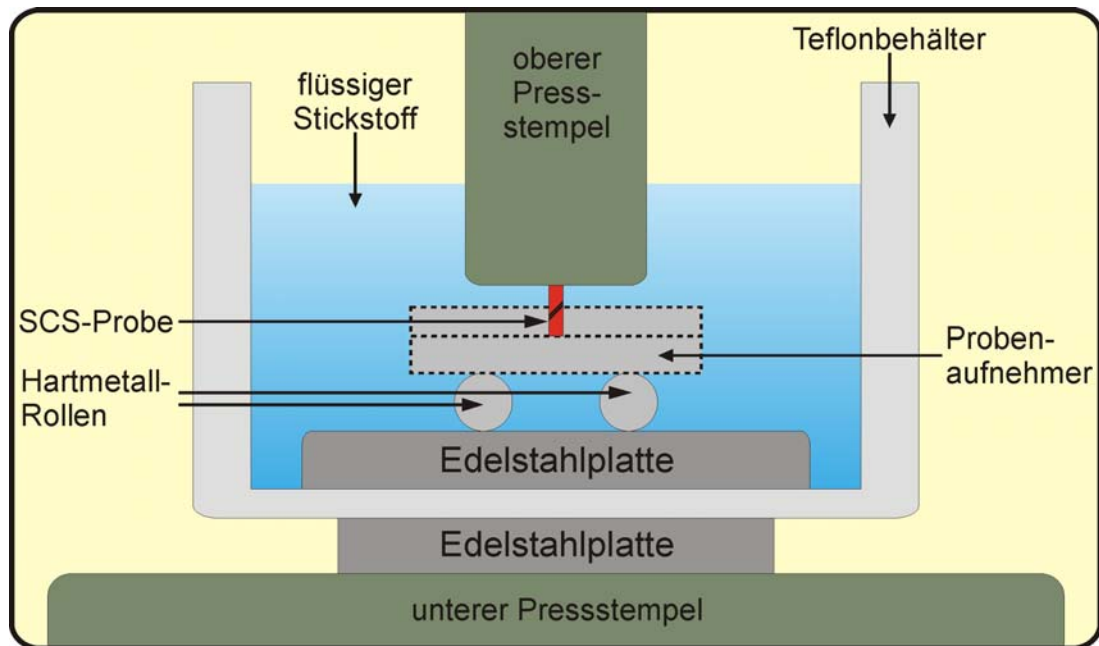
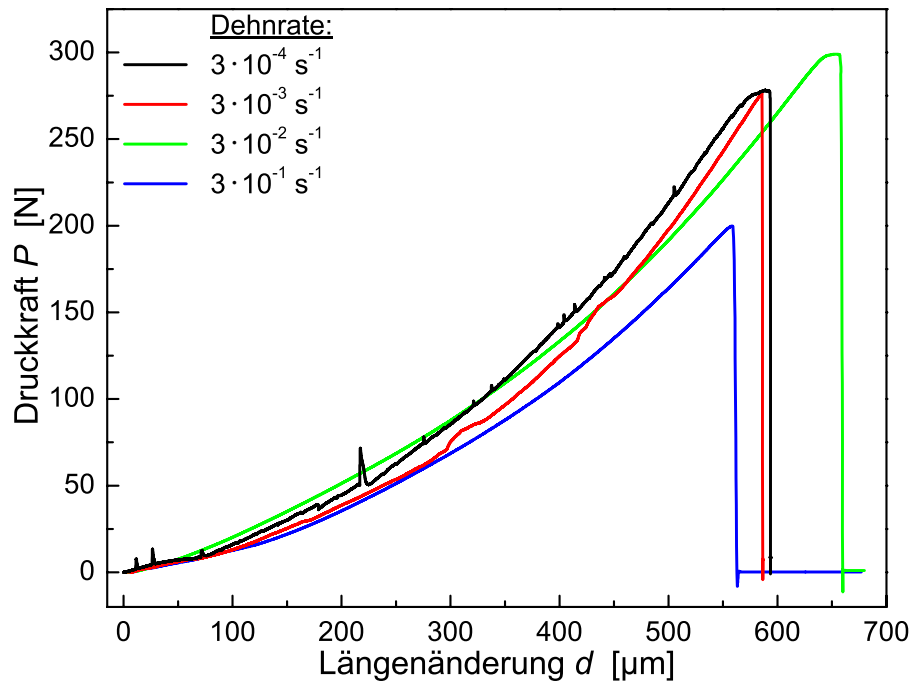
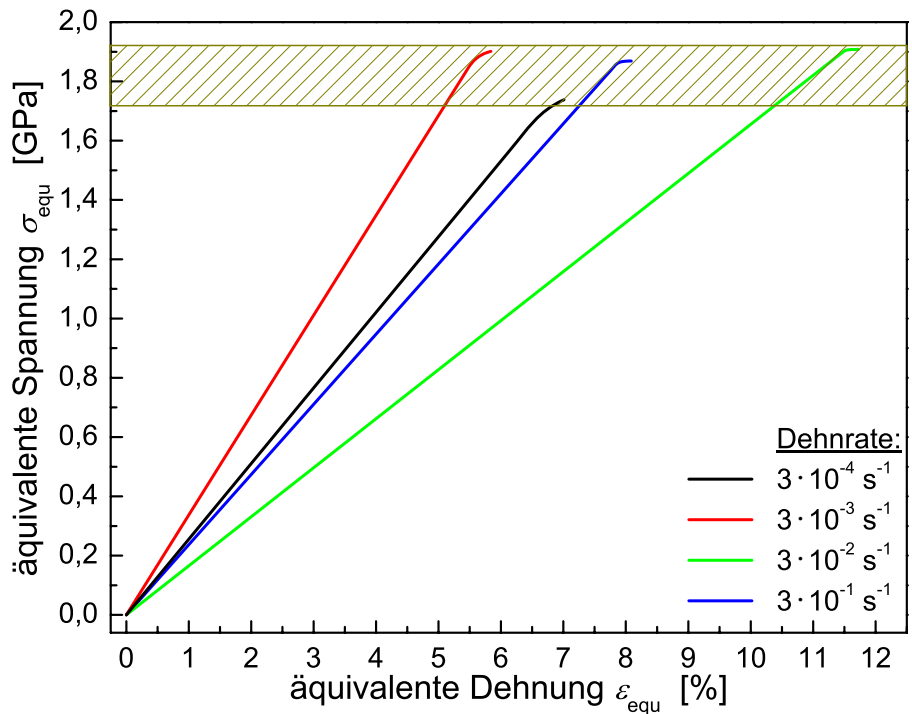


Abbildung 4.11: Schematischer Aufbau des Verformungsexperiments in flüssigem Stickstoff.



(a)



(b)

Abbildung 4.12: (a) Experimentelle Daten und (b) Spannungs-Dehnungs-Kurven der in flüssigem Stickstoff mittels m-SCS verformten nanokristallinen Pd₉₀Au₁₀-Proben. Gezeigt sind die Verformungsdaten für Dehnraten im Bereich zwischen $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und $3 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.

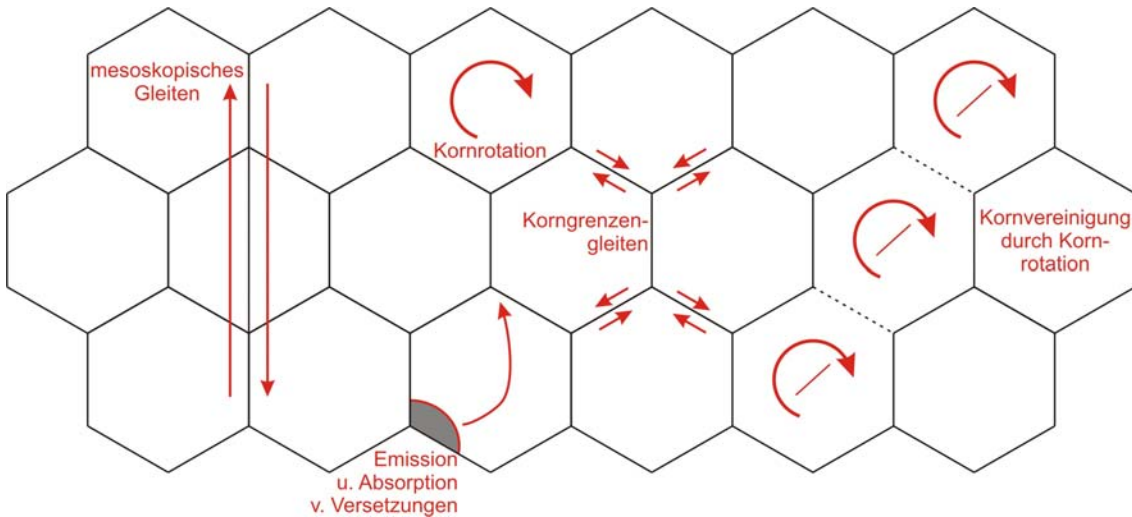


Abbildung 4.13: Schematische Darstellung einer Auswahl der bekanntesten plastischen Verformungsmechanismen in nanokristallinen Metallen [97].

Wie zu erwarten war, weichen die hierbei ausgewerteten Tangentenmoduli aufgrund des mitverformten Teflonbehälters und der daraus resultierenden fehlerhaften Bestimmung der Längenänderung über den Verfahrensweg der Traverse, noch weiter von den mittels Ultraschallmessungen erhaltenen Werten ab. Jedoch zeigen die Spannungs-Dehnungs-Kurven eine andere Auffälligkeit. Unabhängig von der gewählten Dehnrates versagten alle Proben bereits vor Erreichen eines plastischen Regimes, allerdings innerhalb eines sehr begrenzten Spannungsbereichs zwischen 1,73 GPa und 1,9 GPa.

4.5 Interpretation der Versuchsergebnisse: Verformungsmechanismen

In dem nun folgenden Abschnitt sollen die Verformungsdaten, sowohl bei Raumtemperatur als auch in flüssigem Stickstoff, bewertet und eine Diskussion hinsichtlich der sich daraus ergebenden Folgerungen unter dem Gesichtspunkt der Identifikation möglicher Deformationsmechanismen geführt werden.

Die plastische Verformung nanokristalliner Metalle und die Untersuchung der zugrundeliegenden Deformationsmechanismen ist gerade in den letzten Jahren Thema vieler Arbeiten gewesen [8, 14–24, 94]. Abbildung 4.13 beschreibt schematisch eine Auswahl der bekanntesten Mechanismen. Eine eindeutige experimentelle Bestimmung fällt jedoch im Allgemeinen (abgesehen von den methodischen Hindernissen) schwer, weil zum einen meist mehrere dieser Mechanismen zur gleichen Zeit aktiv sind und zum anderen die Mikrostruktur des verformten Materials (Korngrößenverteilung, Defektdichte u.ä.) einen Einfluss auf die zur Verfügung stehenden Mechanismen zur plastischen Deformation hat⁷. Die aktuelle Studie liefert diesbezüglich drei Informationen:

- ein Aktivierungsvolumen Ω von $4,5b^3$ bei Raumtemperatur
- eine Dehnratesensitivität m von 0,034 bei Raumtemperatur
- die Tatsache, dass alle Proben, die in flüssigem Stickstoff verformt wurden, bei Spannungen um 1,8 GPa spröde versagen

⁷Wie bereits weiter oben erwähnt, kann sich die Mikrostruktur nanokristalliner Metalle im Verlauf einer Verformung bzw. aufgrund der herrschenden Rahmenbedingungen verändern [18, 78, 91, 92].

Alle diese Indizien sprechen dafür, dass der vorherrschende Deformationsmechanismus bei der Verformung des hier untersuchten nk Materialsystems Pd₉₀Au₁₀ thermisch leicht aktivierbar sein muss. Dies trifft auf alle vorgestellten Prozesse zu, jedoch nicht auf die klassische Vorstellung einer plastischen Verformung basierend auf der Bewegung von Versetzungen bzw. auf der Bildung von Versetzungsnetzwerken in kubisch flächenzentrierten Metallen. Dabei können Aktivierungsvolumina leicht Werte über $10^3 b^3$ erreichen und nicht die beobachteten $4,5 b^3$. Auf der anderen Seite sprechen die Werte von Ω und m auch gegen die Dominanz von Korngrenz-Diffusionsprozessen, wie dem *Coble creep* [98], denn diese würden eher zu Aktivierungsvolumina unter $0,1 b^3$ [95] bzw. zu Dehnratensensitivitäten in der Größenordnung von 1 führen.

Darüber hinaus lassen die Ergebnisse der aktuellen Studie jedoch leider keine Aussagen über die in diesem Materialsystem vorherrschenden, plastischen Deformationsmechanismen zu, liefern allerdings eine Vielzahl an möglichen Ansatzpunkten für zukünftige Studien.

Kapitel 5

Zusammenfassung und Ausblick

Ziel dieser Studie war die Miniaturisierung und anschließende Etablierung/Validierung einer speziellen Probengeometrie, der sogenannten *shear compression specimen* (SCS), zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften nanokristalliner (nk) Metalle und Legierungen.

Die Anfang des letzten Jahrzehnts von Rittel *et al.* [40–42] vorgestellte Probengeometrie ist gekennzeichnet durch die auf einer dominanten Scherung und einem geringeren Kompressionsanteil basierende Response auf eine uniaxiale Druckbelastung senkrecht zur Ober- und Unterseite der SCS. Dadurch lässt sich nicht nur die erhöhte Sprödigkeit von nk Materialien im Zugversuch umgehen, die SCS erlaubt darüber hinaus auch die Realisierung großer plastischer Dehnungen mit einem breiten Spektrum an verschiedenen Dehnraten. Jedoch ergibt sich bei der Verformung der SCS ein komplexer, dreidimensionaler Spannungszustand, welcher die Berechnung geometrieunabhängiger Größen, wie Spannung und Dehnung, auf rein analytischem Wege (vgl. Zugversuch) unmöglich macht. Eine Lösung dieses Problems fand sich durch die Verwendung von Finite-Elemente-Methode-(FEM)-Simulationen. Dabei gelang es durch die Implementierung eines *radial return-mapping*-Algorithmus in die benutzerdefinierte Subroutine UMAT des kommerziellen FEM-Softwarepakets ABAQUS ein annähernd beliebiges konstitutives Materialverhalten (lineare Elastizität, Metallplastizität mit einer modifizierten Verfestigung nach Voce [76]) zu simulieren. So war es möglich die experimentellen Druckkraft-Längenänderungs-Daten mit der Simulation anzupassen und damit die zugehörigen Spannungen und Dehnungen zu extrahieren.

Eine Miniaturisierung der beschriebenen SCS war notwendig, da die Ausbeute bei der edelgas-kondensierten Herstellung der nk Proben so gering ist, dass sie für konventionelle, makroskopisch mittelnde, mechanische Prüfmethode nicht ausreicht. Die Verwendung eines funkenerosiven Verfahrens zum Zuschneiden der nk Proben ermöglichte die Herstellung der gewünschten, affin verkleinerten Versionen dieser Probengeometrie (m-SCS) bei gleichzeitiger Beibehaltung des Spannungszustandes der ursprünglichen Geometrie (s-SCS) während einer Verformung. Durch die Konstruktion eines geeigneten Probenaufnehmers gelang es schließlich die m-SCS auf einer handelsüblichen spindelgetriebenen Prüfmaschine (*INSTRON 5564*) mit einem hohen Grad an Reproduzierbarkeit und minimalen Reibungsverlusten zu verformen.

Vor der Untersuchung der weitestgehend unbekanntesten plastischen Eigenschaften der nk Pd₉₀Au₁₀-Proben war es erforderlich, die Zuverlässigkeit/Genauigkeit der SCS mit Hilfe eines Vergleiches mit einer konventionellen Probengeometrie zu überprüfen. Aus diesem Grund wurde ein bereits hinlänglich untersuchtes, mikrostrukturell stabiles Material, nämlich rostfreier Edelstahl (Werkstoff Nr. 1.4301; X5CrNi18-10), nicht nur mittels s-SCS und m-SCS verformt, sondern auch mit einer der DIN-Norm entsprechenden Zugprobe (DIN10002-1:2001(D)) [57] geprüft. Dabei zeigte sich, dass die mittels SCS erhaltenen Spannungs-Dehnungs-Daten mit denen des Zugversuchs vergleichbar sind und mit einer geeigneten Reibungskorrektur sogar in Übereinstimmung gebracht werden könnten. Die *shear compression specimen* ist also in der Lage auf dem Niveau eines DIN-Zugversuchs die mechanischen Eigenschaften zuverlässig zu bestimmen. In der aktuellen Studie

beschränkte sich diese Zuverlässigkeit jedoch lediglich auf den plastischen Bereich der beschriebenen Verformungen, da aufgrund der fehlerbehafteten Messung der Längenänderung d über den Verfahrensweg der Traverse der Prüfmaschine gerade im elastischen Bereich sowohl die Maschinensteifigkeit als auch die Steifigkeit des Probenaufnehmers die Ergebnisse verfälschten. Auch eine Korrektur dieser Effekte durch „Leermessungen“ des Probenaufnehmers verringerte zwar den Fehler, konnte ihn aber nicht beseitigen. Abhilfe versprach hier der lokale Einsatz einer optischen Dehnungsmessung (s. unten).

Edelgaskondensierte, nk Pd₉₀Au₁₀-Proben ($\langle D \rangle_{\text{vol}} \approx 10 \text{ nm}$) wurden mittels m-SCS mit verschiedenen Dehnraten zwischen $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und 1 s^{-1} isotherm (bei Raumtemperatur bzw. in flüssigem Stickstoff) verformt und dann mit Hilfe des in Abschnitt 3.1.1 vorgestellten Verfahrens Spannungen und Dehnungen ermittelt. Bei Raumtemperatur zeigte sich zum einen eine erhebliche Dehnratenabhängigkeit und zum anderen bei allen Verformungen ein sehr ausgeprägter elastisch-plastischer Übergangsbereich. Die Ursprünge dieses Übergangsbereiches sind im Detail noch ungeklärt, jedoch erscheint zu diesem Zeitpunkt der Verformung ein Zusammenspiel von spannungsgetriebenem Kornwachstum und anelastischen bzw. mikroplastischen Effekten sehr wahrscheinlich. Aus diesem Grund erweist sich auch die Bestimmung der Fließspannung zunächst einmal als schwierig. Verschiedene Ansätze wurden im Rahmen dieser Arbeit vorgestellt; dabei waren vor allem die Ergebnisse basierend auf einer Auswertung im Maximum des ausgewerteten Aktivierungsvolumens am schlüssigsten. Diese ergab ein Aktivierungsvolumen Ω von $4,5 b^3$ und eine Dehnratensensitivität m von 0,034. Die Verformungen in flüssigem Stickstoff (77 K) endeten, unabhängig von der Dehnrate, allesamt mit dem spröden Versagen der m-SCS bei Spannungen von um die 1,8 GPa. Aufgrund dieser Sprödigkeit bei 77 K und den ermittelten Werten für das Aktivierungsvolumen bzw. die Dehnratensensitivität bei Raumtemperatur kann es sich bei den zugrundeliegenden plastischen Deformationsmechanismen ausschließlich um thermisch leicht aktivierbare Prozesse handeln. Plastische Dehnungen aufgrund der Bewegung von Versetzungen oder gar von ganzen Versetzungsnetzwerken werden dadurch also ausgeschlossen. Auf der anderen Seite ist das Aktivierungsvolumen nicht klein genug bzw. die Dehnratensensitivität nicht gross genug, um plastische Deformationen auf der Basis von Korngrenz-Diffusionsprozessen (*Coble creep*) zu realisieren. Andere Mechanismen, wie mesoskopisches Gleiten, Korngrenzengleiten und -rotation usw., liegen, basierend auf den in dieser Studie vorgestellten Ergebnissen, jedoch allesamt weiterhin im Bereich des Möglichen.

Im Rahmen dieser Erkenntnisse ergaben sich neue Fragen, welche sich erst in zukünftigen Untersuchungen klären lassen.

Die Messung der uniaxialen Längenänderung d durch die Bestimmung des Verfahrensweges der Traverse der Prüfmaschine beinhaltet, wie bereits zuvor erläutert, ein Fehlerpotential, welches sich auch durch die Anwendung einer Korrekturfunktion basierend auf „Leermessungen“ des Probenaufnehmers nicht komplett beseitigen lässt. Ein vollständiges „Ausschalten“ dieser Fehlerquelle ist allerdings durch den Einsatz alternativer Verfahren zur lokalen Messung der Längenänderung möglich. Eine Lösung dieses Problems bietet die Integration einer optischen Dehnungsmessung in das bestehende Messsystem. Dabei handelt es sich um ein System zur grauwertkorrelationsbasierten Deformationsanalyse (*LaVision GmbH, Göttingen*), welche lokale Längenänderungen in zwei Dimensionen direkt auf der m-SCS bestimmen kann. Die Abbildungen 5.1 zeigen beispielhaft das aus einer derartigen Analyse gewonnene Verschiebungsfeld in verschiedenen Stadien der Verformung einer m-SCS aus nk Pd₉₀Au₁₀.

Üblicherweise wird der Einfluss des hydrostatischen Druckes auf das Deformationsverhalten (z.B. äquivalente Spannungen) in der Beschreibung und Modellierung von Verformungen vernachlässigt [99]. Aktuelle Untersuchungen von Ganneau *et al.* [100] und Trelewicz *et al.* [101] legen jedoch nahe, dass dies bei nk Metallen nicht der Fall sein muss. Darüber hinaus stellen Gao *et al.* [102] einen numerischen Algorithmus zur Implementierung in FEM-Simulationen vor, welcher es ermöglicht ein derartiges Materialverhalten auch in der Theorie eingehend zu studieren. Bei der Verformung von Werkstücken in Standardgeometrie lässt sich der hydrostatische Druck nur sehr schwer oder

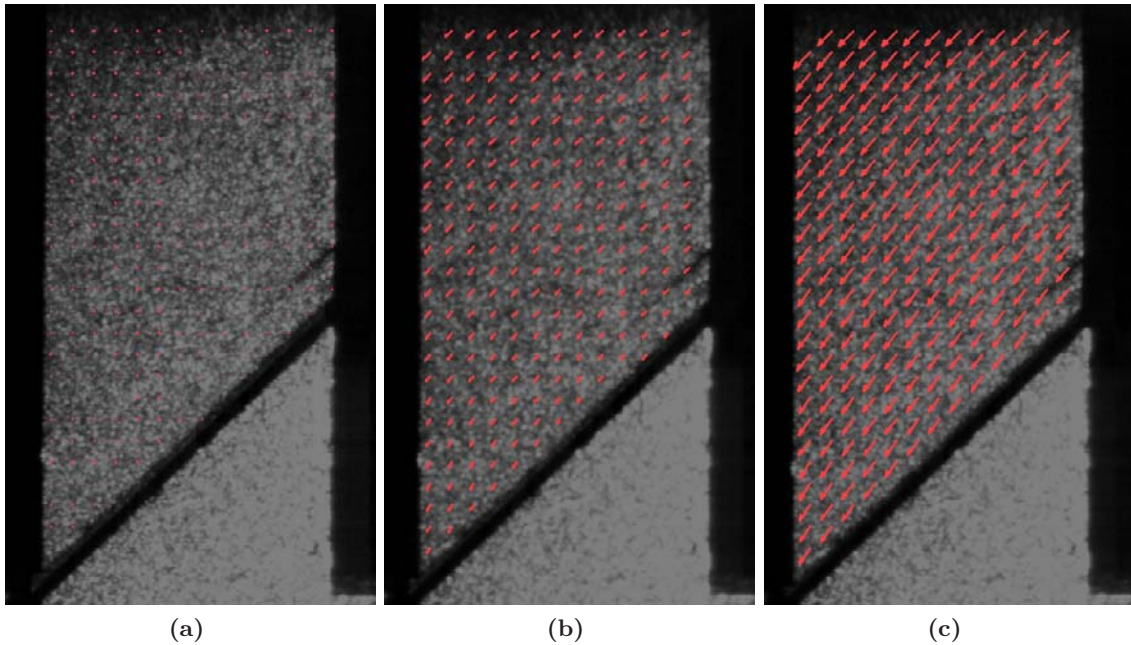


Abbildung 5.1: Beispiel für die Bestimmung der lokalen Längenänderung während einer Verformung mit Hilfe der optischen Dehnungsmessung. Mittels grauwertkorrelationsbasierter Deformationsanalyse erhaltene Verschiebungsfelder bei der Deformation einer m-SCS aus nanokristallinem Pd₉₀Au₁₀ in verschiedenen Stadien der Verformung [Mit freundlicher Erlaubnis von Michael Davis].

gar nicht variieren, sodass solche Abhängigkeiten nur selten nachgewiesen werden können. Die SCS-Probengeometrie unterliegt einer solchen Einschränkung allerdings nicht. Eine Variation des Scherwinkels bei der Herstellung führt aus rein geometrischen Gründen (vgl. Abb. 3.1(b)) automatisch im Stegbereich zu einer Veränderung des Anteils des hydrostatischen Druckes an der Gesamtverformung und ermöglicht so den Zugang zu dem angestrebten Parameterraum.

Gerade in den letzten Jahren beschäftigt sich eine Vielzahl von Studien an nanokristallinen Materialien mit der Rolle von Scherspannungen bei der Bewegung von Korngrenzen (spannungsgetriebenes Kornwachstum) [18, 91, 92]. Durch den einzigartigen, scherdominierten Charakter der SCS-Verformung eignet sich diese besonders gut zur näheren Untersuchung dieses Phänomens. Dabei stehen im Angesicht der aktuellen Ergebnisse vor allem drei Fragen im Mittelpunkt:

- In welchem Stadium der Verformung kommt es zum Kornwachstum ?
- Handelt es sich dabei um einen zeitlich begrenzten, also vom Verformungsstadium abhängigen, oder um einen kontinuierlichen Prozess ?
- Wie groß ist der Effekt des spannungsgetriebenen Kornwachstums ?

Wie sich auch im Verlauf dieser Arbeit gezeigt hat, ist es äußerst schwer Informationen über die zugrundeliegenden Deformationsmechanismen bei der plastischen Verformung von nk Metallen zu erhalten. Jedoch bietet sich aufgrund der starken Lokalisierung im Stegbereich in Verbindung mit den herstellungsbedingten geringen Stegbreiten der m-SCS die Möglichkeit, in-situ mittels Synchrotronstrahlung (Transmission) eben diese Mechanismen näher zu untersuchen.

Des weiteren wäre auch eine Variation der Legierungszusammensetzung oder gar die Betrachtung komplett anderer Materialsysteme (andere Metalle, metallische Gläser usw.) von Interesse, um beispielsweise den Einfluss der Stapelfehlerenergien, Korngrenzmobilitäten, oder ähnlicher legierungs-

bzw. materialabhängiger Parameter in Erfahrung zu bringen.

Schon dieser kurze Überblick an offenen Fragen macht deutlich, dass die miniaturisierte *shear compression specimen* (m-SCS), basierend auf den in dieser Studie erarbeiteten Grundlagen, ein einzigartiges Werkzeug darstellt, welches ein breites Spektrum an Möglichkeiten bietet, um die mechanischen Eigenschaften der verschiedenartigsten (nanokristallinen) Materialien auch in Zukunft weiter zu erforschen.

Anhang A

Rechnerische Ergänzungen

In diesem Abschnitt werden einige aufwendige Berechnungen, die bei den theoretischen Grundlagen in Kapitel 2 die Übersichtlichkeit beeinträchtigt hätten, etwas ausführlicher behandelt.

Für den isotropen, linear elastischen Fall einer Verformung kann das Hook'sche Gesetz in Matrixschreibweise verschiedene Formen annehmen (λ, μ : Lamé-Konstanten):

$$\begin{aligned}\underline{\underline{\sigma}} &= \frac{\partial W(\underline{\underline{\varepsilon}}_e)}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}_e} = \lambda \operatorname{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}_e) \underline{\underline{\mathbb{I}}} + 2\mu \underline{\underline{\varepsilon}}_e \\ &= \lambda \operatorname{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}_e^\circ) \underline{\underline{\mathbb{I}}} + 2\mu \underline{\underline{\varepsilon}}_e^\circ + 2\mu \underline{\underline{\varepsilon}}_e' .\end{aligned}$$

Mit $\underline{\underline{\varepsilon}}_e^\circ = \frac{1}{3} \operatorname{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}_e^\circ) \underline{\underline{\mathbb{I}}} = \frac{1}{3} \operatorname{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}_e) \underline{\underline{\mathbb{I}}} = \frac{1}{3} \operatorname{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{\mathbb{I}}}$ aus der Inkompressibilität der plastischen Verformung (2.17) folgt darüber hinaus:

$$\begin{aligned}\underline{\underline{\sigma}} &= \underbrace{\left(\lambda + \frac{2}{3}\mu\right)}_{\equiv K} \operatorname{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{\mathbb{I}}} + 2\mu \underline{\underline{\varepsilon}}_e' \\ &= K \operatorname{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{\mathbb{I}}} + 2\mu \underline{\underline{\varepsilon}}_e' .\end{aligned}\tag{A.1}$$

An dieser Stelle bezeichnet K den Kompressionsmodul. Für den Spannungstensor im linear elastischen Regime gilt also:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\sigma}}^\circ + \underline{\underline{\sigma}}' \quad \text{mit} \quad \underline{\underline{\sigma}}^\circ = K \operatorname{Spur}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{\mathbb{I}}} \quad \text{und} \quad \underline{\underline{\sigma}}' = 2\mu \underline{\underline{\varepsilon}}_e' .\tag{A.2}$$

Im Rahmen eines elasto-plastischen Verformungsschrittes hängt sowohl die Richtung als auch der Betrag der in diesem Zeitschritt akkumulierten, plastischen Dehnung von der entsprechenden plastischen Dehnrate $\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p^{n+1}$ ab. Für diese gilt nach (2.25):

$$\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p^{n+1} = \gamma^{n+1} \cdot \frac{\partial \varphi(\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}, \sigma_F(\varepsilon_p^{n+1}))}{\partial \underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}} .$$

Mit der Fließbedingung $\varphi(\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}, \sigma_F(\varepsilon_p^{n+1})) = \|\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}\| - \sqrt{\frac{2}{3}} \sigma_F(\varepsilon_p^{n+1}) = 0$ (2.23) ergibt sich daraus:

$$\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p^{n+1} = \gamma^{n+1} \cdot \frac{\partial \|\underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}\|}{\partial \underline{\underline{\sigma}}'^{n+1}} = \gamma^{n+1} \cdot \underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1} .\tag{A.3}$$

Dabei bezeichnet $\underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1}$ die Richtung des deviatorischen Spannungstensors mit einem Betrag von $\|\underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1}\| = 1$. Darüber hinaus lässt sich mittels Gleichung (2.24) der Betrag der plastischen Dehnrates $\underline{\underline{\varepsilon}}_p^{n+1}$ bestimmen zu:

$$\begin{aligned} \underline{\underline{\varepsilon}}_p^{n+1} = \frac{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}_p^{n+1}}{\partial t} &= \frac{\partial}{\partial t} \left[\sqrt{\frac{2}{3}} \int_0^t \|\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p^{n+1}\| d\tau \right] \\ \stackrel{(A.3)}{=} \frac{\partial}{\partial t} \left[\sqrt{\frac{2}{3}} \int_0^t \|\gamma^{n+1} \cdot \underline{\underline{N}}_\sigma'^{n+1}\| d\tau \right] \\ &= \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot \gamma^{n+1}. \end{aligned} \quad (A.4)$$

Zur Bestimmung einer algorithmisch konsistenten Tangente $\underline{\underline{C}}_{alg}$ in Abschnitt 2.3.4 ist es notwendig die drei in Gleichung (2.39) auftretenden Ableitungen zu berechnen. Dies soll im Folgenden beschrieben werden:

- **Ableitung (1):**

$$\frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}} = \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}} \left[\underline{\underline{C}} : \left(\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1} - \underline{\underline{\varepsilon}}_p^n \right) \right] = \underline{\underline{C}} \quad (A.5)$$

- **Ableitung (2):**

Bei dieser Ableitung handelt es sich um die Ableitung der impliziten Funktion (2.37). Allgemein gilt für die Ableitung einer impliziten Funktion der Form $f(x, y(x)) = 0$ [103]:

$$\frac{\partial y}{\partial x} = - \frac{\partial f / \partial x}{\partial f / \partial y}.$$

Betrachtet man nun die implizite Funktion (2.37)

$$f(\underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}, \Delta\gamma) = \underbrace{\sqrt{\frac{2}{3}} \sigma_F \left(\varepsilon_p^n + \sqrt{\frac{2}{3}} \Delta\gamma \right)}_{\stackrel{(2.33)}{=} \varepsilon_p^{n+1}} + 2\mu \Delta\gamma - \|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}'^{n+1}\| = 0,$$

so ergibt sich für die gesuchte Ableitung:

$$\frac{\partial \Delta\gamma}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}} = - \frac{\partial f / \partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}}{\partial f / \partial \Delta\gamma}.$$

Mit

$$\begin{aligned} \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}} &= - \frac{\partial \|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}'^{n+1}\|}{\partial \underline{\underline{\sigma}}_{trial}'^{n+1}} : \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}_{trial}'^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}} = -2\mu \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}'^{n+1} \underline{\underline{P}}' = -2\mu \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}'^{n+1} \\ &\equiv \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}'^{n+1} \quad \equiv 2\mu \underline{\underline{P}}' \end{aligned}$$

und

$$\begin{aligned} \frac{\partial f}{\partial \Delta\gamma} &= \sqrt{\frac{2}{3}} \underbrace{\frac{\partial \sigma_F(\varepsilon_p^{n+1})}{\partial \varepsilon_p^{n+1}}}_{\equiv \sigma_F^*(\varepsilon_p^{n+1})} \cdot \underbrace{\frac{\partial \varepsilon_p^{n+1}}{\partial \Delta\gamma}}_{\stackrel{(2.33)}{=} \sqrt{\frac{2}{3}}} + 2\mu = \frac{2}{3} \sigma_F^*(\varepsilon_p^{n+1}) + 2\mu \end{aligned}$$

folgt dann schließlich:

$$\frac{\partial \Delta \gamma}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}} = \frac{2\mu \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1}}{\frac{2}{3}\sigma_F^*(\varepsilon_p^{n+1}) + 2\mu} = \frac{\underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1}}{1 + \frac{\sigma_F^*(\varepsilon_p^{n+1})}{3\mu}}. \quad (\text{A.6})$$

• **Ableitung (3):**

Die letzte der gesuchte Ableitungen berechnet sich wie folgt:

$$\frac{\partial \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}} = \frac{\partial \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}} : \underbrace{\frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}}}_{\equiv 2\mu \underline{\underline{P}}'}$$

Mittels Kettenregel lässt sich der erste Teil dieser Ableitung schreiben als:

$$\begin{aligned} \frac{\partial \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}} &= \frac{1}{\|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}\|} \cdot \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}} + \left(\frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}} \|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}\|^{-1} \right) \underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1} \\ &= \frac{1}{\|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}\|} \cdot \underline{\underline{I}} - \frac{1}{\|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}\|^2} \cdot \underbrace{\left(\frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}} \|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}\| \right)}_{\equiv \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1}} \underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1} \\ &= \frac{1}{\|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}\|} \cdot \underline{\underline{I}} - \frac{1}{\|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}\|^2} \cdot \underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1} \otimes \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1} \\ &= \frac{1}{\|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}\|} \cdot \left[\underline{\underline{I}} - \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1} \otimes \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1} \right] \end{aligned}$$

Damit ergibt sich letztendlich für die gesuchte Ableitung (3):

$$\frac{\partial \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{n+1}} = \frac{2\mu}{\|\underline{\underline{\sigma}}_{trial}^{n+1}\|} \cdot \left[\underline{\underline{P}}' - \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1} \otimes \underline{\underline{N}}_{\sigma_{trial}}^{n+1} \right]. \quad (\text{A.7})$$

Anhang B

UMAT-Programmcodes

In diesem Abschnitt befinden sich die kommentierten Programmcodes, welche sich aus dem in Kapitel 2 hergeleiteten *radial return-mapping*-Algorithmus zur Implementierung eines beliebigen konstitutiven Materialverhaltens in die ABAQUS/Standard-Subroutine UMAT ergeben.

```
!!! !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!
!!! ABAQUS / STANDARD
!!! USER MATERIAL SUBROUTINE (UMAT)
!!! !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!

!!! Header der UMAT-Subroutine
      subroutine UMAT(STRESS,STATEV,DDSDDE,SSE,SPD,SCD,
& RPL,DDSDDT,DRPLDE,DRPLDT,
& STRAN,DSTRAN,TIME,DTIME,TEMP,DTEMP,PREDEF,
& DPRED,CMNAME,NDI,NSHR,NTENS,NSTATV,PROPS,
& NPROPS,COORDS,DROT,PNEWDT,CELENT,DFGRDO,
& DFGRD1,NOEL,NPT,LAYER,KSPT,KSTEP,KINC)

      implicit none

!!! Deklaration der ABAQUS-Variablen

      character*80 CMNAME

      integer NDI,NSHR,NTENS,NSTATV,NPROPS,NOEL,LAYER,KINC,NPT,
& KSTEP,KSPT

      double precision STRESS(NTENS),STATEV(NSTATV),
& DDSDD(NTENS,NTENS),DDSDDT(NTENS),DRPLDE(NTENS),
& STRAN(NTENS),DSTRAN(NTENS),TIME(2),PREDEF(1),
& DPRED(1),PROPS(NPROPS),COORDS(NDI),DROT(NDI,NDI),
& DFGRDO(NDI,NDI),DFGRD1(NDI,NDI),
& SSE,SPD,SCD,RPL,DRPLDT,TEMP,DTEMP,DTIME,PNEWDT,CELENT

!!! Deklaration von benutzerdefinierten Variablen

      integer i, j, niter, ITMAX

      double precision Zero, One, Two, Three, sigF, mu, lambda, E,
```

```

& nu, strial, DG, wrz23, p, trE, factor, EP, YieldStress,
& DYieldStress, TOL, phi, dphi, faktor1, faktor2, faktor3,
& P2(6,6), D(6,6)

external YieldStress, DYieldStress

parameter(
& Zero = 0.0d0, One = 1.0d0, Two = 2.0d0, Three = 3.0d0,
& TOL = 1.0d-5, wrz23 = 0.81649658092772603273d0, ITMAX = 6 )

!!! Definition von Konstanten (E-Modul, Poisson-Zahl)
!!! lambda und mu über Gl. (2.22)
parameter( E = 5.465d10, nu = 0.36d0 )
parameter( mu = E / Two / (One + nu),
& lambda = Two * mu * nu / (One - Two * nu) )

!!! Aufbau des elastischen Steifigkeitstensors nach Gl. (2.20)
DDSDDE = Zero

do i=1,3
do j=1,3

if (i .eq. j) then
DDSDDE(I,J) = lambda + Two * mu
else
DDSDDE(I,J) = lambda
end if

end do
end do

do i=4,6
do j=4,6

if (i .eq. j) then
DDSDDE(I,J) = mu
else
DDSDDE(I,J) = Zero
end if

end do
end do

EP = STATEV(1) !!! Akkumulierte plastische Dehnung

!!! Berechnung der trial-Spannung nach Gl. (2.28)
!!! Spur des Tensors des Dehnungsinkrementes
trE = DSTRAN(1) + DSTRAN(2) + DSTRAN(3)

do i=1,3
STRESS(I) = STRESS(I) + lambda * trE + Two * mu * DSTRAN(I)
end do

do i=4,6

```



```

    STRESS(I) = STRESS(I) + mu * DSTRAN(I)  !!! techn. Gleitungen
end do

!!! hydrostatische Druckkomponente des Spannungstensors
p = Zero
do i=1,3
    p = p + STRESS(I)
end do
p = - p / Three

!!! Berechnung der Norm der deviatorischen trial-Spannung
strial = Zero
!!! Schritt 1: strial = S : S = || S ||^2
do i=1,3
    strial = strial + STRESS(I) * STRESS(I)
end do
do i=4,6
    strial = strial + Two * STRESS(I) * STRESS(I)
end do

!!! Schritt 2: || S' || = sqrt( (S + p*I) : (S + p*I) )
!!!              = sqrt( S : S - 3 * p^2 )
strial = sqrt(strial - Three * p * p)

!!! Berechne Fließbedingung nach Gl. (2.29)
sigF   = YieldStress(EP,Zero,DTIME)
phi    = strial - wrz23 * sigF

!!! Fallunterscheidung:
if (phi .gt. Zero) then  !!! Zeitschritt: Elasto-plastisch
    !!! Bestimmung von Delta Gamma (DG) aus Gl. (2.37) durch das
    !!! Newton-Verfahren
    niter = 0
    DG    = Zero
    do while (niter .lt. ITMAX .and. abs(phi) .gt. TOL)
        !!! Berechne d phi/d DG und führe den Iterationschritt durch
        dphi = - Two * mu - Two / Three * DYIELDSTRESS(EP,DG,DTIME)
        DG   = DG - phi / dphi
        !!! Berechne neue Fließspannung und damit neues phi
        sigF = YieldStress(EP,DG,DTIME)
        niter = niter + 1
        phi  = strial - wrz23 * sigF - Two * mu * DG
    end do

    if (niter .ge. ITMAX) then
        write(6,*)"ERROR: Newton-Iteration konvergiert nicht"
        !!CALL XIT ! STOP COMPUTATION
    end if
    !!! Berechne finales dphi mit finalem DG aus dem Newton-
    !!! Verfahren
    dphi = - Two * mu - Two / Three * DYIELDSTRESS(EP,DG,DTIME)

!!! Berechne algorithmisch konsistente Tangente DDSDE aus Gl. (2.40)
!!! Berechne deviatorische trial-Spannung

```

```

do i=1,3
  STRESS(I) = STRESS(I) + p
end do

!!! Berechne dyadisches Produkt D = dyad(S',S')
do i=1,6
  do j=1,6
    D(I,J) = STRESS(I) * STRESS(J)
  end do
end do

!!! Erstelle P'=P2
P2 = Zero
do i=1,3
  do j=1,3
    if (i .eq. j) then
      P2(I,J) = Two / Three
    else
      P2(I,J) = - One / Three
    end if
  end do
end do

do i=4,6
  P2(I,I) = One / Two
end do

!!! Gl. (1.40) Term 1/(1+ ...) = -2 * mu / dphi
faktor1 = ((4.0d0 * mu * mu) / (dphi * strial * strial)) +
& ((4.0d0 * mu * mu * DG) / (strial * strial * strial))

faktor2 = (Two * mu) * (Two * mu) * DG / strial

do i=1,6
  do j=1,6
    DDSDE(I,J) = DDSDE(I,J) + D(I,J) * faktor1 -
& P2(I,J) * faktor2
  end do
end do

!!! Berechne Spannungstensor am Ende des Inkrementes nach Gl. (2.38)
faktor3 = One - (Two * mu * DG / strial)
do i=1,6
  STRESS(I) = STRESS(I) * faktor3
end do

!!! hydrostatischen Druck wieder hinzufügen zu deviatorischem
!!! Spannungstensor
do i=1,3
  STRESS(I) = STRESS(I) - p
end do

!!! Akkumulierte plastische Dehnung aufgrund des aktuellen Inkrementes
!!! DG nach Gl. (2.33) (Akkumulation findet in SDV1 statt)

```

```

        STATEV(1) = STATEV(1) + wrz23 * DG
    end if

    end    !!! Ende der UMAT-Subroutine

!!! !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!

!!! Einbinden des Verfestigungsverhaltens in Form einer "externen"
!!! Funktion
        include 'voce.f'

```

Die hier dargestellte UMAT-Subroutine ist so konzipiert, dass annähernd beliebige Verfestigungsgesetze implementiert werden können. Die Funktionsgleichung, die das Materialverhalten widerspiegelt, muss allerdings mindestens einmal differenzierbar sein. In der aktuellen Studie fand stets ein leicht modifiziertes Verfestigungsverhalten nach Voce seine Anwendung [76]:

$$\sigma_F(\varepsilon_p) = \sigma_0 + \Theta_\infty \varepsilon_p + (\sigma_\infty - \sigma_0) \left[1 - \exp\left(-\frac{\Theta_0 - \Theta_\infty}{\sigma_\infty - \sigma_0} \varepsilon_p\right) \right]. \quad (\text{B.1})$$

Damit ergibt sich für die ebenfalls benötigte Ableitung $\sigma_F^*(\varepsilon_p)$:

$$\sigma_F^*(\varepsilon_p) = \frac{\partial \sigma_F(\varepsilon_p)}{\partial \varepsilon_p} = \Theta_\infty + (\Theta_0 - \Theta_\infty) \exp\left(-\frac{\Theta_0 - \Theta_\infty}{\sigma_\infty - \sigma_0} \varepsilon_p\right). \quad (\text{B.2})$$

Die daraus resultierende Datei *voce.f*, welche die Beziehungen (B.1) und (B.2) als Programmcode in die UMAT-Umgebung implementiert, hat folgendes Aussehen:

```

!!! !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!
!!! ABAQUS / STANDARD
!!! IMPLEMENTIERUNG DER "EXTERNEN" FUNKTIONEN C.1 UND C.2
!!! !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!

        FUNCTION YieldStress(EPSP,DG,DT)
!!! Berechne sigF für die akkumulierte plastische Dehnung bei
!!! vorgegebenem DG nach Gl. (2.33)

        implicit none

        double precision EPSPneu, wrz23, sig0, signf, thetainf, theta0,
& EPSP, DG, DT, YieldStress

!!! Elasto-plastische Materialparameter
        parameter( wrz23=0.81649658092772603273d0,
& sig0=6.73d8, signf=1.23d9, thetainf=1.081d9,
& theta0=5.465d10 )

        !!! Berechne Dehnung am Ende des Inkrementes mit aktuellem DG
        EPSPneu = EPSP + wrz23 * DG

!!! Verfestigungsgesetz nach Voce (modifiziert) - siehe Gl. (C.1)
        YieldStress = sig0 + thetainf * EPSPneu + (signf - sig0) *
& (1.0d0 - EXP(- EPSPneu * (theta0 - thetainf) / (signf - sig0)))

```

```

END

!!! !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!

FUNCTION DYieldStress(EPSP,DG,DT)

    implicit none
    !!! Berechne d sigF / d EPSP für die akkumulierte plastische Dehnung
    !!! mit vorgegebenem DG nach Gl. (2.33)

    double precision EPSPneu, wrz23, sig0, siginf, thetainf, theta0,
    & EPSP, DG, DT, DYieldStress

    !!! Elasto-plastische Materialparameter
    parameter( wrz23=0.81649658092772603273d0,
    & sig0=6.73d8, siginf=1.23d9, thetainf=1.081d9,
    & theta0=5.465d10 )

    !!! Berechne Dehnung am Ende des Inkrementes mit aktuellem DG
    EPSPneu = EPSP + wrz23 * DG

    !!! Ableitung nach dem Betrag der akkumulierten plastischen Dehnung -
    !!! siehe Gl. (C.2)
    DYieldStress = thetainf + (theta0 - thetainf) *
    & EXP(- EPSPneu * (theta0 - thetainf) / (siginf - sig0))

    END

```

Anhang C

Probencharakterisierung

In diesem Abschnitt finden sich nähere Beschreibungen aller Charakterisierungsmethoden, mit deren Hilfe im Rahmen dieser Arbeit Proben vor und nach einer Verformung untersucht wurden. Abbildung C.1 zeigt in einem Flussdiagramm den typischen Weg, den eine Probe in dieser Studie zu durchlaufen hatte. Dabei sind die im Folgenden erläuterten Methoden durch blaue Rechtecke gekennzeichnet; die Methoden der Probenherstellung (grüne Sechsecke) bzw. die Verformungsexperimente selbst und deren Auswertungen (orange Ellipsen) werden detailliert in den Kapiteln 3 und 4 erläutert. Die Probencharakterisierung spielt in dieser Arbeit gleich aus mehreren Gründen eine wichtige Rolle. So liefern die Untersuchungen der Mikrostruktur (Weitwinkelröntgendiffraktometrie, Dichtemessung) vor der Verformung wichtige Anhaltspunkte über die Vergleichbarkeit der einzelnen Experimente/Proben, während sowohl Rasterelektronenmikroskopie als auch Ultraschall-Laufzeitmessungen essentielle Daten für die spätere Implementierung der Verformung in die FEM-Simulation beisteuern. Zusätzlich kann die Transmissionselektronenmikroskopie im Anschluss an die Verformung Aufschluss über Änderungen in der Mikrostruktur der Proben geben.

C.1 Weitwinkelröntgendiffraktometrie (XRD)

Die Mikrostrukturanalyse mittels Weitwinkelröntgenbeugung bietet vor allem bei der Untersuchung nanokristalliner Werkstoffe vielfältige Möglichkeiten. Im Rahmen dieser Arbeit lag das Hauptaugenmerk auf der Bestimmung von Korngrößen, Mikroverzerrungen und Gitterparametern. Abbildung C.2 zeigt das typische Röntgendiffraktogramm einer nk Pd₉₀Au₁₀-Probe, aufgenommen mit einem *Bruker AXS D8 Advance* Diffraktometer (Cu-Anode; $K_{\alpha_1} = 154,056$ pm; $K_{\alpha_2} = 154,433$ pm; Intensitäten $K_{\alpha_1} : K_{\alpha_2} = 2 : 1$) in Θ - Θ -Geometrie, ausgerüstet mit einem LynxEye-Detektor. Zur Bestimmung der exakten Reflexpositionen und der entsprechenden Halbwertsbreiten (engl.: *Full Width at Half Maximum*, FWHM) wurden die Reflexe in einem ersten Arbeitsschritt mit Hilfe von Pearson VII-Fitfunktionen angepasst. Die im Folgenden beschriebene Methode zur Bestimmung der Korngrößen- und Mikroverzerrungsanteile aus einem gegebenen Röntgendiffraktogramm nach Klug & Alexander [104] basiert auf der Arbeit von G.K. Williamson und W.H. Hall aus dem Jahre 1953 [105]. Unter Verwendung der Laue-Gleichungen zur allgemeinen Beschreibung der Röntgenbeugung [106] ergibt sich durch Transformation in den reziproken Raum folgende Darstellung für den Streuvektor k und dessen Halbwertsbreite δk :

$$k = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \Theta \quad (\text{C.1})$$

$$\delta k = \frac{2\pi}{\lambda} \cos \Theta \delta(2\Theta) \quad (\text{C.2})$$

mit λ als Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung und 2Θ bzw. $\delta(2\Theta)$ als Position bzw. Halbwertsbreite FWHM des jeweiligen Reflexes. Es sei an dieser Stelle bemerkt, dass die Benutzung

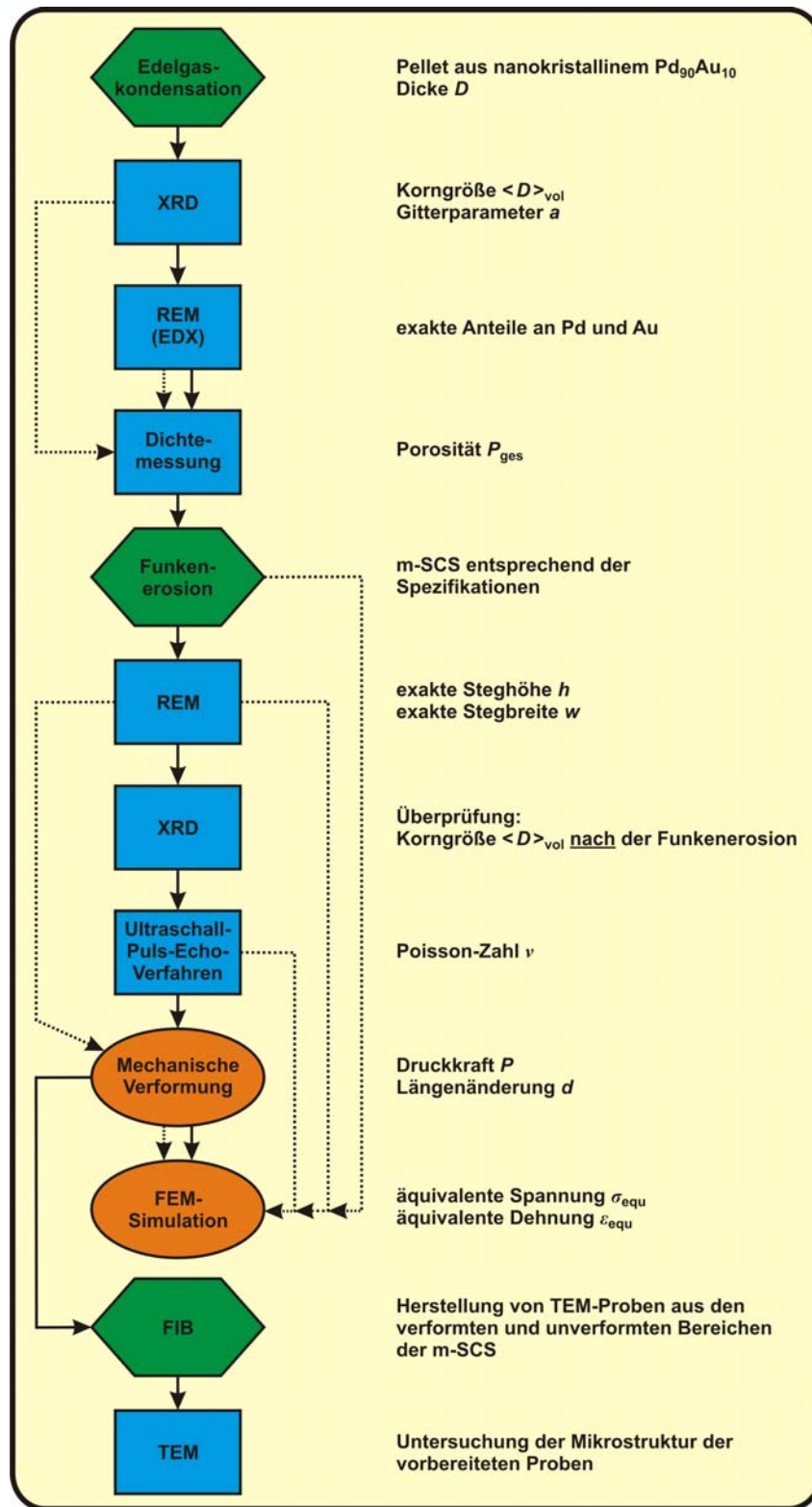


Abbildung C.1: Darstellung der wichtigsten Arbeitsschritte von der Herstellung über die Charakterisierung bis hin zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften einer typischen nanokristallinen Probe in einem Flussdiagramm. Die durchgezogenen Pfeile stellen den zeitlichen Verlauf der Untersuchungen dar, während gepunktete Pfeile einen Datentransfer zwischen den einzelnen Schritten anzeigen.

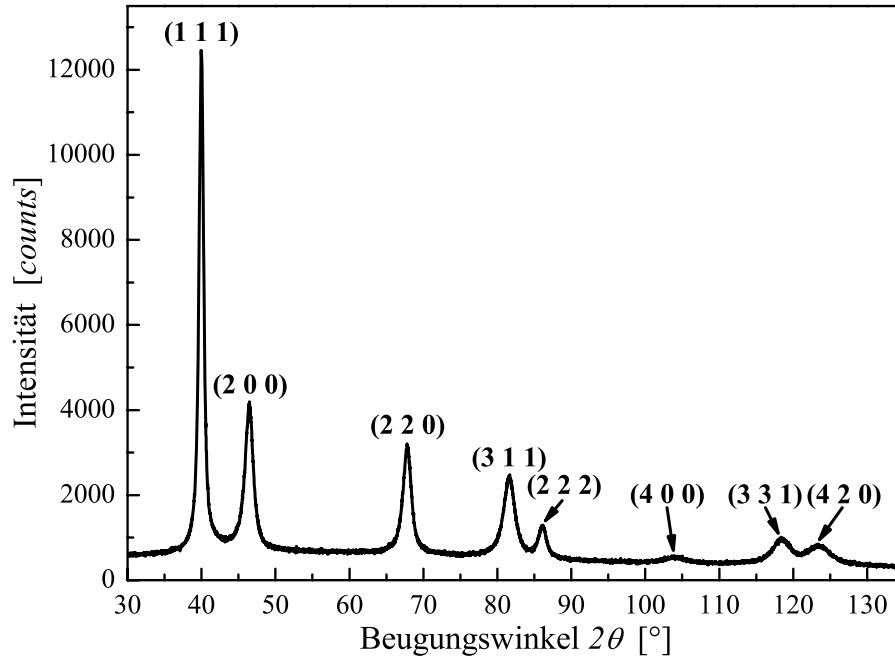


Abbildung C.2: Typisches Röntgendiffraktogramm einer nanokristallinen Pd₉₀Au₁₀-Probe inklusive der Miller-Indizes der auftretenden Reflexe.

der Halbwertsbreite FWHM anstatt der integralen Breite, wie in [104] beschrieben, ausschließlich aus der größeren Stabilität der Halbwertsbreite gegenüber Schwankungen im Reflexhintergrund resultiert.

Wie in Abbildung C.2 deutlich zu sehen ist, weisen alle Reflexe eine gewisse (endliche) Breite auf. Dafür gibt es mehrere Gründe, hauptsächlich jedoch sorgen die geringe Korngröße und die Mikroverzerrung innerhalb der untersuchten Proben, sowie der apparative Aufbau für eine Verbreiterung der Reflexe. Um nun Informationen über Korngröße und Mikroverzerrung zu erhalten müssen diese zusammen mit der „instrumentellen Verbreiterung“ in geeigneter Form aus den experimentellen Daten extrahiert werden. Eine Möglichkeit stellt die Bestimmung einer Instrumentenfunktion $\delta(2\Theta)_{\text{inst}}$ mit Hilfe eines grobkristallinen Referenzmaterials ohne Mikroverzerrung dar, beispielsweise LaB₆ (NIST 660a [107]), welche sich dann wie folgt aus den experimentellen Daten entfalten lässt:¹

$$\frac{\delta(2\Theta)}{\delta(2\Theta)_{\text{exp}}} = 1 - \left(\frac{\delta(2\Theta)_{\text{inst}}}{\delta(2\Theta)_{\text{exp}}} \right)^2. \quad (\text{C.3})$$

Für das verbleibende Spektrum ergibt sich nun (im reziproken Raum) eine ähnliche Entfaltung unter der Annahme einer lorentz-förmigen Reflexverbreiterung δk_{KG} aufgrund der geringen Korngröße und einer gauss-förmigen Verbreiterung δk_{MV} aufgrund der Mikroverzerrung [108]:

$$\frac{\delta k_{\text{KG}}}{\delta k} = 1 - \left(\frac{\delta k_{\text{MV}}}{\delta k} \right)^2. \quad (\text{C.4})$$

Der Korngrößenanteil ergibt sich über Gleichung C.2 mittels der Scherrer-Formel [106] zu

$$\delta k_{\text{KG}} = \frac{2\pi K}{\langle L \rangle_{\text{vol}}} \quad (\text{C.5})$$

¹Die Entfaltung unter Annahme einer Mischung aus gauss-förmiger und lorentz-förmiger Peakverbreiterung beruht auf rein empirischen Ergebnissen; physikalisch gesehen wären auch Entfaltungen der Form

$\left(\frac{\delta(2\Theta)}{\delta(2\Theta)_{\text{exp}}} \right)^2 = 1 - \left(\frac{\delta(2\Theta)_{\text{inst}}}{\delta(2\Theta)_{\text{exp}}} \right)^2$ (rein gauss-förmig) oder $\frac{\delta(2\Theta)}{\delta(2\Theta)_{\text{exp}}} = 1 - \frac{\delta(2\Theta)_{\text{inst}}}{\delta(2\Theta)_{\text{exp}}}$ (rein lorentz-förmig) denkbar.

mit der Scherrer-Konstanten $K = 0,83$ [109] und der volumen-gewichteten mittleren Säulenlänge $\langle L \rangle_{\text{vol}}$, während der Mikroverzerrungsanteil gegeben ist durch [110]

$$\delta k_{\text{MV}} = \sqrt{2\pi} k \varepsilon_{\text{rms}} \quad (\text{C.6})$$

mit dem quadratischen Mittelwert der Mikroverzerrung ε_{rms} . Durch Einsetzen in C.4 erhält man nun eine sogenannte Williamson-Hall-Beziehung nach Klug & Alexander

$$\frac{(\delta k)^2}{k^2} = \frac{2\pi K}{\langle L \rangle_{\text{vol}}} \cdot \frac{\delta k}{k^2} + 2\pi \varepsilon_{\text{rms}}^2 ; \quad (\text{C.7})$$

eine Auftragung $(\delta k)^2/k^2$ gegen $\delta k/k^2$ liefert also direkt die gesuchten Größen $\langle L \rangle_{\text{vol}}$ und ε_{rms} . Die im späteren Verlauf verwendete, volumen-gewichtete, mittlere Korngröße $\langle D \rangle_{\text{vol}}$ lässt sich unter Annahme von sphärischen Kristalliten über $\langle D \rangle_{\text{vol}} = \frac{4}{3} \langle L \rangle_{\text{vol}}$ [4] berechnen.

Um den/die Gitterparameter eines Materials mittels XRD zu bestimmen, ist es notwendig die Gitterstruktur der untersuchten Proben zu kennen. Im Falle des in dieser Arbeit verwendeten Pd₉₀Au₁₀ handelt es sich um ein kubisch flächenzentriertes Gitter (kfz). Wegen der hohen Symmetrie in dieser Gitterstruktur existieren für viele Netzebenenscharen aufgrund von destruktiver Interferenz keine Reflexe; konstruktive Interferenz ergibt sich in kfz Materialien genau dann wenn alle Miller-Indizes gerade bzw. ungerade sind [111]. Alle beobachteten Reflexe gehorchen jedoch der Bragg-Bedingung für kubische Symmetrien:

$$\frac{2a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \sin \Theta = \lambda . \quad (\text{C.8})$$

Dabei sind h, k und l die Miller-Indizes der Netzebenenschar in Bragg-Bedingung, a_0 der Gitterparameter des untersuchten Materials, 2Θ der Beugungswinkel und λ die Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung. Jedoch gibt es einige Faktoren, die hierbei die Bestimmung eines exakten a_0 erschweren. Dazu gehören die Höhendejustage, also eine zu hoch oder zu niedrig ins Diffraktometer eingebaute Probe, die Verschiebung des Nullpunkts des Diffraktometers und das Vorhandensein von Stapelfehlern innerhalb einer Probe. Nach einer gründlichen Justage des verwendeten Diffraktometers sind die Reflexverschiebungen aufgrund einer Nullpunktsdejustage im Vergleich zu den anderen beiden jedoch zu vernachlässigen. Der Zusammenhang zwischen dem mittels eines Reflexes bestimmten Gitterparameter a_{hkl} und dem Gitterparameter a_0 ohne Höhendejustage lässt sich aus geometrischen Überlegungen bestimmen zu:

$$a_{\text{hkl}} = a_0 - a_0 \frac{\tilde{d} \cos^2 \Theta}{R \sin \Theta} , \quad (\text{C.9})$$

wobei \tilde{d} die Höhendejustage und R den Goniometerradius des Diffraktometers darstellt; trägt man also in einem Diagramm a_{hkl} gegen $\frac{\cos^2 \Theta}{\sin \Theta}$ auf, so ergibt sich a_0 als Ordinatenabschnitt einer linearen Anpassung an die Daten. Während die Höhendejustage ein systematischer Fehler ist, der alle Reflexe in dieselbe Richtung verschiebt, sorgt das Vorhandensein von Stapelfehlern in einer Probe für eine Verschiebung, deren Richtung vom jeweiligen Reflex abhängt. Quantitativ lässt sich diese beschreiben durch [106]

$$\delta(2\Theta) = \frac{\sqrt{3}\alpha}{2\pi} \tan \Theta \cdot F_{\Sigma} . \quad (\text{C.10})$$

Dabei gibt die Stapelfehlerdichte α die Wahrscheinlichkeit an, dass innerhalb der kristallographischen (111)-Richtung auf eine bestimmte Netzebene nicht die von der kfz-Symmetrie vorgeschriebene folgt. F_{Σ} ist also ein Koeffizient, in den der Einfluss der Stapelfehlerdichte auf jede einzelne Netzebene einer bestimmten Netzebenenschar eingeht. Tabelle C.1 zeigt F_{Σ} für die ersten acht kfz-Reflexe.

Durch den recht unterschiedlichen Charakter der beiden gerade beschriebenen Einflüsse ist es möglich diese numerisch zu trennen und einen präzisen, korrigierten Gitterparameter anzugeben, wie er beispielsweise zu einem späteren Zeitpunkt von der Dichtemessung benötigt wird.

Netzebenenschar	(111)	(200)	(220)	(311)	(222)	(400)	(331)	(420)
F_{Σ}	1/4	-1/2	1/4	-1/11	-1/8	1/4	1/19	-1/20

Tabelle C.1: Koeffizienten F_{Σ} für die ersten acht Netzebenenscharen eines kfz Materials (Details zur Berechnung dieser Koeffizienten finden sich in [106]).

C.2 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Die Rasterelektronenmikroskopie erlaubt die Beobachtung und Charakterisierung von Materialien von der Nanometer- bis hin zur Mikrometerskala. Dabei kann ein stark fokussierter Elektronenstrahl entweder über die Probe gerastert werden oder an einer bestimmten Stelle verharren, um diverse Untersuchungen durchzuführen. Das „betrachtete“ Probenmaterial reagiert nun auf vielfältige Art und Weise auf den Elektronenstrahl, angefangen bei der Rückstreuung mancher Elektronen, bis hin zur Emission von Sekundärelektronen oder sogar charakteristischer Röntgenstrahlung [112]. Dementsprechend sind auch die Anwendungsmöglichkeiten der Rasterelektronenmikroskopie sehr breit gefächert. Im Rahmen dieser Arbeit fanden die folgenden Analysemethoden ihre Anwendung:

C.2.1 Vermessung von Probenstrukturen

Der topographische Kontrast entsteht im REM in erster Linie dadurch, dass eine Variation der Probentopographie sich beim Rastern in einer Änderung der detektierten Sekundärelektronenintensität manifestiert. So lassen sich unter anderem Oberflächenstrukturen bis zu einer Größe von ca. 20 nm darstellen und vermessen, im Falle der miniaturisierten *shear compression specimen* (m-SCS) also auch die Abmessungen der durch Funkenerosion gefertigten Steghöhen und Stegbreiten (siehe Abb. C.3).

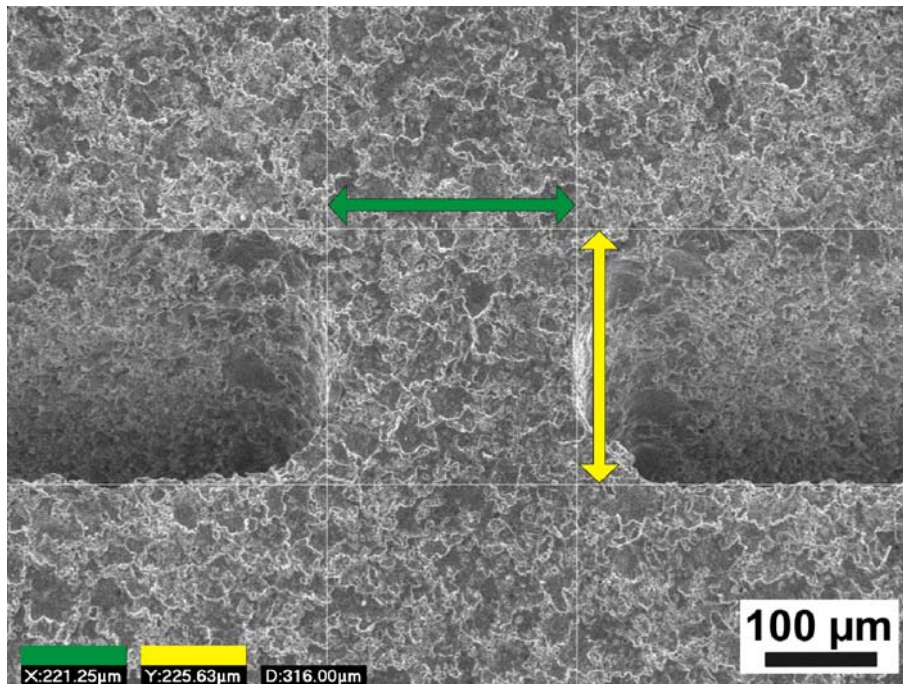


Abbildung C.3: Beispiel für die Vermessung der Steghöhe (gelb) und Stegbreite (grün) einer typischen, funkenrodierten m-SCS-Probe.

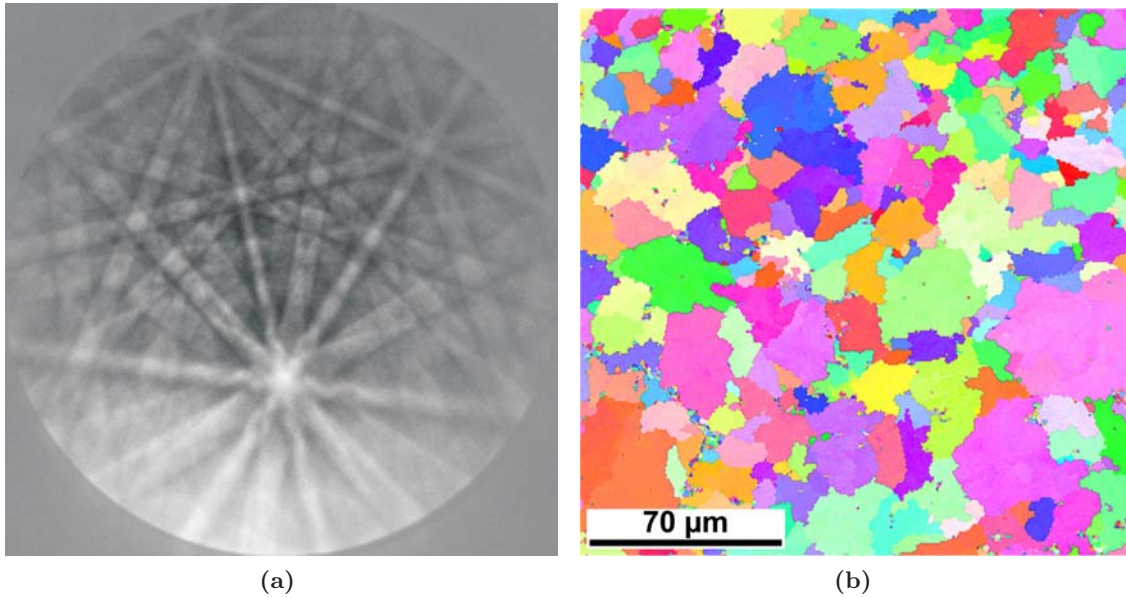


Abbildung C.4: (a) Kikuchi-Pattern einer edelgaskondensierten Pd₉₀Au₁₀-Probe und (b) die aus einer Vielzahl solcher Muster erzeugte EBSD-Aufnahme.

C.2.2 Energie-dispersive Röntgenanalyse (EDX) zur exakten Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der Proben

Seit dem Ende der 60er Jahre ist es mittels REM ebenfalls möglich das charakteristische Röntgenspektrum einer Probe energie-dispersiv zu analysieren. Dadurch lässt sich lokal am Ort der Messung die chemische Probenzusammensetzung quantitativ bestimmen. Abhängig von der verwendeten Anregungsspannung (üblicherweise 20 kV in dieser Studie) können die elementspezifischen K-, L- oder M-Linien detektiert werden, welche das untersuchte Material emittiert. Hierbei ist die Energie der jeweiligen Linie charakteristisch für das chemische Element und die Intensität der detektierten Linien ein Maß für die Konzentration der entsprechenden Stoffe. Im Rahmen dieser Arbeit sind alle Angaben hierzu in Atomprozent (at.%) angegeben.

C.2.3 Bestimmung der Mikrostruktur mittels Rückstreuelektronenbeugung (*electron backscatter diffraction*, EBSD)

Für diese Messmethode sind ausschließlich die Rückstreuelektronen von Bedeutung. Die in alle Raumrichtungen zurückgestreuten Elektronen werden an den verschiedenen Ebenen des Kristallgitters gebeugt und erzeugen beim Austritt aus der Probe auf einem Phosphorschirm ein spezifisches Beugungsmuster, die sogenannten Kikuchi-Muster. Deren Aussehen hängt nicht nur von der Kristallsymmetrie, sondern auch von der kristallographischen Orientierung der beleuchteten Oberfläche ab (vgl. Abb. C.4(a)). Mittels einer geeigneten Software lassen sich nun ausgesuchte Bereiche auf einer Probe hinsichtlich ihrer Kristallorientierung charakterisieren und damit natürlich auch Informationen über deren Mikrostruktur, wie zum Beispiel die Korngrößenverteilung (vgl. Abb. C.4(b)) oder Aspektverhältnisse, gewinnen. Weitergehende Beschreibungen zum Thema Rückstreuelektronenbeugung sind beispielsweise aus [113] zu entnehmen.

Alle in dieser Arbeit dargestellten REM-Aufnahmen bzw. -Messungen wurden an einem Rasterelektronenmikroskop 7000F der Firma Jeol durchgeführt, das mit einem EDAX TSL Trident Analysesystem (EDX, WDX², EBSD) ausgerüstet ist.

²Wellenlängen-dispersive Röntgenanalyse

C.3 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Die Transmissionselektronenmikroskopie ist wie die Rasterelektronenmikroskopie ein wichtiges Werkzeug zur Charakterisierung nanokristalliner Materialien. Im Folgenden sollen die in dieser Studie benutzten Darstellungsmodi (Hellfeld und Dunkelfeld) kurz beschrieben werden, ausführliche Abhandlungen zu dem Thema finden sich beispielsweise in [114, 115].

In einem TEM durchstrahlt ein stark fokussierter Elektronenstrahl eine möglichst dünne Probe, welche im Idealfall nur wenige nm dick ist. Dabei interagieren die Elektronen auf verschiedenste Weise mit dem Probenmaterial (vornehmlich elastische und inelastische Streuung). Um die Bildgebung der beiden gebräuchlichsten Darstellungsmodi näher zu erläutern betrachtet man ein stark vereinfachtes Szenario, den sogenannten Zweistrahlfall, in dem eine Probe gerade so im Elektronenstrahl orientiert ist, dass nur eine einzige Netzebenen-schar abbeugt; es gibt also nur einen gebeugten und einen ungebeugten Strahl. Bei der Hellfeld-Darstellung ergibt sich die Intensität des Bildes als Differenz des eintretenden Strahles I_0 und des abgebeugten Strahls I_g zu $I_{HF} = I_0 - I_g$. Da üblicherweise $I_{HF} \gg I_g$ ist, sind die relativen Intensitätsunterschiede nicht sehr groß und dementsprechend lassen sich in diesem Modus vor allem kontraststarke Objekte, wie Korngrenzen, Versetzungen u.ä. abbilden.

Bei der Dunkelfeld-Darstellung tragen einzig und allein die gestreuten Elektronen zur Intensität $I_{DF} = I_g$ bei. Daher sind die absoluten Intensitäten zwar meist geringer als bei der Hellfeld-Darstellung, dafür ist der Kontrast sehr viel größer, da schon geringe Abweichungen von der Bragg-Bedingung zu einer Intensität nahe Null führen. Dieser Modus wird vor allem zur kristallographischen Analyse von Phasengemischen, Antiphasengrenzen in geordneten Legierungen oder, wie in dieser Arbeit, zur Größenbestimmung von sehr kleinen Teilchen (im Nanometerbereich) genutzt.

Die in dieser Studie gezeigten TEM-Aufnahmen entstanden ausnahmslos an einem aberrations-korrigierten *Titan 80-300* Transmissionselektronenmikroskop der Firma *FEI (Karlsruhe Nano Micro Facility, KNMF)*.

C.4 Dichtemessung nach dem Archimedischen Prinzip

Das Kompaktieren des nanokristallinen Materials, als letzter Schritt einer edelgaskondensierten Herstellung, liefert keine vollständig dichten Proben; selbst hohe Pressdrücke führen zu einem gewissen Maß an Restporosität. Diese kann mitunter einen nicht zu vernachlässigenden Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der zu untersuchenden Materialien haben. Aus diesem Grund wurden die wie-hergestellten $\text{Pd}_{90}\text{Au}_{10}$ -Proben unter Verwendung des Archimedischen Prinzips auch hinsichtlich ihrer Dichte charakterisiert. Dieses Messprinzip basiert auf der Bestimmung des Probengewichts in unterschiedlichen Medien (Auftrieb) und ermöglicht nicht nur eine experimentelle Ermittlung der geometrischen Dichte sondern, bei bekannter theoretischer Dichte, auch der Porosität des jeweiligen Materials.

Die verwendete Balkenwaage *S3D* der Firma *Sartorius* weist eine Meßgenauigkeit von $1\ \mu\text{g}$ auf. Eine typische Dichtemessung erfolgt in drei Schritten: Zuerst wird die Probe für 24 h in Trockengranulat exsikkiert, um danach ein Gewicht G_1 an Luft zu bestimmen, welches nicht durch adsorbiertes Wasser auf der Oberfläche verfälscht ist. Nach weiteren 24 h, diesmal in Diethylphthalat (DEP), das in die offenen Poren vorzudringen vermag, erfolgt die Messung des Gewichts G_2 im Vergleichsmedium DEP. Eine abschließende Messung an Luft liefert ein Gewicht der Probe G_3 , welches das Gewicht des DEP in den nun gefüllten offenen Poren berücksichtigt. Mit Hilfe dieser drei Messungen lässt sich nun bei bekannten Dichten für das verwendete DEP und Luft ($\rho_{\text{DEP}} = 1,1176 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ / $\rho_{\text{Luft}} = 1,25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$) die geometrische Dichte ρ_{geo} des untersuchten Materials wie folgt bestimmen:

$$\rho_{\text{geo}} = \frac{G_1 \cdot \rho_{\text{DEP}} - G_2 \cdot \rho_{\text{Luft}}}{G_3 - G_2} . \quad (\text{C.11})$$

Liegt die theoretische Dichte ρ_{theo} des Materials ebenfalls vor, so ergibt sich daraus schließlich

eine Porosität von

$$P = 1 - \frac{\rho_{\text{geo}}}{\rho_{\text{theo}}} . \quad (\text{C.12})$$

Für die verwendete Mischkristalllegierung aus Palladium und Gold ist dies jedoch nicht der Fall. Dennoch kann unter der Annahme perfekter Substitution von Palladiumatomen durch Goldatome, angewendet auf ein Material mit kubisch flächenzentrierter Einheitszelle mit einem Gitterparameter a (aus XRD-Messungen bestimmt), eine theoretische Dichte ermittelt werden:

$$\rho_{\text{theo}} = 4 \cdot \frac{M_{\text{Pd}} \cdot c_{\text{Pd}} + M_{\text{Au}} \cdot c_{\text{Au}}}{N_A \cdot a^3} , \quad (\text{C.13})$$

wobei M und c für die jeweiligen Molmassen ($M_{\text{Pd}} = 106,42 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$ / $M_{\text{Au}} = 196,9665 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$) bzw. Atomkonzentrationen der beteiligten Stoffe (aus EDX-Messungen bestimmt) stehen und N_A die Avogadro-Konstante ($N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$) ist.

C.5 Bestimmung der elastischen Moduli mittels Ultraschall-Puls-Echo-Verfahren

Diese Messmethode basiert auf der Bestimmung der Schallgeschwindigkeiten (v_L : longitudinal und v_T : transversal) durch die Laufzeitmessung eines im MHz-Bereich liegenden Ultraschallpulses und dessen Echos durch die Probe. Bei bekannter Dichte ρ ist es möglich unter der Annahme eines statistisch isotropen, homogenen Materials im Rahmen der linearen Elastizitätstheorie [116] den Schermodul G , den Kompressionsmodul B , sowie den Elastizitätsmodul E (engl.: *Young's modulus*) zu berechnen über [117]

$$G = \rho v_T^2 \quad (\text{C.14})$$

$$B = \frac{\rho}{3} \cdot (3v_L^2 - 4v_T^2) \quad (\text{C.15})$$

$$E = \rho v_T^2 \cdot \frac{3v_L^2 - 4v_T^2}{v_L^2 - v_T^2} . \quad (\text{C.16})$$

Des Weiteren kann auch die für die FEM-Simulationen besonders wichtige Poisson-Zahl ν über

$$\nu = \frac{3B - E}{6B} \quad (\text{C.17})$$

bestimmt werden.

Hauptbestandteil der verwendeten Messapparatur ist ein 20MHz-Kombinationsprüfkopf *V2173* der Firma *Olympus/Panametrics*, welcher eine gleichzeitige Untersuchung sowohl der longitudinalen als auch der transversalen Anregungen ermöglicht. Abbildung C.5 zeigt schematisch das grundlegende Messprinzip und den entsprechenden Messaufbau. Die beiden Piezoelemente im Prüfkopf erzeugen longitudinale und transversale Ultraschallimpulse, welche das zu untersuchende Material dann aufgrund von Rück-Reflexionen an der Probenoberfläche mehrmals durchlaufen. Der Prüfkopf ist in der Lage die Stoßfronten dieser Ultraschallechos zu detektieren, um aus deren zeitlichem Abstand die Laufzeiten zu ermitteln. Aus diesen Laufzeiten und der Probendicke können dann die entsprechenden Schallgeschwindigkeiten berechnet werden.

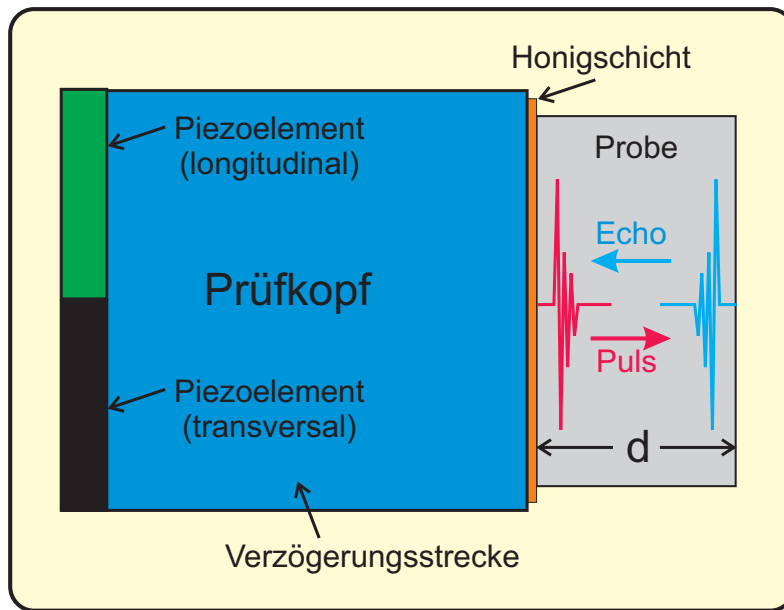


Abbildung C.5: Vereinfachte Darstellung des Messaufbaus zur Bestimmung der elastischen Moduli mit Hilfe des Ultraschall-Puls-Echo-Verfahrens [7].

Literaturverzeichnis

- [1] R. Walburg, Some punch-marked coins and an early Roman aureus from India in the Monetary Collection of the Deutsche Bundesbank, *SANGAM: numismatics and cultural history - Essays in Honour of Dr. R. Krishnamurthy* (2006).
- [2] O. Ratti und A. Westbrook, *Secrets of the Samurai*, Charles E. Tuttle Company, Rutland Tokyo, 9. Aufl. (1999).
- [3] G. Galilei, *Discorsi e Dimonstrazioni Matematiche, intorno à due nuove Scienze*, Leida (1638).
- [4] C. E. Krill III und R. Birringer, Estimating grain-size distributions in nanocrystalline materials from X-ray diffraction profile analysis, *Philosophical magazine A* **77**(3), 621 (1998).
- [5] H. Gleiter, Nanocrystalline materials, *Progress in Materials Science* **33**, 223–315 (1989).
- [6] H. Gleiter, Nanostructured materials: basic concepts and microstructure, *Acta Materialia* **48**(1), 1–29 (2000).
- [7] M. Grewer, *Untersuchung der grenzflächenelastischen Eigenschaften von nanokristallinem Palladium*, Diplomarbeit, Universität des Saarlandes, Technische Physik (2008).
- [8] M. A. Meyers, A. Mishra und D. J. Benson, Mechanical properties of nanocrystalline materials, *Progress in Materials Science* **51**, 427–556 (2006).
- [9] J. Weertman, Hall-Petch strengthening in nanocrystalline metals, *Materials Science and Engineering A* **166**, 161–167 (1993).
- [10] F. Ebrahimi, G. R. Bourne, M. S. Kelly und T. E. Matthews, Mechanical Properties of nanocrystalline Nickel produced by electrodeposition, *NanoStructured Materials* **11**(3), 343–350 (1999).
- [11] K. S. Kumar, H. Van Swygenhoven und S. Suresh, Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys, *Acta Materialia* **51**, 5743–5774 (2003).
- [12] P. Huang, F. Wang, M. Xu, K. W. Xu und T. J. Lu, Dependence of strain rate sensitivity upon deformed microstructures in nanocrystalline Cu, *Acta Materialia* **58**, 5196–5205 (2010).
- [13] A. S. Argon, *Strengthening Mechanisms in Crystal Plasticity*, Oxford University Press, New York, 1. Aufl. (2008).
- [14] H. Hahn, P. Mondal und K. A. Padmanabhan, Plastic deformation of nanocrystalline materials, *NanoStructured Materials* **9**, 603–606 (1997).
- [15] H. Van Swygenhoven und P. M. Derlet, Grain-boundary sliding in nanocrystalline fcc metals, *Physical Review B* **64**(224105), 1–9 (2001).
- [16] E. Ma, Watching the Nanograins roll, *Science* **305**(5684), 623–624 (2004).

- [17] Z. Shan, E. A. Stach, J. M. K. Wiezorek, J. A. Knapp, D. M. Follstaedt und S. X. Mao, Grain Boundary-Mediated Plasticity in Nanocrystalline Nickel, *Science* **305**(5684), 654–657 (2004).
- [18] J. W. Cahn, Y. Mishin und A. Suzuki, Coupling grain boundary motion to shear deformation, *Acta Materialia* **54**, 4953–4975 (2006).
- [19] M. Legros, D. S. Gianola und K. J. Hemker, In situ TEM observations of fast grain-boundary motion in stressed nanocrystalline aluminium films, *Acta Materialia* **56**(14), 3380–3393 (2008).
- [20] J. Karch, R. Birringer und H. Gleiter, Ceramics ductile at low temperature, *Nature* **330**, 556–558 (1987).
- [21] V. Yamakov, D. Wolf, S. R. Phillpot und H. Gleiter, Grain-boundary diffusion creep in nanocrystalline palladium by molecular-dynamics simulation, *Acta Materialia* **50**(1), 61–73 (2002).
- [22] J. Markmann, P. Bunzel, H. Rösner, K. W. Liu, K. A. Padmannabhan, R. Birringer, H. Gleiter und J. Weissmüller, Microstructure evolution during rolling of inert-gas condensed palladium, *Scripta Materialia* **49**, 637–644 (2003).
- [23] M. Chen, E. Ma, K. J. Hemker, H. Sheng, Y. Wang und X. Cheng, Deformation Twinning in Nanocrystalline Aluminium, *Science* **300**(5623), 1275–1277 (2003).
- [24] R. J. Asaro und S. Suresh, Mechanistic models for the activation volume and rate sensitivity in metals with nanocrystalline grains and nano-scale twins, *Acta Materialia* **53**, 3369–3382 (2005).
- [25] R. Birringer, Nanocrystalline Materials, *Materials Science and Engineering A* **117**, 33–43 (1989).
- [26] C. Cheung, F. Djuanda, U. Erb und G. Palumbo, Electrodeposition of nanocrystalline Ni-Fe alloys, *NanoStructured Materials* **5**(5), 513–523 (1995).
- [27] H. Natter und R. Hempelmann, Tailor-made nanomaterials designed by electrochemical methods, *Electrochimica Acta* **49**, 51–61 (2003).
- [28] M. Li, R. Birringer, W. L. Johnson und R. D. Shull, Nanocrystalline Fe-Si phase by mechanical attrition and its soft magnetic properties, *NanoStructured Materials* **3**(1-6), 407–412 (1993).
- [29] G. Binnig und H. Rohrer, In touch with atoms, *Review of Modern Physics* **71**(2), S324–S330 (1999).
- [30] G. Binnig, C. F. Quate und C. Gerber, Atomic Force Microscope, *Physical Review Letters* **56**(9), 930–933 (1986).
- [31] F. J. Giessibl, Advances in atomic force microscopy, *Review of Modern Physics* **75**(3), 949–983 (2003).
- [32] 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), 1564–1583 (1992).
- [33] F. Yang und J. C. M. Li (Hg.), *Micro and Nano Mechanical Testing of Materials and Devices*, Springer, New York, 1. Aufl. (2008).
- [34] G. E. Lucas, Review of Small Specimen Test Techniques for Irradiation Testing, *Metallurgical Transactions A* **21A**, 1105–1119 (1990).

- [35] G. E. Lucas, G. R. Odette, M. Sokolov, P. Spätig, T. Yamamoto und P. Jung, Recent progress in small specimen test technology, *Journal of nuclear materials* **307-311**, 1600–1608 (2002).
- [36] C. C. Koch, Ductility in Nanostructured and Ultra Fine-Grained Materials: Recent Evidence for Optimism, *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials* **18**, 9–20 (2003).
- [37] E. Ma, Instabilities and ductility of nanocrystalline and ultrafine-grained metals, *Scripta Materialia* **49**, 663–668 (2003).
- [38] R. E. Reed-Hill und R. Abbaschian, *Physical Metallurgy Principles*, PWS Publishing Company, Boston, 3. Aufl. (1994).
- [39] L. Kurmanaeva, Y. Ivanisenko, J. Markmann, K. Yang, H.-J. Fecht und J. Weissmüller, Work hardening and inherent plastic instability of nanocrystalline metals, *physica status solidi (RRL)* **4(4-5)**, 130–132 (2010).
- [40] D. Rittel, S. Lee und G. Ravichandran, A Shear-compression Specimen for Large Strain Testing, *Experimental Mechanics* **42(1)**, 58–64 (2002).
- [41] D. Rittel, G. Ravichandran und S. Lee, Large strain constitutive behavior of OFHC copper over a wide range of strain rates using the shear compression specimen, *Mechanics of Materials* **34**, 627–642 (2002).
- [42] A. Dorogoy und D. Rittel, Numerical Validation of the Shear Compression Specimen. Part I: Quasi-static Large Strain Testing, *Experimental Mechanics* **45(2)**, 167–177 (2005).
- [43] M. Vural, D. Rittel und G. Ravichandran, Large Strain Mechanical Behavior of 1018 Cold-Rolled Steel over a Wide Range of Strain Rates, *Metallurgical and Materials Transactions A* **34A**, 2873–2885 (2003).
- [44] D. Rittel und G. Ravichandran, High-strain-rate behavior of α -Iron under shear dominant loading conditions, in 15th *DYMAT Technical Meeting*, Metz (2004).
- [45] D. Rittel, R. Levin und A. Dorogoy, On the Isotropy of the Dynamic Mechanical and Failure Properties of Swaged Tungsten Heavy Alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A* **35A**, 3787–3795 (2004).
- [46] A. Dorogoy und D. Rittel, Numerical Validation of the Shear Compression Specimen. Part II: Dynamic Large Strain Testing, *Experimental Mechanics* **45(2)**, 178–185 (2005).
- [47] A. Bhattacharyya, D. Rittel und G. Ravichandran, Effect of strain rate on deformation texture in OFHC copper, *Scripta Materialia* **52**, 657–661 (2005).
- [48] A. Bhattacharyya, D. Rittel und G. Ravichandran, Strain Rate Effect on the Evolution of Deformation Texture for α -Fe, *Metallurgical and Materials Transactions A* **37A**, 1137–1145 (2006).
- [49] A. Dorogoy und D. Rittel, A Numerical Study of the Applicability of the Shear Compression Specimen to Parabolic Hardening Materials, *Experimental Mechanics* **46**, 355–366 (2006).
- [50] D. Rittel, G. Ravichandran und A. Venkert, The mechanical response of pure iron at high strain rates under dominant shear, *Materials Science and Engineering A* **432**, 191–201 (2006).
- [51] D. Rittel, A. Bhattacharya, B. Poon, J. Zhao und G. Ravichandran, Thermomechanical characterization of pure polycrystalline tantalum, *Materials Science and Engineering A* **447**, 65–70 (2007).
- [52] D. Rittel, R. Levin und A. Dorogoy, Geometrical imperfection and adiabatic shear banding, *International Journal of Impact Engineering* **35**, 1280–1292 (2008).

- [53] D. Rittel und Z. G. Wang, Thermo-mechanical aspects of adiabatic failure of AM50 and Ti6Al4V alloys, *Mechanics of Materials* **40**, 629–635 (2008).
- [54] S. Daly, D. Rittel, K. Bhattacharya und G. Ravichandran, Large Deformation of Nitinol Under Shear Dominant Loading, *Experimental Mechanics* **49**(2), 225–233 (2009).
- [55] A. Dorogoy und D. Rittel, Determination of the Johnson-Cook Material Parameters Using the SCS Specimen, *Experimental Mechanics* **49**(6), 881–885 (2009).
- [56] J. Zhao, W. G. Knauss und G. Ravichandran, A New Shear-Compression-Specimen for Determining Quasistatic and Dynamic Polymer Properties, *Experimental Mechanics* **49**, 427–436 (2009).
- [57] DIN e.V. (Hg.), *DIN-Taschenbuch 19*, Beuth (2006).
- [58] J. Ballani, *Vergleich unterschiedlicher Lösungsverfahren in der Plastizität*, Diplomarbeit, Universität Stuttgart, Lehrstuhl für Numerische Mathematik für Hochleistungsrechner (2008).
- [59] B. Klein, *FEM - Grundlagen und Anwendungen der Finite-Element-Methode im Maschinen- und Fahrzeugbau*, Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 8. Aufl. (2010).
- [60] J. Dankert und H. Dankert, *Technische Mechanik - Statik, Festigkeitslehre, Kinematik/Kinetik*, Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 6. Aufl. (2011).
- [61] C. Könke, Skriptum zur Veranstaltung: Methode der finiten Elemente (2004), Bauhaus-Universität Weimar - Institut für Strukturmechanik.
- [62] D. M. Potts und L. Zdravković, *Finite element analysis in geotechnical engineering - theory*, Thomas Telford Publishing, London (1999).
- [63] A. F. Bower, *Applied Mechanics of Solids*, CRC Press - Taylor & Francis Group, Boca Raton (2010).
- [64] H. R. Schwarz, *Methode der finiten Elemente*, B.G. Teubner, Stuttgart, 3. Aufl. (1991).
- [65] P. Deuffhard und A. Hohmann, *Numerische Mathematik I*, de Gruyter, New York, 2. Aufl. (1993).
- [66] H. R. Schwarz, *Numerische Mathematik*, B.G. Teubner, Stuttgart, 3. Aufl. (1993).
- [67] J. C. Simo und T. J. R. Hughes, *Mechanics and Materials - Computational Inelasticity*, Springer, New York, 2. Aufl. (2000).
- [68] T. Böhlke, Skript zur Lehrveranstaltung: Implementierung von Stoffgesetzen (2009), Universität Karlsruhe (TH).
- [69] Y. Petryna, Skript zur Lehrveranstaltung: Vertiefungsveranstaltung FEM II - Finite-Elemente-Methode in der nichtlinearen Baustatik und Baudynamik (2007), Technische Universität Berlin - Institut für Bauingenieurwesen (www.ba.tu-berlin.de/fileadmin/a363112/Lehre/Vertiefung_FEM_II/Vorlesungsunterlagen/plastizit_t.pdf).
- [70] Dassault Systèmes, Vélizy-Villacoublay (Frankreich), *Abaqus 6.10-EF Analysis User's Manual* (2010).
- [71] J. C. Simo und R. Taylor, A return mapping algorithm for plane stress elastoplasticity, *International Journal for Numerical Methods in Engineering* **22**, 649–670 (1986).
- [72] M. A. Crisfield, *Non-linear finite element analysis of solids and structures*, Wiley, Chichester New York, 1. Aufl. (1991).

- [73] M. Hermann, *Numerik gewöhnlicher Differentialgleichungen*, Oldenbourg, München, 1. Aufl. (2004).
- [74] L. M. Kachanov, *Fundamentals of the Theory of Plasticity*, Dover Publications, Inc., New York, 1. Aufl. (2004).
- [75] J. Lubliner, *Plasticity Theory*, Dover Publications, Inc., New York, 3. Aufl. (2008).
- [76] E. Voce, The relation between stress and strain for homogeneous deformation, *Journal of the Institute of Metals* **74**, 537–562 (1948).
- [77] R. Birringer, H. Gleiter, H. P. Klein und P. Marquardt, Nanocrystalline materials - An approach to a novel solid structure with gas-like disorder?, *Physics Letters A* **102**(8), 365–369 (1984).
- [78] M. Ames, J. Markmann, R. Karos, A. Michels, A. Tschöpe und R. Birringer, Unraveling the nature of room temperature grain growth in nanocrystalline materials, *Acta Materialia* **56**, 4255–4266 (2008).
- [79] C. E. Krill III, L. Helfen, D. Michels, H. Natter, A. Fitch, O. Masson und R. Birringer, Size-Dependent Grain-Growth Kinetics Observed in Nanocrystalline Fe, *Physical Review Letters* **86**(5), 842–845 (2001).
- [80] L. A. Giannuzzi und F. A. Stevie, *Introduction to Focused Ion Beams - Instrumentation, Theory, Techniques and Practice*, Springer, Boston, 1. Aufl. (2005).
- [81] M. S. Blanter, I. S. Golovin, H. Neuhäuser und H. R. Sinning, *Internal Friction in Metallic Materials - A Handbook*, Springer, Berlin Heidelberg (2007).
- [82] H. E. Schaefer, R. Würschum, R. Birringer und H. Gleiter, Nanometre-sized solids, their structure and properties, *Journal of the Less-Common Metals* **140**, 161–169 (1988).
- [83] M. Weller, J. Diehl und H. E. Schaefer, Shear modulus and internal friction in nanometre-sized polycrystalline palladium, *Philosophical Magazine A* **63**(3), 527–533 (1991).
- [84] D. O. Honecker, *Untersuchung von Kriechprozessen in nanokristallinem Palladium und Palladium-Gold-Legierungen*, Diplomarbeit, Universität des Saarlandes, Technische Physik (2009).
- [85] A. Puškár, *Materials Science Monographs 56 - Microplasticity and failure of metallic materials*, Elsevier, Amsterdam (1989), chapter 3.
- [86] W. F. Gale und T. C. Totemeier, *Smithells Metals Reference Book*, Elsevier, Amsterdam, 8. Aufl. (2004).
- [87] S. Brandstetter, H. Van Swygenhoven, S. Van Petegem, B. Schmitt, R. Maaß und P. M. Derlet, From Micro- to Macroplasticity, *Advanced Materials* **18**, 1545–1548 (2006).
- [88] L. Li, P. M. Anderson, M.-G. Lee, E. Bitzek, P. Derlet und H. Van Swygenhoven, The stress-strain response of nanocrystalline metals: A quantized crystal plasticity approach, *Acta Materialia* **57**, 812–822 (2009).
- [89] P. Haasen, *Physikalische Metallkunde*, Springer, Berlin Heidelberg New York Tokyo, 2. Aufl. (1984).
- [90] A. Michels, C. E. Krill III, H. Ehrhardt, R. Birringer und D. T. Wu, Modelling the influence of grain-size-dependent solute drag on the kinetics of grain growth in nanocrystalline materials, *Acta Materialia* **47**, 2143–2152 (1999).

- [91] T. J. Rupert, D. S. Gianola, Y. Gan und K. J. Hemker, Experimental Observations of Stress-Driven Grain Boundary Migration, *Science* **326**, 1686–1690 (2009).
- [92] J. A. Sharon, P.-C. Su, F. B. Prinz und K. J. Hemker, Stress-driven grain growth in nanocrystalline Pt thin films, *Scripta Materialia* **64**, 25–28 (2011).
- [93] T. Gorkaya, T. Bulet, D. A. Molodov und G. Gottstein, Experimental method for true in situ measurements of shear-coupled grain boundary migration, *Scripta Materialia* **63**, 633–636 (2010).
- [94] G. Saada und T. Kruml, Deformation mechanisms of nanograined metallic polycrystals, *Acta Materialia* **59**, 2565–2574 (2011).
- [95] H. Frost und M. F. Ashby (Hg.), *Deformation-Mechanism Maps: The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon Press (1982).
- [96] G. Saada, Hall-Petch revisited, *Materials Science and Engineering A* **400-401**, 146–149 (2005).
- [97] C. Braun, *Untersuchung der skalenabhängigen mechanischen Eigenschaften von nanokristallinem Palladium mit Indentationsmethoden*, Diplomarbeit, Universität des Saarlandes, Technische Physik (2009).
- [98] R. L. Coble, A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials, *Journal of Applied Physics* **34**(6), 1679–1682 (1963).
- [99] R. V. Mises, Mechanik der plastischen Formänderung von Kristallen, *Zeitschrift für angewandte Mathematik und Mechanik* **8**(3), 161–185 (1928).
- [100] F. P. Ganneau, G. Constantinides und F.-J. Ulm, Dual-indentation technique for the assessment of strength properties of cohesive-frictional materials, *International Journal of Solids and Structures* **43**, 1727–1745 (2006).
- [101] J. R. Trelewicz und C. A. Schuh, The Hall-Petch breakdown in nanocrystalline metals: A crossover to glass-like deformation, *Acta Materialia* **55**, 5948–5958 (2007).
- [102] X. Gao, T. Zhang, J. Zhou, S. M. Graham, M. Hayden und C. Roe, On stress-state dependent plasticity modeling: Significance of the hydrostatic stress, the third invariant of stress deviator and the non-associated flow rule, *International Journal of Plasticity* **27**, 217–231 (2011).
- [103] I. N. Bronstein und K. A. Semendjajew, *Taschenbuch der Mathematik*, B.G. Teubner/Nauka, Stuttgart/Moskau, 25. Aufl. (1991).
- [104] H. P. Klug und L. E. Alexander, *X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*, Wiley-Interscience, New York, 2. Aufl. (1974).
- [105] G. K. Williamson und W. H. Hall, X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram, *Acta Metallurgica* **1**(1), 22–31 (1953).
- [106] B. E. Warren (Hg.), *X-ray diffraction*, Dover Publications, New York, 1. Aufl. (1990).
- [107] National Institute of Standards and Technology - Standard Reference Materials, https://www-s.nist.gov/srmors/view_detail.cfm?srm=660A.
- [108] N. C. Halder und C. N. J. Wagner, Separation of particle size and lattice strain in integral breadth measurements, *Acta Crystallographica* **20**, 312–313 (1966).
- [109] J. Markmann, V. Yamakov und J. Weissmüller, Validating grain size analysis from X-ray line broadening: A virtual experiment, *Scripta Materialia* **59**, 15–18 (2008).

- [110] A. J. C. Wilson, *X-Ray Optics*, Methuen, London, 1. Aufl. (1949).
- [111] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, Oldenbourg, München Wien, 14. Aufl. (2005), Kapitel 2.
- [112] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, P. Echlin, D. C. Joy, C. E. Lyman, E. Lifshin, L. Sawyer und J. R. Michael, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Springer, New York, 3. Aufl. (2007).
- [113] A. J. Schwartz, M. Kumar und B. L. Adamas, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Kluwer Academic (2000).
- [114] D. B. Williams und C. B. Carter, *Transmission Electron Microscopy - A Textbook for Material Science*, Springer, New York, 2. Aufl. (2009).
- [115] E. Hornbogen und B. Skrotzki, *Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe*, Springer, 3. Aufl. (2009).
- [116] L. D. Landau und E. M. Lifschitz, *Theory of Elasticity*, Academic-Verlag, Berlin, 5. Aufl. (1983), chapter 1.
- [117] M. P. Marder, *Condensed matter physics*, Wiley-Interscience (2000), chapter 12, corrected printing.

Danksagung

Es gibt viele Personen, ohne die diese Arbeit niemals zustande gekommen wäre. Einigen davon will ich im Folgenden ganz besonders danken:

Herrn Prof. Dr. Rainer Birringer für die Vergabe des interessanten Themas, seine Geduld und seine immer währende Bereitschaft mich bei allen aufkommenden Problemen zu unterstützen.

Herrn Dr. Jürgen Markmann für die grossartige Betreuung bei der Bearbeitung dieses Themas. Dabei zeigte er mir oftmals nicht nur in der Welt der mechanischen Eigenschaften von Metallen und Legierungen, sondern auch in der Welt von *Dragonlance* wo der Weg hinführen könnte.

Herrn Dr. Andreas Tschöpe, der mir durch eine Vielzahl von guten Ideen und Anregungen immer wieder hilfreich zur Seite stand.

Herrn Jörg Schwarz, der mich in allen technischen Fragen nicht nur beriet, sondern auch dafür sorgte, dass ich in den Laboren nicht allzuviel Schaden anrichtete und Herrn Jörg Schmauch für seine Unterstützung bei der Charakterisierung der Proben.

Frau Anja Sander für die unermüdliche Herstellung einer schier nicht enden wollenden Anzahl von Proben und so manchen freundschaftlichen Ratschlag nicht nur bei arbeitstechnischen, sondern auch bei vielen anderen Problemen.

Den Herren Manuel Grewer und Christian Braun, die mit großem Enthusiasmus die erarbeiteten Grundlagen verinnerlichteten, durch ihre gezielten Fragen immer wieder auch mein Verständnis von der bearbeiteten Thematik verfeinerten, und deren helfenden Hände glücklicherweise so manche Nachtschicht verhinderten.

Herrn Martin Schwarz für die interessanten Einblicke in das Leben eines vom Pech verfolgten Magiers auf Krynn und dafür, dass er jederzeit sowohl ein offenes Ohr für meine Sorgen und Probleme hatte als auch den ein oder anderen Rat zu deren Lösung beitrug. Darüber hinaus habe ich mich für die aufwendigen Korrekturen zu bedanken, welche die Veröffentlichung so mancher thematischen bzw. stilistischen Entgleisung verhinderten.

Meinen Mitbewohnern, den Herren Philipp Bender, Dirk Honecker und Adrian Ferdinand, für die Geduld, die sie im Laufe dieser Arbeit mit mir hatten.

Außerdem möchte ich mich bei der gesamten Arbeitsgruppe für das hervorragende Arbeitsklima bedanken. Nicht zu vergessen die Damen Christine Jörg, Dörte Junk, Dr. Anne-Catherine Probst, Dr. Annegret Günther, sowie die Herren Dr. Habil. Andreas Michels, Dr. Frank Döbrich, Dr. Dmitriy Bachurin, Dr. Markus Ziehmer, Dr. Stefan Monz, Patrik Zimmer, Michael Davis, Florian Krämer, Etienne Wagner und Jens-Peter Bick. Alle zusammen sorgten für eine angenehme Arbeitsatmosphäre und sind dadurch maßgeblich am Erfolg dieser Arbeit beteiligt.

Herrn Rudolf Karos (INM - Leibniz Institut für neue Materialien) für die Hilfe bei allen Aufgaben und Problemen rund um das Thema Weitwinkelröntgenbeugung, sowie für ein offenes Ohr zu jeder Zeit und manchmal auch bei jedem Wetter (an der „frischen“ Luft).

Herrn Karl-Peter Schmitt (INM - Leibniz Institut für neue Materialien) für seine Begleitung bei meinen ersten Schritten auf dem Gebiet der mechanischen Prüfmethoden, aber auch für seine Unterstützung im späteren Verlauf der Arbeit.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Thomas Böhlke vom Karlsruher Institut für Technologie (KIT) und seinen Mitarbeitern für die tatkräftige und oftmals sehr geduldige Unterstützung bei allen Fragen und Problemen während der Implementierung der betrachteten Verformungen in FEM-Simulationen.

Herrn Dr. Christian Kübel ebenfalls vom Karlsruher Institut für Technologie (KIT) und seinen Mitarbeitern für die aufwendige Präparation der Proben mittels *Focused Ion Beam* (FIB) und deren anschließende Untersuchung mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für ihre finanzielle Unterstützung im Rahmen des Forschungsprojektes „Plastizität nanokristalliner Metalle und Legierungen“ (FOR714), welche die Durchführung dieser Arbeit erst ermöglichte.

Allen Mitgliedern der Forschergruppe DFG-FOR714 durch deren fruchtbare Zusammenarbeit sich eine Vielzahl von Möglichkeiten bot, um die aktuelle Studie in all ihrer Komplexität zu einem abgerundeten Abschluss zu bringen.

Des Weiteren will ich hiermit auch den Freunden fernab von der Physik meinen Dank aussprechen, die mich im Verlauf der Arbeit, vor allem bei Rückschlägen, immer wieder aufgebaut oder auch einfach nur abgelenkt haben.

Mein größter Dank gilt jedoch meiner Familie und hier insbesondere meinen Eltern Gertrude und Ewald Ames, deren bedingungslose Unterstützung zu jedem Zeitpunkt meines Lebens es mir überhaupt erst ermöglichte dieses Ziel zu erreichen.

Eidesstattliche Versicherung

Hiermit versichere ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Die aus anderen Quellen oder indirekt übernommenen Daten und Konzepte sind unter Angabe der Quelle gekennzeichnet. Die Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form in einem Verfahren zur Erlangung eines akademischen Grades vorgelegt.

Ort, Datum

Unterschrift
