

André Clausner

Bewertung von Verfahren zur  
Fließspannungsbestimmung  
in der Nanoindentation



**TECHNISCHE UNIVERSITÄT  
CHEMNITZ**

Universitätsverlag Chemnitz

2013

## **Impressum**

### **Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek**

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

Zugl.: Chemnitz, Techn. Univ., Diss., 2013

Technische Universität Chemnitz/Universitätsbibliothek  
**Universitätsverlag Chemnitz**  
09107 Chemnitz  
<http://www.bibliothek.tu-chemnitz.de/UniVerlag/>

### **Herstellung und Auslieferung**

Verlagshaus Monsenstein und Vannerdat OHG  
Am Hawerkamp 31  
48155 Münster  
<http://www.mv-verlag.de>

ISBN 978-3-941003-95-8

<http://nbn-resolving.de/urn:nbn:de:bsz:ch1-qucosa-124038>



TECHNISCHE UNIVERSITÄT CHEMNITZ

## **Bewertung von Verfahren zur Fließspannungsbestimmung in der Nanoindentation**

von der Fakultät für Naturwissenschaften  
der Technischen Universität Chemnitz  
genehmigte Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades

doctor rerum naturalium

(Dr. rer. nat.)

vorgelegt von Dipl.-Ing. André Clausner

geboren am 16.03.1980 in Karl-Marx-Stadt (jetzt Chemnitz)

eingereicht am 30.04.2013

Gutachter:

Prof. Dr. Frank Richter

Prof. Dr.-Ing. Jörn Ihlemann

Tag der Verteidigung: 17.09.2013



## Bibliografische Beschreibung und Referat

Clausner, André

„Bewertung von Verfahren zur Fließspannungsbestimmung in der Nanoindentation“

Technische Universität Chemnitz, Institut für Physik, Dissertation, 2013

(130 Seiten, 77 Abbildungen, 7 Tabellen, 136 Literaturstellen)

Die Nanoindentation ist ein inzwischen etabliertes Verfahren zur Bestimmung der Materialkennwerte Härte und Elastizitätsmodul in kleinen Größendimensionen. Eine zusätzliche Bestimmung der Fließspannung aus solchen Nanoindentationsexperimenten würde deren Einsatzmöglichkeiten deutlich erweitern und zum Beispiel für die Bauteilauslegung kleiner Strukturen, Schichtcharakterisierung und die Beschaffung von Simulationseingangsdaten einen großen Fortschritt bedeuten. Diese Gründe machen das Thema zu einem aktuellen Forschungsgegenstand. In der vorliegenden Arbeit steht deswegen die Bewertung von Fließspannungsbestimmungsverfahren für Massivmaterialien in der Nanoindentation mittels einer Kombination aus Finite-Elemente-Simulationen und umfangreichen Experimentaldaten im Zentrum. Im Speziellen wird dabei das Konzept des effektiv geformten Indenters mit dem erweiterten HERTZschen Ansatz und dessen Anwendung zur Fließspannungsbestimmung aus Eindringversuchen mit selbstähnlichen Berkovichpyramiden betrachtet.

Zur Bearbeitung dieser Aufgabenstellung wurden unter anderem drei Referenzverfahren zur Fließspannungsbestimmung (die *Expanding cavity*-Modelle, das *Loading partial unloading*-Verfahren und Minidruckversuche) ausführlich charakterisiert. Damit konnten dann im Weiteren belastbare Referenzfließspannungen für die umfangreiche Experimentaldatenbasis zur Verfügung gestellt werden. Außerdem wurden die untersuchten Materialien auf den Einfluss der Größenabhängigkeit der Fließspannungen, den *Indentation size effect*, hin untersucht. Dabei wurden die vorliegenden physikalischen Vorgänge in den Proben beschrieben, dahingehende Unterschiede bei den betrachteten Referenzverfahren charakterisiert und den Fließspannungswerten die Fließzonendimensionen zugeordnet. Mit den damit zur Verfügung stehenden Informationen konnte das Konzept des effektiv geformten Indenters in seiner Anwendung zur Fließspannungsbestimmung grundlegend bewertet werden. Alle Untersuchungen wurden dabei stets parallel mit Hilfe von Simulations- und Experimentaldaten durchgeführt, um tiefere Einblicke in die zu Grunde liegende Mechanik der Fließprozesse zu gewinnen.

**Schlagwörter:** Nanoindentation, Härtemessung, Fließgrenze, Fließspannung, effektiv geformter Indenter, erweiterter HERTZscher Ansatz, *Indentation size effect*, Finite-Elemente-Methode, *Expanding cavity*-Modell, *Loading partial unloading*-Verfahren

# Inhaltsverzeichnis

<b>Bibliografische Beschreibung und Referat</b>	<b>1</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>5</b>
1.1 Einordnung des Themas, Motivation . . . . .	5
1.2 Zielstellung . . . . .	8
1.3 Herangehensweise . . . . .	9
1.4 Inhaltsübersicht . . . . .	10
<b>2 Grundlagen</b>	<b>11</b>
2.1 Materialbeschreibung und Materialverhalten . . . . .	11
2.1.1 Verwendete kontinuumsmechanische Größen . . . . .	11
2.1.2 Materialmodell und Materialkennwerte . . . . .	12
2.1.3 Zusammengesetzte Materialkennwerte . . . . .	14
2.1.4 Die <i>Expanding cavity</i> -Modelle, ECM . . . . .	16
2.1.5 Einfluss von Inhomogenität, Anisotropie und Eigenspannungen . . . . .	17
2.1.6 Fließmechanismen und Verfestigung . . . . .	18
2.1.7 Der <i>Indentation size effect</i> , ISE . . . . .	25
2.2 Messverfahren . . . . .	28
2.2.1 Nanoindentation . . . . .	28
2.2.2 <i>Surface acoustic waves</i> , SAWs . . . . .	34
2.2.3 Minidruckversuche . . . . .	34
2.2.4 Mikroskopische Untersuchungen . . . . .	36
<b>3 Erweiterte Beschreibung der verwendeten Experimentalverfahren</b>	<b>37</b>
3.1 Nanoindentation . . . . .	37
3.1.1 Registrierende Härtemessung mit Pyramidenspitzen . . . . .	38
3.1.2 Elastische Messungen mit Kugelindentern . . . . .	45
3.1.3 <i>Loading partial unloading</i> -Experimente, LPU . . . . .	46
3.2 SAW-Messungen . . . . .	47
3.3 Minidruckversuche . . . . .	47
3.4 Mikroskopische Untersuchungen . . . . .	50
<b>4 Fließspannungsbestimmung über das Konzept des effektiv geformten Indenters mit erweitertem HERTZschem Ansatz (EHA)</b>	<b>51</b>
4.1 Grundlagen . . . . .	51
4.2 Fitprozeduren . . . . .	53
4.3 Weitere Details zum Konzept des effektiv geformten Indenters . . . . .	55

<b>5</b>	<b>Größen- und experimentunabhängige Bewertung der Fließspannungsbestimmung: Simulation von Eindringversuchen mit der Finite-Elemente-Methode</b>	<b>57</b>
5.1	Grundlagen der FEM . . . . .	57
5.2	Verwendete Modelle . . . . .	59
5.3	Verwendung der FE-Simulationen . . . . .	62
5.3.1	Auswertungsprozeduren . . . . .	62
5.3.2	Materialparametervariation . . . . .	63
<b>6</b>	<b>Ergebnisse der FEM-Untersuchungen</b>	<b>65</b>
6.1	Bewertung der <i>Expanding cavity</i> -Modelle . . . . .	65
6.2	Eigenschaften des LPU-Verfahrens . . . . .	67
6.3	Zusammenwirken der Materialparameter . . . . .	68
6.4	Ergebnisse zum Konzept des effektiv geformten Indenters . . . . .	71
6.4.1	Bewertung der Fitprozeduren . . . . .	71
6.4.2	Bewertung der Fließspannungsbestimmung . . . . .	73
6.4.3	Innere Einflussparameter . . . . .	74
<b>7</b>	<b>Experimentelle Beurteilung der Fließspannungsbestimmung: Materialauswahl, durchgeführte Experimente und erste Ergebnisse</b>	<b>77</b>
7.1	Auswahlkriterien für die untersuchten Materialien . . . . .	77
7.2	Durchgeführte Experimente . . . . .	78
7.3	Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen . . . . .	80
7.3.1	Fließspannungsbestimmung mittels Druckversuchen . . . . .	80
7.3.2	Fließspannungsbestimmung mit den <i>Expanding cavity</i> -Modellen . . . . .	82
7.3.3	Fließspannungsbestimmung mittels LPU-Messungen . . . . .	86
7.3.4	Vergleichbarkeit der Fließspannungen aus den verschiedenen Verfahren . . . . .	89
<b>8</b>	<b>Einordnung der experimentellen Ergebnisse im Hinblick auf den ISE</b>	<b>91</b>
8.1	Bestimmung der Fließzonengröße (FEM) . . . . .	91
8.2	Einordnung der Fließspannungswerte nach der Fließzonengröße . . . . .	91
8.2.1	Ursachen der Fließspannungsverläufe für die ECM . . . . .	95
8.2.2	Ursachen der Fließspannungsverläufe für das LPU-Verfahren . . . . .	95
8.3	Vergleichbarkeit der Fließspannungen im Hinblick auf den ISE . . . . .	97
<b>9</b>	<b>Auswertung der experimentellen Ergebnisse mit Unterstützung der FEM</b>	<b>99</b>
9.1	Zusammenwirken der zusammengesetzten Materialparameter . . . . .	99
9.2	Ergebnisse zum Konzept des effektiv geformten Indenters . . . . .	102
9.2.1	Bewertung der Fitprozeduren . . . . .	102
9.2.2	Bewertung der Fließspannungsbestimmung mittels Experimental- und Simulationsdaten . . . . .	104
9.2.3	Innere Einflussparameter . . . . .	106
9.2.4	Die Verbindung des Konzepts des effektiv geformten Indenters mit der Eindringhärte . . . . .	107
9.3	Überblick über die Fließspannungsbestimmung mittels Nanoindentation . . . . .	111
<b>10</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>113</b>

<b>A Anhang</b>	<b>115</b>
A.1 Materialauswahl, Versuchsplan und ausgewählte Ergebnisse . . . . .	115
A.2 Zusätzliche Bilder zum Konzept des effektiv geformten Indenters . . . . .	119
A.3 Zusätzlich umgesetzte Verfahren zur Fließspannungsbestimmung . . . . .	121
<b>Abkürzungen und Symbole</b>	<b>123</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>127</b>
<b>Danksagung</b>	<b>137</b>

# 1 Einleitung

## 1.1 Einordnung des Themas, Motivation

Die Bestimmung mechanischer Eigenschaften technisch genutzter Materialien ist seit Beginn der Ingenieur- und Naturwissenschaften ein Forschungsschwerpunkt. Mit genauen Kenntnissen über Materialparameter lassen sich technische Anwendungen optimieren sowie Simulationen mit Eingangsdaten versehen. Schon früh hat sich deshalb das Gebiet der Härteprüfung durch Eindringversuche herausgebildet, in dem auch diese Arbeit angesiedelt ist. Härte, grob beschreibbar als mechanischer Widerstand gegen das Eindringen eines Prüfkörpers, ist jedoch kein grundlegender physikalischer Materialparameter (Kap. 2.1.2). Vielmehr ergibt sich der Härtewert aus dem Zusammenwirken aller physikalischen Materialparameter und ist abhängig vom verwendeten Messverfahren. Neben zahlreichen anderen Härteskalen wurde Anfang des 20. Jahrhunderts die Vickers-Härteprüfung eingeführt [DIN 6507-1 2006]. Ihr zu Grunde liegt das Eindringen einer vierseitigen Diamantpyramide in die Probenoberfläche. Die sich bei der aufgebrachten Last ergebende Kontaktfläche wird optisch ausgemessen. Aus aufgebrachter Last und projizierter Kontaktfläche lässt sich dann der Vickers-Härtewert bestimmen. Mit Verbesserung der Gerätetechnik konnten die Dimensionen der Härteeindrücke immer weiter verkleinert werden. Bei sehr kleinen Kontaktkräften  $F$  und Eindringtiefen  $h$  ergeben sich dann neue Effekte, die technisch gelöst werden müssen. Zum einen können vierseitige Pyramiden dort nicht mehr ohne das Entstehen einer Dachkante hergestellt werden und zum anderen können die Kontaktflächen aus Auflösungsgründen nicht mehr über optische Verfahren ermittelt werden. Deshalb wird für Vickerseindrücke die minimale Kontaktkraft auf  $F = 98,07mN$  und die minimale Eindruckdiagonallänge auf  $d = 20\mu m$  (und damit  $h = 2,86\mu m$ ) begrenzt [DIN 6507-1 2006]. In kleineren Dimensionen wird dann meist mit dreiseitigen Berkovichpyramiden gearbeitet, die die selbe Kontaktflächen-Eindringtiefe-Beziehung wie Vickerspyramiden besitzen und deren Kanten sich immer in einem Punkt treffen (Kap. 2.2.1). Das Auflösungsproblem wird über das Auslesen der gesamten Kraft-Eindring-Kurve gelöst (registrierende Härtemessungen). Über angemessene Auswerteverfahren, wie dem Verfahren nach OLIVER und PHARR [OLIVER und PHARR 1992], (Kap. 2.2.1), kann dann rein über die Kraft-Weg-Signale auf die Kontaktfläche und somit die Härte geschlossen werden. Registrierende Härtemessungen bei kleinen Kräften werden auch Mikro- oder Nanoindentation genannt (Mikrobereich:  $F < 2N$ , Nanobereich:  $h < 0,2\mu m$  [DIN 14577-1 2003]) und stellen das Themengebiet der vorliegenden Arbeit dar. Bedeutung hat Nanoindentation vor allem, da kleine Eindringtiefen die Messung von Eigenschaften dünner Schichten oder lokaler Eigenschaften kleiner Strukturen ermöglichen. Zudem sind sie quasi zerstörungsfrei. Die Messung mit Berkovichspitzen bietet, im Gegensatz zu Kugelkontaktexperimenten, zusätzlich den Vorteil, relativ robust gegenüber Oberflächenrauheit zu sein. Über die Messung der Kraft-Eindring-Kurve ergeben sich aber deutlich mehr Möglichkeiten zur Materialparameterbestimmung, als nur die Ermittlung der Härte. Eindringkörper (später auch

Stempel oder Indenter genannt), die - wie die Berkovichpyramide - selbstähnlich sind, erzeugen unabhängig von der Eindringtiefe ein konstantes Verzerrungsfeld. Im Allgemeinen liegt sofort nach Berührung plastisches Materialverhalten vor. Aus theoretischen Untersuchungen geht hervor, dass in einer solchen elastisch-plastischen Kraft-Eindring-Kurve zwei unabhängige Informationen über das Probenmaterial enthalten sind. So konnte gezeigt werden, dass ein analytischer Zusammenhang zwischen den drei Messgrößen: 1. Krümmung der Belastungskurve, 2. Entlastungssteifigkeit am Beginn der Entlastung und 3. Verhältnis von maximaler Eindringtiefe zu verbleibender Eindringtiefe, besteht [THO et al. 2004]. Das bedeutet, mit diesen drei Eingangsgrößen können nur zwei grundlegende physikalische Materialparameter ermittelt werden. Im Allgemeinen wird über die standardisierte Nanoindentationsmessung mit Berkovichspitzen [DIN 14577-1 2003] die Härte und der E-Modul bestimmt, wobei nur der E-Modul, nicht jedoch die Härte eine echte physikalische Materialkenngröße darstellt. Bei geeigneter Ausnutzung der Informationen in der Kraft-Eindring-Kurve ist demnach die Bestimmung einer weiteren grundlegenden physikalischen Materialkenngröße, wie die der Fließspannung, denkbar. Die Anwendungsgrenze von Eindringversuchen mit spitzen, selbstähnlichen Eindringkörpern ist jedoch klar definiert. Es konnte an verschiedenen Stellen gezeigt werden, dass keine eindeutige Zuordnung der Kraft-Verschiebungs-Kurven von spitzen, selbstähnlichen Eindringkörpern zu den Spannungs-Verzerrungs-Kurven des Probenmaterials existiert [CHENG und CHENG 1999], [ALKORTA et al. 2005]. Die Ermittlung des kompletten Spannungs-Verzerrungs-Verhaltens ist dementsprechend aus solchen Experimenten nicht möglich. In der vorliegenden Arbeit soll ein Verfahren untersucht werden, das zusätzlich zu den drei oben erwähnten Eingangsgrößen auch die Krümmung der Entlastungskurve elastisch-plastischer Eindringversuche mit einbezieht. Es soll abgeschätzt werden, ob es damit möglich ist, zusätzlich die Fließgrenze eines Probenmaterials zu bestimmen. Dies hätte den Vorteil, dass über ein einziges, standardisiertes Eindringexperiment mit einer Berkovichspitze drei Materialkenngrößen, nämlich die Härte, der E-Modul und die gerade erwähnte Fließgrenze bestimmbar wären. Das betrachtete Verfahren ist das von PHARR und BOLSHAKOV eingeführte Konzept des effektiv geformten Indenters [PHARR und BOLSHAKOV 2002], (Kap. 4.1). Dieser effektiv geformte Indenter stellt einen virtuellen Eindringkörper dar, der in Kontakt mit einem hypothetischen elastischen und unverformten Halbraum steht. Dieser Halbraum besitzt die elastischen Eigenschaften des echten plastisch verformten Materials. Das Konzept dient zur Beschreibung des elastischen Anteils des gesamten Spannungs-Verzerrungs-Feldes eines spitzen, selbstähnlichen Eindringkörpers<sup>1</sup> in einen elastisch-plastischen Halbraum. Die exponentielle Darstellung der als rein elastisch vorausgesetzten experimentell ermittelten Entlastungskurve kann direkt mit der Form des effektiv geformten Indenters verknüpft werden. Dieser erfüllt dann folgende Eigenschaften: Der effektiv geformte Indenter erzeugt die selbe normale Oberflächenverformung wie der echte Eindringkörper beim elastischen Wiederbelasten. Seine Kraft-Eindring-Kurve auf dem hypothetischen elastischen Halbraum ist damit identisch mit der Entlastungskurve des zu Grunde liegenden Experiments. Eine weitere wichtige Eigenschaft ist, dass der effektiv geformte Indenter bei maximaler Last des ursprünglichen Experiments eine Kontaktdruckverteilung erzeugt, die äquivalent zu derje-

---

<sup>1</sup>Die Geometrie der Vickers- und der Berkovichpyramide wird in den analytischen Betrachtungen durch den äquivalenten Kegel mit der gleichen Eindringtiefen-Kontaktflächen-Funktion ersetzt.

nigen des spitzen Kegelindenters ist. PHARR und BOLSHAKOV zeigten, dass mit der Druckverteilung auch die Form des effektiv geformten Indenters vom Probenmaterial abhängig ist. Sie nutzten zur Charakterisierung des Materialverhaltens das Verhältnis E-Modul zu Fließspannung, das auch in der vorliegenden Arbeit eine tragende Rolle spielt (Kap. 2.1.3). Mit Hilfe des obigen Konzepts konnten die Auswirkungen des elastischen Anteils des Spannungs-Verzerrungs-Feldes erfolgreich von den Restspannungen im Material separiert werden. Jedoch konnte mit der exponentiellen Form des effektiv geformten Indenters keine vollständige Spannungs-Verzerrungs-Lösung für den zu Grunde liegenden elastischen Halbraum gefunden werden. Dies wurde erst durch den erweiterten HERTZschen Ansatz<sup>2</sup> (EHA) [SCHWARZER 2004] möglich. Dieser ersetzt die exponentielle Darstellung durch einen Polynomansatz. Für diese Polynomform konnte dann die gesuchte Lösung des Spannungs-Verzerrungs-Feldes im elastischen Halbraum formuliert werden (Kap. 4.1). In Kombination mit der *Image load*-Methode [SCHWARZER et al. 1999], [SCHWARZER et al. 2006] kann diese Lösung sogar auf geschichtete Halbräume erweitert werden. Die Konstanten des Polynoms werden über einen Fit der Kraft-Eindring-Kurve des effektiv geformten Indenters an die Entlastungskurve des Experiments ermittelt (Kap. 4.2). Mit der nun vorliegenden vollständigen Spannungs-Verzerrungs-Lösung des Halbraumes und der Voraussetzung, dass die Kontaktdruckverteilung des effektiv geformten Indenters der des zu Grunde liegenden Experiments bei Maximallast gleicht, wurde vermutet, dass die Fließspannung des Probenmaterials über das Konzept zugänglich ist. Dafür wird das räumliche Maximum der VON-MISES-Spannung des effektiv geformten Indenters auf einem elastischen Halbraum bei Maximallast des Experiments als repräsentativ für die Fließspannung des echten Probenmaterials angenommen. Der Gedanke dabei ist, dass bei Erreichen der ursprünglichen Maximallast ein Spannungszustand im Material herrscht, der bei kleinster Erhöhung sofort wieder zu plastischem Fließen führt und dementsprechend direkt der Fließspannung entspricht. Erste Untersuchungen zeigten vielversprechende Ergebnisse, wie in Tab. 1.1 zu sehen ist.

Tab. 1.1: Vergleich von Fließspannungen  $Y_{EI}$  aus dem Konzept des effektiv geformten Indenters mit  $Y_{LPU}$  aus dem *Loading partial unloading*-Verfahren [SCHWARZER 2004], [SCHWARZER und PHARR 2004].

Material	$E$ [GPa]	$Y_{EI}$ [GPa]	$Y_{LPU}$ [GPa]
Quarzglas	72	7,05	$7,2 \pm 0,14$
BK7 Glas	82	5,98	$6,0 \pm 0,1$
Saphir	403	18,35	$18,6 \pm 0,8$
GaAs	118	12,19	$12,4 \pm 0,3$
<b>Nickel</b>	200	1,45	$1,17 \pm 0,1$
<b>M2 Stahl</b>	221	5,96	$2,92 \pm 0,1$
Silizium	169	11,12	$11,23 \pm 0,1$
DLC ( $2,1\mu\text{m}$ ) auf Stahl	137,3	10,33	$10,4 \pm 0,2$
hartes BCN (790nm) auf Si	254	13,78	$13,6 \pm 0,7$
weiches BCN (815nm) auf Si	105	6,67	$6,6 \pm 0,5$

<sup>2</sup>Schwarzer verweist mit dem Bezug auf HERTZ auf dessen Kontakttheorie [HERTZ 1881] und auf die Parabelform der dort in Kontakt stehenden Körper.

Für die untersuchten harten Materialien zeigten sich gute Übereinstimmungen zwischen den Fließspannungen aus dem Konzept des effektiv geformten Indenters und denen aus Referenzmessungen mit dem *Loading partial unloading*-Verfahren (LPU) [CHUDOBA et al. 1999], [FIELD und SWAIN 1993], das auf Kugeleindringexperimenten beruht (Kap. 2.2.1). Allerdings kann in dieser Arbeit gezeigt werden, dass die Vergleichbarkeit des LPU-Verfahrens mit Berkovicheindringexperimenten unter anderem aufgrund des *Indentation size effect* (Kap. 2.1.7) [NIX und GAO 1998], [DURST et al. 2005], einer Abhängigkeit der Fließspannung von der Größe der Fließzone, nicht gesichert ist (Kap. 8.2). Für die weicheren, metallischen Materialien zeigen sich zudem größere Abweichungen, was auf zu große Restspannungen im Material, die beim Wiederbelasten eine Rolle spielen, zurückgeführt wurde. Dahingehend konnte anhand eines porösen Materials gezeigt werden, dass bei einer erweiterten Anwendung des Konzepts auf mehrere Kugeleindringexperimente, der so genannten Extrapolationsmethode, auch für weichere Materialien gute Ergebnisse für die Fließspannungen erzielt werden können [PUSCHMANN et al. 2005]. Die Extrapolationsmethode ähnelt in ihrem Ansatz (Ermittlung des Fließbeginns unter Kugelkontakt) der LPU-Methode, nur, dass die Extrapolationsmethode sich dem Fließbeginn aus dem plastischen Bereich her nähert und die LPU-Methode aus dem elastischen. Sie unterliegt demnach auch deren Einschränkungen durch den *Indentation size effect*. HERRMANN beschäftigte sich in seiner Dissertation [HERRMANN 2010] mit der Anwendbarkeit des Konzeptes des effektiv geformten Indenters auf dünne Schichten und vermutete anhand von Messungen und einigen wenigen FE-Simulationen dessen Limitierung auf Materialien mit einem niedrigen Wert im Verhältnis E-Modul zu Fließgrenze. Dies wurde mit dem dort dominierenden elastischen Materialverhalten und der damit verbundenen Nähe zu den Grundannahmen des Konzepts erklärt. Allerdings wurde als Referenzverfahren ebenso wie bei SCHWARZER das *Loading partial unloading*-Verfahren verwendet. Aus diesem Grund ist eine endgültige Klärung der Anwendbarkeit des Konzepts zur Fließspannungsbestimmung noch nicht gegeben.

## 1.2 Zielstellung

In der vorliegenden Arbeit sollen die Rahmenbedingungen für eine grundlegende Bewertung von Fließspannungsbestimmungsverfahren in der Nanoindentation geschaffen werden. Die dazu unter anderem notwendigen Referenzverfahren zur Fließspannungsbestimmung, hier die *Expanding cavity*-Modelle, das LPU-Verfahren sowie Minidruckversuche sollen in ihrer Anwendbarkeit und Vergleichbarkeit bewertet werden. Ein besonderes Augenmerk liegt dabei auch auf der in der Nanoindentation relevanten Abhängigkeit der Fließspannung von der Größenskala der plastischen Zone, dem so genannten *Indentation size effect*. Neben der rein phänomenologischen Bewertung der Fließspannungsbestimmungsverfahren sollen auch die physikalischen Ursachen für deren Eigenschaften untersucht werden. Dazu sollen über FE-Simulationen die Spannungs-Verzerrungs-Felder der zu Grunde liegenden Eindringexperimente zugänglich gemacht werden.

Mit dem geschaffenen Instrumentarium soll dann detailliert das Konzept des effektiv geformten Indenters im Hinblick auf dessen Anwendbarkeit zur Fließspannungsbestimmung aus Nanoindentationsversuchen mit spitzen, selbstähnlichen Eindringkörpern (Berkovichindenter) an Massivmaterialien untersucht werden. Dabei sollen die Eigenschaften des Kon-

zepts in Bezug auf das Materialverhalten, beschrieben unter anderem durch das Verhältnis Elastizitätsmodul zu Fließspannung, analysiert werden. Neben der reinen Beschreibung der phänomenologischen Anwendungsgrenzen des Konzeptes sollen auch deren physikalische Ursachen anhand der Diskrepanz zwischen dem realen und dem im Rahmen des untersuchten Konzeptes zu Grunde gelegten Materialverhaltens dargelegt werden. Einflussreiche Kennwerte wie zum Beispiel die Größe der Restspannungen, die Ausdehnung der Fließzone über den Kontaktbereich hinaus und der *Constraint factor* sollen im Hinblick auf deren Einfluss auf das Konzept betrachtet werden. Aufgrund dieser Untersuchungen soll die Ausgangsdatenlage aus Tabelle 1.1 dann neu bewertet werden.

### 1.3 Herangehensweise

Zur Lösung der beiden obigen Aufgaben soll in einem ersten Teil die Methode der finiten Elemente zur Erstellung simulierter und damit ungestörter Kraft-Eindring-Kurven genutzt werden (Kap. 5). Damit soll eine umfangreiche Materialparametervariation durchgeführt werden, um die Einflüsse von grundlegenden Parametern wie die des E-Moduls, der Fließgrenze und des Verfestigungsverhaltens zu beschreiben (Kap. 5.3.2). Zudem kann mittels der nunmehr zur Verfügung stehenden elastisch-plastischen Spannungs-Verzerrungs-Felder eine Aussage über deren Vergleichbarkeit zum elastischen Spannungs-Verzerrungs-Feld des effektiv geformten Indenters gemacht werden (Kap. 6.4). Zusätzlich sollen die Simulationen dazu dienen, die Referenzverfahren zu bewerten (Kap. 6.1) und die Größendimensionen der mit den unterschiedlichen Eindringexperimenten erzeugten Fließzonen zu bestimmen (Kap. 8.1). Mit den Simulationsergebnissen kann schon eine grundlegende Aussage zur Anwendbarkeit des Konzeptes des effektiv geformten Indenters gegeben werden (Kap. 6.4.2).

In einem zweiten Teil soll eine umfangreiche Experimentaldatenbasis erstellt werden, um die FE-Ergebnisse zu verifizieren und auf die Einflüsse realer Materialeigenschaften zu erweitern. Die untersuchten Materialien sollen dabei in ihren Eigenschaften so breit gestreut sein, dass möglichst viele technisch relevante Anwendungen abgedeckt werden sowie die oben gestellte Aufgabe angemessen erfüllt werden kann (Kap. 7). An diesen Materialien sollen alle verfügbaren Referenzverfahren angewandt werden, um Vergleichswerte für die Fließspannungen zu erhalten (Kap. 7.2). Durch die Ergebnisse der FE-Untersuchungen lassen sich diese Experimentaldaten nun grundlegender interpretieren. So kann die Auswertung der Experimentaldaten mit dem Konzept des effektiv geformten Indenters zum Beispiel mit Hinblick auf wichtige Einflussparameter wie dem Verfestigungsverhalten, dem Verhältnis der E-Moduln von Probe zu Indenter und dem *Constraint factor* bewertet werden (Kap. 9.2). Mit der Nutzung experimentell ermittelter Spannungs-Verzerrungs-Kurven (Mini-druckversuche, Kap. 2.2.3) als Eingangsgrößen für die FE-Simulationen können zusätzlich Informationen über die inneren physikalischen Vorgänge der echten Experimente gewonnen werden. Über den Vergleich von Fließspannungswerten unterschiedlicher Referenzverfahren können zudem Aussagen zu deren Anwendbarkeit sowie über die Abweichung vom vorausgesetzten elastisch-plastischen Materialverhalten (zum Beispiel die druckinduzierte Verdichtung von Gläsern und Keramiken) gemacht werden (Kap. 8, 9.1). Mit den nun zur Verfügung stehenden Daten lässt sich die Fließspannungsbestimmung mittels des Konzeptes des effektiv geformten Indenters auch über die Experimentaldaten bewerten (Kap. 9.2).

## 1.4 Inhaltsübersicht

In Kapitel 2 werden die Grundlagen eingeführt, die für das Verständnis der genutzten Beschreibungen, des Materialverhaltens und der verwendeten Messmethoden notwendig sind. Die für die konkrete Versuchsdurchführung notwendigen und über die Grundlagen hinausgehenden experimentellen Details werden in Kapitel 3 vorgestellt. Das darauf folgende Kapitel 4 ist dem Untersuchungsgegenstand der Arbeit, dem Konzept des effektiv geformten Indenters mit erweitertem HERTZschem Ansatz und dessen Anwendung zur Fließspannungsbestimmung aus Nanoindentationsversuchen an Massivmaterialien, gewidmet. Es werden die theoretischen Grundlagen des Konzepts, die notwendigen Fitprozeduren und die Verbindungen des Konzepts mit den Entlastungskurven elastisch-plastischer Eindringversuche vorgestellt. In Kapitel 5 steht die Anwendung der Methode der finiten Elemente (FEM) für die Simulation von Eindringversuchen im Mittelpunkt. Es werden neben kurzen Grundlagen die verwendeten Modelle, deren Auswertung sowie die damit erstellten Parametervariationsreihen vorgestellt. Daraufhin werden in Kapitel 6 die Ergebnisse der FEM-Untersuchungen vorgestellt. Die *Expanding cavity*-Modelle als Referenzverfahren zur Fließspannungsbestimmung sowie die Zusammenhänge der verwendeten zusammengesetzten Materialparameter mit dem untersuchten Konzept werden charakterisiert. Damit ist es jetzt möglich, das Konzept des effektiv geformten Indenters zu bewerten. Detaillierte Aussagen zu den Fitprozeduren, zur Fließspannungsbestimmung selbst und zu den zu Grunde liegenden physikalischen Einflussparametern werden gegeben. Für die idealen simulierten Materialien kann damit die Aussage gemacht werden, dass stets eine nicht korrigierbare Abweichung der ermittelten Fließspannung von den vorgegebenen Werten besteht. Diese Ergebnisse sollen experimentell belegt werden. Dazu stehen in Kapitel 7 die Kriterien für die Materialauswahl im Vordergrund. Zudem wird der Versuchsplan der vorgenommenen Messungen vorgestellt. Die dort ebenso gegebene Übersicht über die Ergebnisse der verschiedenen Fließspannungsbestimmungsverfahren soll deren Auswertbarkeit für die Aufgabenstellung herausstellen. Dabei wird ersichtlich, dass für eine weitere Interpretation der Daten die Dimensionsabhängigkeit der Fließspannungen beachtet werden muss. Deshalb wird sich in Kapitel 8 mit dem *Indentation size effect* (ISE) beschäftigt. Die Vergleichbarkeit der Fließspannungsbestimmungsverfahren wird über deren Einordnung nach den zugehörigen Fließzonengrößen - ermittelt über die FEM - erreicht. Zusätzlich werden den ISE überlagernde physikalische Prozesse und deren Einfluss auf die Auswertung der Daten eingeschätzt. Mit den jetzt zur Verfügung stehenden gewichteten Experimentaldaten ist es möglich, in Kapitel 9 analog zu Kapitel 6 Aussagen zur Fließspannungsbestimmung zu machen. Dazu werden wiederum die Einflüsse der zusammengesetzten Materialparameter betrachtet. Daraufhin kann das untersuchte Konzept mit den notwendigen Fitprozeduren und den inneren Einflussparametern - auch im Vergleich zu den dimensionslosen FE-Daten - bewertet werden. Die Aussage aus Kapitel 6 ist damit bestätigt, das Konzept kann auch für reale Materialien keine korrekte Aussage über die Fließspannung liefern. Des Weiteren wird hier eine Erklärung für dieses Verhalten gegeben (Kap. 9.2.4). In Kapitel 10 werden noch einmal kurz die Errungenschaften der Kapitel 2 bis 9 zusammengestellt und ein Ausblick gegeben. In Kapitel A.3 werden zusätzlich kurz Untersuchungen an weiteren Fließspannungsbestimmungsverfahren vorgestellt, die ebenso mittels des vorgestellten Bewertungsschemas charakterisiert wurden.

## 2 Grundlagen

In diesem Kapitel sollen die theoretischen, werkstofftechnischen und messtechnischen Grundlagen, auf denen die nachfolgende Arbeit basiert, eingeführt werden. Abschnitt 2.1 ist dem Materialverhalten gewidmet. Es werden das benutzte Materialmodell, die notwendigen Materialparameter und die für die Arbeit relevanten physikalischen Vorgänge im Material vorgestellt. Abschnitt 2.2 beschäftigt sich mit der Beschreibung der benutzten Messverfahren.

### 2.1 Materialbeschreibung und Materialverhalten

#### 2.1.1 Verwendete kontinuumsmechanische Größen

Eindringversuche erzeugen komplexe räumliche Spannungs-Verzerrungs-Zustände. Diese werden mittels der im Folgenden eingeführten Tensoren beschrieben. Üblich in der Literatur zur Nanoindentation ist die geometrische Linearisierung der Verzerrungsmaße für kleine Deformationen. Dabei werden die Terme höherer Ordnung in den Verzerrungen vernachlässigt und die Unterscheidung in Referenz- und Momentankonfiguration wird hinfällig. Damit und mit dem Verschiebungsvektor  $\underline{u} = u_i \underline{e}_i$ , ergibt sich der infinitesimale Verzerrungstensor (später nur noch Verzerrungstensor genannt) zu:

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \varepsilon_{ij} \underline{e}_i \otimes \underline{e}_j \quad ; \quad [\varepsilon_{ij}] = \frac{1}{2} [u_{i,j} + u_{j,i}] \quad . \quad (2.1)$$

Der Deformationsratentensor (später auch Verzerrungsratentensor genannt) wird mit Hilfe des Geschwindigkeitsvektors  $\underline{v} = v_i \underline{e}_i$  über

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} = \dot{\varepsilon}_{ij} \underline{e}_i \otimes \underline{e}_j \quad ; \quad [\dot{\varepsilon}_{ij}] = \frac{1}{2} [v_{i,j} + v_{j,i}] \quad (2.2)$$

beschrieben [GREVE 2003]. Weiterhin ist der Verzerrungsgradiententensor für die vorliegende Arbeit von Bedeutung. Dieser ist mit

$$\underline{\underline{\eta}}_{(3)} = \eta_{ijk} \underline{e}_i \otimes \underline{e}_j \otimes \underline{e}_k \quad ; \quad [\eta_{ijk}] = [u_{k,ij}] \quad (2.3)$$

definiert [GAO et al. 1999]. Der CAUCHYSche Spannungstensor  $\underline{\underline{\sigma}}$  ist in der linearen Elastizitätstheorie über den Elastizitätstensor  $\underline{\underline{E}}_{(4)}$  mit dem infinitesimalen Verzerrungstensor  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  verknüpft (allgemeines HOOKEsches Gesetz):

$$\underline{\underline{\sigma}} = \sigma_{ij} \underline{e}_i \otimes \underline{e}_j = \underline{\underline{E}}_{(4)} \cdot \cdot \underline{\underline{\varepsilon}} \quad ; \quad [\sigma_{ij}] = [E_{ijkl}] [\varepsilon_{kl}] \quad . \quad (2.4)$$

Die Inverse des Elastizitätstensors wird Nachgiebigkeitstensor  $\underline{\underline{D}}_{(4)}$  genannt. Aufgrund der Symmetrie von  $\underline{\underline{\sigma}}$  und  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  sind nur 36 der 81 Komponenten von  $\underline{\underline{E}}_{(4)}$  linear unabhängig. Für isotropes Materialverhalten besitzt  $\underline{\underline{E}}_{(4)}$  sogar nur zwei unabhängige Komponenten (Kap. 2.1.2i). Bei Erfüllung der Fließbedingung (Kap. 2.1.2ii) wird plastische Deformation erzeugt

und die Verzerrung wird in einen elastischen  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{el}$  und einen plastischen Teil  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{pl}$  aufgespalten ( $\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}_{el} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{pl}$ ). Die plastische Verzerrung  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{pl}$  reduziert dabei die Spannungen soweit, bis die Fließbedingung wieder erfüllt ist. In Abhängigkeit des Verfestigungsverhaltens (Kap. 2.1.2i) erhöht sich dann die Fließspannung in der Fließbedingung als Funktion der geleisteten plastischen Arbeit.

### 2.1.2 Materialmodell und Materialkennwerte

#### i) Das Materialmodell

Basis der verwendeten Simulationen, der analytischen Betrachtungen und der Auswertungen der Experimentaldaten ist stets das im folgenden beschriebene einfache Materialmodell.

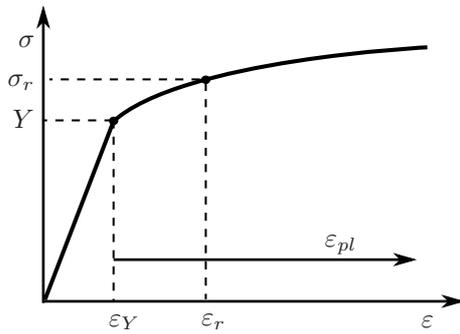


Abb. 2.1: Einachsige Spannungs-Verzerrungs-Kurve des verwendeten Materialmodells.

Es stellt die Beschreibung eines isotropen und homogenen Materials dar, dessen vollständiges elastisches und plastisches Verhalten über vier voneinander unabhängige Materialparameter beschrieben werden kann. Im linearelastischen Bereich gilt das HOOKEsche Gesetz, das vollständig mit den Parametern Elastizitätsmodul  $E$  und Querkontraktionszahl  $\nu$  beschrieben ist. Die Fließspannung  $Y$  stellt die Grenze zwischen elastischem und elastisch-plastischem Bereich dar. Das als isotrop angenommene Verfestigungsverhalten wird

über einen einfachen exponentiellen Ansatz mit dem Verfestigungsexponenten  $n$  beschrieben. Damit ergibt sich der einachsige Spannungs-Verzerrungs-Zusammenhang wie folgt [MATA et al. 2002], [ANSYS MANUAL 2009]:

$$\sigma = \begin{cases} E\varepsilon & , \varepsilon \leq \varepsilon_Y \\ Y \left( 1 + \frac{E}{Y} \varepsilon_{pl} \right)^n & , \varepsilon > \varepsilon_Y \end{cases} \quad (2.5)$$

Dargestellt ist das Spannungs-Verzerrungs-Verhalten aus Gl. (2.5) in Abb. 2.1, in der auch die Unterscheidung in die gesamte Verzerrung  $\varepsilon$  und in die plastische Verzerrung  $\varepsilon_{pl}$  kenntlich gemacht ist. Letztere ist dabei der irreversible Anteil der Ersten.

#### ii) Vergleichswerte und Fließbedingung

Ein Eindringkörper in Kontakt mit einem Halbraum erzeugt einen allgemeinen dreiachsigen Spannungs-Verzerrungs-Zustand. Damit der elastisch-plastische Übergang dennoch mit einachsigen Kennwerten verglichen werden kann, muss eine skalare Vergleichsspannung eingeführt werden. In dieser Arbeit wird die Gestaltänderungsenergiehypothese verwendet [VON MISES 1913]. Nach dieser ist nur die zweite Invariante des Spannungsdeviators ( $J_2$ -flow), nicht jedoch der Kugelanteil des Spannungstensors (hydrostatischer Druck bzw. Volumenänderungsanteil) für den Fließbeginn von Relevanz. Die so erhaltene skalare VON-MISES-Spannung  $\sigma_{VM}$  ist in kartesischen Koordinaten über

$$\sigma_{VM} = \sqrt{\sigma_x^2 + \sigma_y^2 + \sigma_z^2 - \sigma_x\sigma_y - \sigma_x\sigma_z - \sigma_y\sigma_z + 3(\tau_{xy}^2 + \tau_{xz}^2 + \tau_{yz}^2)} \quad (2.6)$$

definiert. Plastisches Fließen tritt ein, wenn  $\sigma_{VM} = Y$  wird (Fließbedingung). Vergleichswerte für die Verzerrungen werden analog bestimmt und somit ergibt sich die VON-MISES-Verzerrung  $\varepsilon_{VM}$  (ebenso  $\varepsilon_{pl,VM}$ ) äquivalent zu Gl. (2.6). Der Verzerrungsgradiententensor  $\underline{\eta}_{(3)}$  ist ein dreistufiger Tensor. Der Verzerrungsgradient  $\eta$  als dazugehörige skalare Vergleichsgröße ist über

$$\eta = \sqrt{c_1 \eta_{iik} \eta_{jjk} + c_2 \eta_{ijk} \eta_{ijk} + c_3 \eta_{ijk} \eta_{kji}} \quad (2.7)$$

definiert [GAO et al. 1999]. Die Konstanten  $c_{1,2,3}$  werden problemgeometrieabhängig oder experimentell bestimmt.

### iii) Die Härte $H$

Die Härte eines Materials ist keine physikalische Materialkenngröße, sondern lässt sich nur anhand von Messvorschriften definieren. Für das verwendete Materialmodell ist die Härte abhängig von allen vier grundlegenden Materialparametern  $E, \nu, Y, n$  sowie vom verwendeten Eindringkörper. Die in dieser Arbeit verwendete Härte  $H$  basiert auf der genormten Definition der Eindringhärte [DIN 14577-1 2003]. Dort wird  $H$  definiert als Verhältnis von maximal wirkender Prüfkraft  $F_{max}$  zu projizierter Kontaktfläche  $A_c$  zwischen Eindringkörper und Probe, Gl. (2.8). Die Kontaktfläche wird dabei aber im Gegensatz zu anderen Härte Definitionen rein aus den Kraft-Eindring-Kurven bestimmt.

$$H = \frac{F_{max}}{A_c} . \quad (2.8)$$

### iv) Die repräsentative Verzerrung $\varepsilon_r$

Das Konzept der repräsentativen Verzerrung ist ein Versuch, komplexe Härtemessungen rein phänomenologisch mit einachsigen Materialkennwerten zu verknüpfen. Dabei stellt  $\varepsilon_r$  einen Verzerrungswert dar, der typisch für eine spezielle Stempelgeometrie-Probenmaterial-Kombination<sup>1</sup> ist und der auf eine repräsentative Spannung  $\sigma_r$  im einachsigen  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlauf (Abb. 2.1) verweist.  $\varepsilon_r$  ist somit ein phänomenologischer Arbeitspunkt eines Indenters auf der  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Kurve eines Probenmaterials. Es ist jedoch nicht möglich,  $\varepsilon_r$  und  $\sigma_r$  mit dem echten Spannungs-Verzerrungs-Feld unter dem Eindringkörper (Abb. 2.13) in Verbindung zu bringen [MATA et al. 2002]. Die Verzerrungen dort sind erheblich größer und  $\varepsilon_r$  stellt eine Art Mittelwert des gesamten Feldes dar. Aus diesem Grund zeigen auch Materialien mit  $\varepsilon_Y > \varepsilon_r$  plastisches Verhalten bei Eindringversuchen. Aus Härtemessungen an vollplastischen, verfestigenden Materialien ( $H \approx 3\sigma_r$ ) mit bekannten  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verläufen ergibt sich experimentell ein Wert von  $\varepsilon_r \approx 0,08$  [TABOR 1951]. Unter der Annahme, dass die Härte abhängig ist von der dimensionslosen Verzerrung  $(E/Y)\tan\alpha$ , kann  $\varepsilon_r$  auf Basis der *Slip line*-Theorie von HILL [HILL et al. 1947] zu  $\varepsilon_r \approx 0,2 \tan\alpha \approx 0,07$  ermittelt werden [JOHNSON 1985]. Aus neueren FEM-Simulationen mit dem Materialmodell aus Gl. (2.5) ergibt sich ein Wert von  $\varepsilon_r \approx 0,1$  mit  $H \approx 2,7\sigma_r$  für vollplastische Materialien [MATA et al. 2002]. Der Wert für  $\varepsilon_r$  kann jedoch nur ein grober bleiben, da dieser von weiteren Faktoren wie dem echten  $\sigma$ - $\varepsilon_{pl}$ -Verfestigungsverlauf, der Reibung zwischen Probe und Stempel sowie der realen Indentergeometrie abhängig ist. In der vorliegenden Arbeit wird als Kompromiss  $\varepsilon_r \approx 0,075$  verwendet. Für idealplastische Materialien ( $n=0$ ) ergibt sich  $\sigma_r$  zu  $\sigma_r=Y$ .

<sup>1</sup>In dieser Arbeit werden Kegel mit  $\alpha = 19,7^\circ$  (bzw. dreiseitige Pyramiden mit äquivalentem Flächen-Höhen-Verhältnis) betrachtet (Abb. 2.2) und das Materialmodell nach Gl. (2.5) verwendet.

### 2.1.3 Zusammengesetzte Materialkennwerte

i) Das Verhältnis  $\frac{E}{Y}$

Um die untersuchten Materialien im Hinblick ihrer elastisch-plastischen Eigenschaften zu charakterisieren, werden weitere zusammengesetzte Parameter benötigt. Ein oft verwendeter ist  $E/Y$ , der als erste Interpretation einfach die reziproke Fließverzerrung  $\varepsilon_Y$  (Abb. 2.1) darstellt:

$$\frac{E}{Y} = \frac{Y/\varepsilon_Y}{Y} = \frac{1}{\varepsilon_Y} . \quad (2.9)$$

Eine weitergehende Interpretation dieses Parameters erschließt sich, wenn die experimentell bestimmte repräsentative Verzerrung  $\varepsilon_r \approx 0,2 \tan \alpha$  [JOHNSON 1985] eines kegelförmigen Stempels mit dem Flankenwinkel  $\alpha$  (Abb. 2.2) in Kontakt mit einem Halbraum betrachtet wird. Die dimensionslose Formulierung der im Halbraum erzeugten Verzerrung  $(E/Y) \tan \alpha$  [JOHNSON 1985] kann mit Gl. (2.9) nun wie folgt umgeschrieben werden:

$$\frac{E}{Y} \tan \alpha \approx \frac{1}{\varepsilon_Y} 5\varepsilon_r \rightarrow \frac{E}{Y} \approx 14 \frac{\varepsilon_r}{\varepsilon_Y}, \text{ für } \alpha = 19,7^\circ . \quad (2.10)$$

Mit Gl. (2.10) ist zu erkennen, dass der Parameter nicht nur das Reziproke der Fließverzerrung darstellt, sondern für die vorliegende fixe Stempelgeometrie auch das Verhältnis der erzeugten (14fachen) repräsentativen Verzerrung zur Fließverzerrung. Beide Interpretationen erlauben die Klassifizierung des Fließverhaltens des jeweils betrachteten Materials. Ein Nachteil dieses Parameters ist, dass die benötigten Größen nicht einfach zugänglich sind. Speziell in dieser Arbeit ist bei der Darstellung der Anwendbarkeit von Fließspannungsbestimmungsverfahren über diesem Parameter die Eingangsgröße abhängig von der Zielgröße. Aufgrund der Gebräuchlichkeit und des Vorliegens von Referenzmessungen wird dennoch hauptsächlich  $E/Y$  als charakterisierender Parameter verwendet. Typischerweise wird für die betrachtete Kegelstempelgeometrie grob unterteilt in elastische ( $E/Y < 7$ ), spröde ( $7 < E/Y < 20$ ), elastisch-plastische ( $20 < E/Y < 120$ ) und vollplastische ( $E/Y > 120$ ) Materialien.

ii) Der *Constraint factor*  $\frac{H}{Y}$

Der mittlere Kontaktdruck  $p_m$  unter einem kegelförmigen Stempel in Kontakt mit einem elastisch-plastischen Halbraum entspricht dessen Härte  $H$ , Gl. (2.8). Der Wert dieses mittleren Kontaktdrucks ist jedoch stets deutlich höher als die Fließgrenze  $Y$  aus einem einachsigen Experiment. Die Ursache dafür liegt, neben der gegenüber  $Y$  höheren repräsentativen Spannung  $\sigma_r$ , in den unterschiedlichen geometrischen Randbedingungen der Belastungszustände. Beim Eindringversuch übt das umgebende Material einen erheblichen Zwang (*constraint*) auf die Fließzone aus [FISCHER-CRIPPS 2002]. Damit steigt der Anteil des hydrostatischen Drucks an dem gesamten Spannungszustand deutlich gegenüber einer einachsigen Belastung<sup>2</sup> an (Abb. A.1a,b). Der hydrostatische Druck trägt aber laut der Gestaltänderungsenergiehypothese Gl. (2.6) nicht zum Fließen eines Materials bei, geht jedoch

<sup>2</sup>Bei einer einachsigen Belastung ohne Zwangsbedingungen in eine andere Richtung ergibt sich der hydrostatische Druck zu einem Drittel der Gesamtspannung.

sehr wohl in den Kontaktdruck ein. Dieser Zusammenhang (mit Beachtung von  $\sigma_r > Y$ ) erklärt die Erhöhung des Kontaktdrucks gegenüber der einachsigen Fließgrenze  $Y$  als Konsequenz der unterschiedlichen Randbedingungen. Der *Constraint factor*  $H/Y$  quantifiziert diese vom Material abhängige Erhöhung von  $p_m$  gegenüber  $Y$ . Aus Simulationen ergeben sich Werte für  $H/Y$  zwischen 1 und 5, stark abhängig von  $E/Y$  und dem Verfestigungsverhalten. Kleine Werte sind typisch für spröde und große für vollplastische Materialien<sup>3</sup>. Für die meisten realen vollplastischen Materialien ergibt sich ein Wert von  $H/\sigma_r \approx 3$  [TABOR 1951] und dementsprechend von  $H/Y > 3$  bei  $\sigma_r > Y$ , der auch über die *Slip line*-Theorie [HILL et al. 1947] vorhergesagt wird.

iii) Das Verhältnis  $\frac{W_{el}}{W_{tot}}$

Das Verhältnis des elastischen, reversiblen Anteils der beim Eindringexperiment geleisteten Arbeit  $W_{el}$  zur gesamten geleisteten Arbeit  $W_{tot}$  stellt einen weiteren, eng mit  $E/Y$  verwandten Parameter zur Beurteilung des elastisch-plastischen Verhaltens eines Materials dar (Abb. 2.2). Die enge Verwandtschaft der Parameter zeigt sich zum Beispiel in der Interpretation von  $E/Y$  als Verhältnis der gesamten repräsentativen Dehnung zur Fließdehnung, die ja den elastischen Anteil der gesamten Dehnung darstellt. Tatsächlich existiert eine eindeutige Zuordnung zwischen den beiden Parametern, solange der Verfestigungsexponent und das Verhältnis der E-Moduln von Halbraum zu Indenter konstant gehalten werden. Da dies jedoch bei den betrachteten Materialien nicht der Fall ist, wird  $W_{el}/W_{tot}$  in der vorliegenden Arbeit nur in Ausnahmefällen als Parameter zur Materialcharakterisierung eingesetzt. Der Vorteil dieses Parameters ist die direkte Ablesbarkeit aus den Eindringkurven. Quantitativ ergeben sich Werte zwischen 0 und 1 (bzw. 0%-100%), wobei hohe Werte für spröde Materialien und niedrige Werte für vollplastische Materialien stehen.

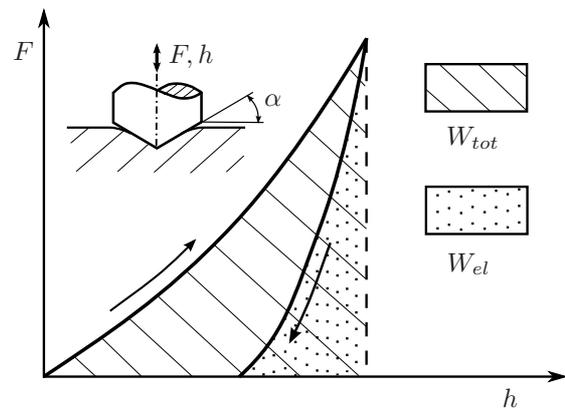


Abb. 2.2: Kraft-Eindring-Kurve in einem elastisch-plastischen Halbraum.

<sup>3</sup>Bei Materialien mit einem hohen  $E/Y$ -Verhältnis sind die elastischen Verformungen vernachlässigbar und die Kontaktzone liegt eingebettet in einer deutlich über den Kontaktradius hinausragenden, inkompressiblen Fließzone. Dieser äußere Zwang durch eine inkompressible Umgebung erhöht den hydrostatischen Druck unter dem Stempel (Abb. 9.10) und verursacht höhere Werte in  $H/Y$ . Begrenzt wird dieser Anstieg über einen Abbau des hydrostatischen Drucks durch ein Aufwölben des Materials neben dem Stempel, sobald die Fließzone in ausreichendem Maße außerhalb des Kontakts die Oberfläche erreicht hat. Dies limitiert  $H/\sigma_r$  für die meisten Materialien mit  $E/Y > 120$  auf  $H/\sigma_r \approx 3$  (und  $H/Y$  bei  $\sigma_r > Y$  dementsprechend auf etwas größere Werte). Bei niedrigen Werten für  $E/Y$  ist ein nicht vernachlässigbarer Teil der Verformung elastischer Natur. In diesem Fall kann ein Teil des erzeugten hydrostatischen Drucks in radiale elastische Verformung abgebaut werden. Somit erniedrigt sich  $H/Y$ , je höher der Anteil der elastischen Verformung an der Gesamtverformung wird und strebt gegen eins [JOHNSON 1970].

### 2.1.4 Die *Expanding cavity*-Modelle, ECM

Das *Expanding cavity*-Modell für idealplastische Materialien (ECMi) verknüpft die beiden Parameter  $(E/Y) \tan \alpha$  und  $H/Y$  so, dass bei bekanntem E-Modul und bekannter Härte die einachsige Fließspannung bestimmbar ist. Wie oben erwähnt, pendeln sich experimentell die Werte für den *Constraint factor* für vollplastische Materialien meist auf  $H/Y \approx 3$  ein. Für elastisch dominierte Materialien streben die Werte gegen eins. Der Übergang zwischen diesen beiden Zuständen ist charakterisiert über das Vorliegen von elastischen und plastischen Verformungsanteilen, ohne dass einer der beiden vernachlässigt werden kann. In diesem Bereich ist das ECMi gültig und stellt eine gute Abbildung der Härte auf die einachsige Fließgrenze dar. Eine der Grundlagen des ECMi liefert die Beobachtung von SAMUELS und MULHEARN [SAMUELS und MULHEARN 1957], dass für kleine Winkel  $\alpha$ , ( $\alpha < 30^\circ$ , Abb. 2.2) die Bewegung des Materials unter einem Stempel hauptsächlich in

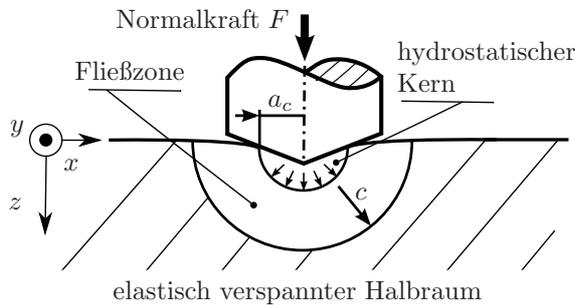


Abb. 2.3: Das *Expanding cavity*-Modell.

radialer Richtung vom ersten Kontaktpunkt aus geschieht. Ebenso sind die Verzerrungsisothermen und damit der elastisch-plastische Übergang näherungsweise halbkugelförmig (Abb. 2.3, 2.13). Dies erlaubt die Beschreibung als kugelsymmetrisches Problem. Eine weitere Voraussetzung für das ECMi ist die Lösung von HILL [HILL 1950] für das Spannungsfeld einer kugelförmigen Kavität, die sich unter innerem Druck in einem unendlichen elastisch-plastischen Festkörper ausdehnt. Aufbauend auf MARSH [MARSH 1964] verknüpft JOHNSON diese beiden Voraussetzungen, indem die HILLSche Lösung auf einen elastisch-plastischen Halbraum angewandt wird [JOHNSON 1970]. Die HILLSche Kavität wird ersetzt durch einen inkompressiblen Kern unter der Kontaktzone des Stempels, dessen Durchmesser an den Kontaktradius  $a_c$  gekoppelt ist (Abb. 2.3). In diesem Kern wird ein rein hydrostatischer Spannungszustand mit dem inneren Druck  $\bar{p}$  angenommen, der über

$$p_m = H = \bar{p} + \frac{2}{3}Y \quad (2.11)$$

mit dem mittleren Kontaktdruck  $p_m$  und damit bei plastischen Eindringversuchen mit  $H$  verknüpft ist. Das vom eingedrungenen Stempel verdrängte Material wird über eine radiale Bewegung des umgebenden Materials kompensiert. Zudem ist am Übergang vom hydrostatischen Kern zur umgebenden Fließzone die radiale Spannungskomponente gleich dem hydrostatischen Druck im Kern. Mit diesen Randbedingungen, unter Verwendung der HILLSchen Lösung sowie der Fließbedingung nach TRESCA, die im Rahmen der Nanoindentation als vergleichbar mit der von VON MISES (Gl. (2.6)) gilt [JOHNSON 1985], ergibt sich der Durchmesser der Fließzone zu  $c$ , mit  $c > a_c$  (Abb. 2.3). Außerhalb der Fließzone liegt rein elastisch verspanntes Material vor. Mit den damit geschaffenen Voraussetzungen sowie den Annahmen von Inkompressibilität der Fließzone ( $\nu=0,5$ ) und idealplastischem Materialverhalten ( $n=0$ ) ergibt sich folgende Formulierung für das ECMi [JOHNSON 1970]:

$$\frac{\bar{p}}{Y} = \frac{2}{3} \left[ 1 + \ln \left( \frac{1}{3} \frac{E}{Y} \tan \alpha \right) \right] \rightarrow (2.11) \rightarrow \frac{H}{Y} = K + \frac{2}{3} \ln \left( \frac{1}{3} \frac{E}{Y} \tan \alpha \right) . \quad (2.12)$$

Mit Gl. (2.12) ist ein Zusammenhang zwischen Härte, E-Modul und Fließspannung für elastisch-idealplastische Materialien hergestellt. Experimentaldaten bestätigen eine gute Übereinstimmung mit Fließspannungen aus einachsigen Druckversuchen [JOHNSON 1985]. Der Faktor  $K$  in Gl. (2.12) ergibt sich für das ECMi von JOHNSON zu  $K = 4/3$  und für das überarbeitete ECMi von STUDMAN zu  $K = 7/6$  [STUDMAN et al. 1977]. Jedoch wird in der vorliegenden Arbeit  $K = 1,15$  verwendet, da damit eine bessere Anpassung der Fließspannungswerte an Referenzdaten erreicht werden konnte [BUSHBY und SWAIN 1995]<sup>4</sup>. Eine Erweiterung der Lösung auf ein mit dem exponentiellen Ansatz nach Gl. (2.5) isotrop verfestigendes Material (ECMv) lautet wie folgt [GAO et al. 2005]:

$$\frac{H}{Y} = \frac{2}{3} \left[ \left(1 - \frac{1}{n}\right) + \left(\frac{3}{4} + \frac{1}{n}\right) \left(\frac{1}{3} \frac{E}{Y} \tan \alpha\right)^n \right]. \quad (2.13)$$

In beiden Formulierungen kann der Einfluss der Stempel­elastizität über das Ersetzen von  $E$  durch den reduzierten E-Modul  $E^*$  eingebracht werden [JOHNSON 1985]:

$$\frac{1}{E^*} = \left(\frac{1 - \nu^2}{E}\right)_{\text{Halbraum}} + \left(\frac{1 - \nu^2}{E}\right)_{\text{Stempel}}. \quad (2.14)$$

### 2.1.5 Einfluss von Inhomogenität, Anisotropie und Eigenspannungen

#### i) Inhomogenität

Die Inhomogenität ist bei der Nanoindentation eine offensichtliche Einflussgröße. Bei polykristallinen Proben liegen die Dimensionen der erzeugten Eindrücke in der Regel in der Größe der einzelnen Kristallkörner beziehungsweise sogar darunter (Abb. 2.4). Die gemessenen mechanischen Eigenschaften gelten dementsprechend nur lokal um den Messpunkt. Um makroskopische Eigenschaften abzuschätzen, muss über eine Reihe von Messungen gemittelt werden. Je kleiner die Messreihe wird, desto größer wird so der Fehler bei der Messung makroskopischer Materialkennwerte.

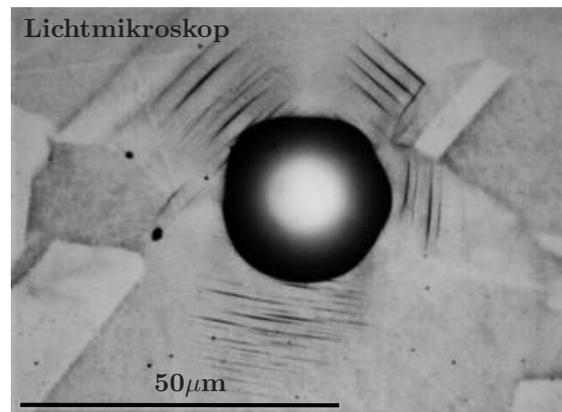


Abb. 2.4: Kugeleindruck in polykristallines Kupfer: Anisotropie und Inhomogenität.

#### ii) Anisotropie

Bei sehr kleinen Kontaktkräften, bei denen nur ein einkristalliner Bereich der Probe getroffen wird, oder direkt bei der Messung an Einkristallen spielt die Anisotropie von Kristallen eine Rolle. Es wird in elastische und in plastische Anisotropie unterschieden. Im Hinblick auf die elastische Anisotropie kann gezeigt werden, dass ein Eindringexperiment die elastischen Eigenschaften stark über alle Kristallrichtungen mittelt. Zum Beispiel zeigt

<sup>4</sup>Mit  $K = 1,15$  werden kleinere Fließspannungen als für  $K = 4/3$  erhalten (Kap. 6.1). Die Frage, ob die bessere Anpassung an Referenzdaten damit lediglich den Fehler aus der Anwendung des idealplastischen Modells an verfestigende Materialien ausgleicht, kann in dieser Arbeit nicht geklärt werden.

sich für kubisch anisotrope Kristallgitter mit sehr hohen Anisotropiefaktoren<sup>5</sup>  $A$ , wie das von Kupfer (kfz,  $A=3,22$ ) und  $\beta$ -Messing (krz,  $A=8,55$ ), dass die zu erwartenden großen Unterschiede in der (100) und (111) Richtung ausbleiben. So ergibt sich für den aus Eindringversuchen ermittelten E-Modul für Kupfer ein Unterschied von nur 10% und für  $\beta$ -Messing von nur 25% zwischen der (100) und der (111) Richtung [VLASSAK und NIX 1994],

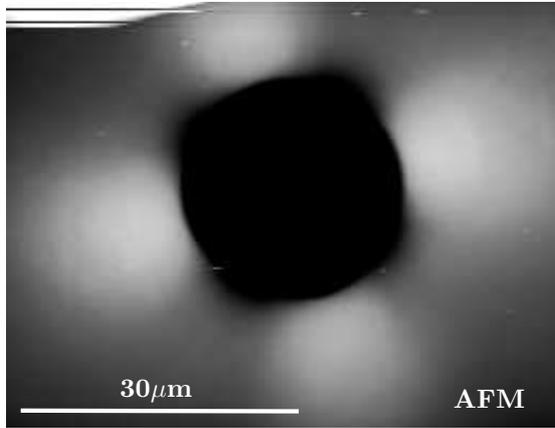


Abb. 2.5: Kugeleindruck in W(100): elastische Isotropie, plastische Anisotropie.

[TSURU und SHIBUTANI 2007]. Noch stärker werden die plastischen Eigenschaften gemittelt. Jeder Einkristall, selbst ein elastisch vollständig isotroper Kristall wie Wolfram, ist im Bezug auf seine plastischen Eigenschaften anisotrop (Abb.2.5). Dies hat seine Ursache in der unterschiedlichen Aktivierbarkeit von Gleitsystemen in Bezug auf ihre Orientierung zum Spannungs-Verzerrungs-Feld. Ein Eindringversuch mit einem Kegel oder einer dreiseitigen Pyramide erzeugt ein sehr komplexes dreidimensionales Spannungs-Verzerrungs-Feld, von dem fast alle Gleitsysteme aktiviert werden.

Deshalb ergibt sich selbst für stark plastisch anisotrope Materialien nur eine sehr kleine Abweichungen in der Härte für Eindringversuche in verschiedene Kristallrichtungen. Zum Beispiel ist die Härte von  $\beta$ -Messing in der (110) Richtung nur 13% kleiner als in die (100) Richtung [VLASSAK und NIX 1994]. Näherungsweise kann also für Eindringversuche Isotropie angenommen werden.

### iii) Eigenspannungen

Eigenspannungen im Probenmaterial, die ihrer Größe nach gegenüber der Fließspannung nicht vernachlässigbar sind, beeinflussen die Ergebnisse von Eindringversuchen erheblich. So führen Druckeigenspannungen zu höheren und Zugeigenspannungen zu niedrigeren Messwerten in  $H$  und  $Y$  [MOLNÁR 2010], [TSUI et al. 1995]. Dabei ist der Einfluss von Zugeigenspannungen deutlich ausgeprägter, da diese im Gegensatz zu Druckeigenspannungen die Scherspannungen im Material erhöhen. Typischerweise treten hohe Eigenspannungen in dünnen Hartstoffschichten auf. Die für diese Arbeit untersuchten Materialien sind jedoch massiv und ihre Herstellungsprozesse lassen vermuten, dass sie keine Eigenspannungen in relevanten Größenordnungen besitzen.

## 2.1.6 Fließmechanismen und Verfestigung

Plastisches Fließen von Festkörpern basiert auf verschiedenen kinetischen Prozessen auf atomarer Ebene, die parallel oder konkurrierend ablaufen. Diese Prozesse sind immer abhängig von der Verzerrungsrate  $\dot{\epsilon}$  und der Temperatur  $T$ . Viele Probleme, wie auch

<sup>5</sup>Für kubische Anisotropie besitzt der Nachgiebigkeitstensor  $\underline{D}_{(4)}$  drei unabhängige Komponenten, die zu einem Anisotropiefaktor  $A=0,5D_{1212}/(D_{1111}-D_{1122})$  zusammengefasst werden können.  $A$  kann dann als Verhältnis von maximalem zu minimalem E-Modul interpretiert werden [MANG und HOFSTETTER 2004], [TANAKA und KOIWA 1996].

die in dieser Arbeit, werden jedoch für kleine Verzerrungsraten und Temperaturen weit unter der Schmelztemperatur (Kristalle) bzw. der Glasübergangstemperatur (amorphe Materialien) betrachtet. Die dort verwendeten phänomenologischen Modelle der Plastizität vernachlässigen die Abhängigkeit von  $\dot{\epsilon}$  und  $T$ . Die verbleibenden treibenden Kräfte sind bei kristallinen und amorphen Materialien gleichermaßen die Schubspannungen (Kap. 2.1.2iii). Diese erzeugen Kräfte in lokalen Unstetigkeiten des atomaren Netzwerkes. Nach Überschreitung von kritischen Schubspannungen setzten daraufhin atomare Umordnungsprozesse ein. Diese lokalen atomaren Umlagerungen werden zum Träger der plastischen Deformation. Grundlegend dabei zu unterscheiden sind Kristalle und amorphe Strukturen.

### Plastizität in kristallinen Strukturen

Die atomaren Prozesse der Kristallplastizität sind gut verstanden, weshalb der folgende Abschnitt auf Lehrbuchmeinungen basiert [FROST und ASHBY 1982], [GOTTSTEIN 2001].

#### i) Fließmechanismen

Technisch relevante kristalline Materialien sind niemals fehlerfrei. Kristallbaufehler sind zum Beispiel Punktdefekte (Leerstellen, Zwischengitteratome, Fremdatome), Liniendefekte (Stufen-, Schraubenversetzungen, Abb. 2.6) und Flächendefekte (Korn-, Phasengrenzen). Diese Fehler versehen die Materialien mit ihren plastischen Eigenschaften. Es existieren verschiedene Mechanismen der Plastizität. In einem fehlerfreien Kristall können ganze Kristallebenen gleichzeitig abscheren und zu einem schlagartigem Versagen der Struktur führen [BEI et al. 2007], [BRENNER 1956]. Die dabei erreichte theoretische Schubfestigkeit ist ca.  $G/10$  bis  $G/30$  ( $G$ : Schubmodul). Die beobachteten Schubfestigkeiten liegen jedoch meist zwei Größenordnungen unter diesem theoretischen Wert. Die Ursache dafür ist, dass die Bewegung der Atome nicht gleichzeitig, sondern zeitlich nacheinander mittels einer energetisch deutlich günstigeren Versetzungsbewegung geschieht. Aufgrund der gewählten experimentellen Randbedingungen (Temperaturen weit unter dem Schmelzpunkt und niedrige Verzerrungsraten) wird angenommen, dass dieses Versetzungsgleiten<sup>6</sup> der in den untersuchten kristallinen Materialien dominierende Fließmechanismus ist. Zu erwähnen sind noch weitere Fließprozesse, wie das Fließen durch mechanische Zwillingsbildung, das Kriechen (Kap. 3.1.1), das Diffusionsfließen und das Fließen durch druckinduzierte Phasenumwandlung (zum Beispiel in Silizium [JUNG et al. 2004], [PAGE et al. 1992]). Diese Prozesse spielen hier aber eine untergeordnete Rolle. Je nach Lage der Gleitsysteme zur Belastungsrichtung wirken verschiedene Schubspannungen in den einzelnen Gleitebe-

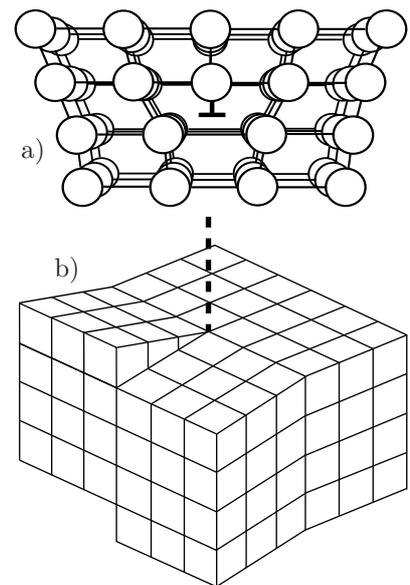


Abb. 2.6: a) Stufen-, b) Schraubenversetzung.

<sup>6</sup>Gleiten bedeutet das Heben einer Versetzung über den Potentialwall der Atomrümpfe in einer Gleitebene, wobei nicht die gesamte Versetzungslinie auf einmal, sondern nacheinander verschoben wird [LORENZ 2001]. Eine Gleitebene ist dabei eine Kristallebene, in der sich Versetzungen bewegen können.

nen. Dort, wo die kritische Schubspannung überschritten wird, wird ein Gleitsystem aktiviert. Eine Beschreibung der Gleitsystemaktivierung in Abhängigkeit von der Belastungsrichtung ist mit dem SCHMID'schen Gesetz<sup>7</sup> gegeben. Sind genügend aktivierbare Gleitsysteme vorhanden, sind die Träger der plastischen Deformation die Versetzungsbewegungen. Diese Bewegung ist aber immer durch Hindernisse begrenzt. Zum einen existieren diffuse Hindernisse, wie die innere Reibung. Zum anderen gibt es stets diskrete Hindernisse, wie zum Beispiel andere Versetzungen<sup>8</sup>, Einschlüsse und Korngrenzen. Die Summe dieser Einflüsse auf die Versetzungsbewegung stellt sich makroskopisch als Fließgrenze und die Evolution dieser Hindernisse als Verfestigung dar. Mit Hinblick auf Eindringversuche mit spitzenverrundeten Pyramidenindentern zeigt sich ein unstetiger Übergang von rein elastischem zu plastischem Verhalten (*Pop In*, Abb. 3.8). Dieses *Pop In*-Ereignis lässt sich für viele Kristalle (zum Beispiel Wolfram oder Saphir) auf die Generierung erster Versetzungslinien zurückführen [PAGE et al. 1992], [BAHR et al. 1997]. Für gesinterte Materialien, wie zum Beispiel die in der vorliegenden Arbeit untersuchte Keramik  $\text{ZrO}_2\text{:Y}_2\text{O}_3$ , ist auch die Verdichtung von freiem Volumen während eines Eindringversuchs von Bedeutung [LANGE 2008].

## ii) Verfestigungsprozesse

Die Abhängigkeit des Verzerrungsfeldes vom Spannungsfeld ist stets bestimmt von einem konstanten Satz von Materialparametern (z.B. elastische Konstanten, Gitterparameter) und vom aktuellen mikrostrukturellen Zustand, der, wie oben beschrieben, das plastische

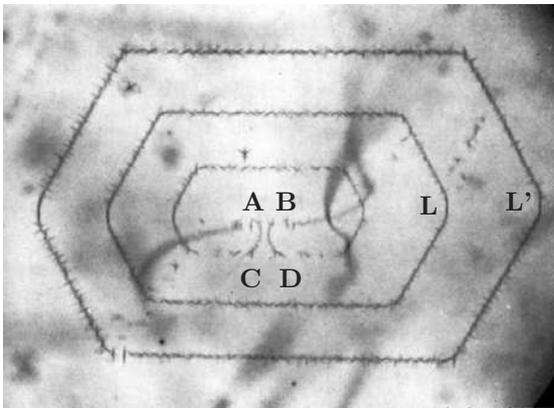


Abb. 2.7: FRANK-READ-Quelle [DASH 1956].

Verhalten definiert. Dieser Anteil ist nicht konstant. Bei plastischer Verformung verändert sich die mikroskopische Struktur durch Prozesse, wie der Erhöhung der Versetzungsdichte, der Umlagerung der Versetzungsanordnung oder der Veränderung der Korngröße. Viele dieser Prozesse führen zu einer Verfestigung des Materials. Hauptsächlich von Belang für diese Arbeit ist die Verformungsverfestigung, auch TAYLOR *hardening* genannt, die auf der Versetzungsnukleation (zum Beispiel in Bearbeitungsrandschichten) basiert. Existierende Versetzungen blockieren die Beweglichkeit von nachfolgend erzeugten Generationen. Die meisten Versetzungen verbleiben im Kristall, wodurch die inneren Spannungen erhöht werden, was wiederum zur Neubildung von Versetzungen führt. Diese Anhäufung von Bewegungsbarrieren äußert sich dann makroskopisch als Erhöhung der Fließspannung. Einer der wichtigsten Mechanismen zur Versetzungsnukleation ist die FRANK-READ-Quelle (Abb. 2.7). Sie stellt eine an beiden Enden (A-B) blockierte Versetzungslinie dar. Bei Spannungsbelastung beult sich diese Linie aus, bis sie einen geschlossenen Ring bildet (C-D). Dieser neue Versetzungsring ist mobil und kann sich unabhängig von der Quelle ausbreiten. Der Prozess ist dann beliebig oft wie-

Verhalten definiert. Dieser Anteil ist nicht konstant. Bei plastischer Verformung verändert sich die mikroskopische Struktur durch Prozesse, wie der Erhöhung der Versetzungsdichte, der Umlagerung der Versetzungsanordnung oder der Veränderung der Korngröße. Viele dieser Prozesse führen zu einer Verfestigung des Materials. Hauptsächlich von Belang für diese Arbeit ist die Verformungsverfestigung, auch TAYLOR *hardening* genannt, die auf der Versetzungsnukleation (zum Beispiel in Bearbeitungsrandschichten) basiert. Existierende Versetzungen blockieren die Beweglichkeit von nachfolgend erzeugten Generationen. Die meisten Versetzungen verbleiben im Kristall, wodurch die inneren Spannungen erhöht werden, was wiederum zur Neubildung von Versetzungen führt. Diese Anhäufung von Bewegungsbarrieren äußert sich dann makroskopisch als Erhöhung der Fließspannung. Einer der wichtigsten Mechanismen zur Versetzungsnukleation ist die FRANK-READ-Quelle (Abb. 2.7). Sie stellt eine an beiden Enden (A-B) blockierte Versetzungslinie dar. Bei Spannungsbelastung beult sich diese Linie aus, bis sie einen geschlossenen Ring bildet (C-D). Dieser neue Versetzungsring ist mobil und kann sich unabhängig von der Quelle ausbreiten. Der Prozess ist dann beliebig oft wie-

<sup>7</sup>Das SCHMID'sche Gesetz bricht jedoch in sehr kleinen Dimensionen zusammen [NG und NGAN 2008].

<sup>8</sup>Versetzungen interagieren z.B. durch Umgehen, Zerschneiden oder Blockieren untereinander.

derholbar ( $L$ ,  $L'$ ). Ein weiterer Verfestigungsmechanismus ist die Vielkristallverfestigung. Da sich alle Körner in einer Gesamtmatrix gleichmäßig verformen müssen, sind die einzelnen Körner zum Teil starken Zwangsbedingungen unterworfen. Dies allein führt schon zu einer Verfestigung. Des Weiteren bilden Korngrenzen eine Barriere, an denen sich Versetzungen aufstauen. Diese Versetzungsanhäufungen erzeugen Rückspannungen, die die Versetzungsbewegung im begrenzten Kornvolumen noch weiter einschränkt. Dies führt zu einer zusätzlichen Verfestigung. Je kleiner die Körner sind, desto größer wird entsprechend der obigen Mechanismen die makroskopische Fließspannung. Das ist als HALL-PETCH-Beziehung<sup>9</sup> bekannt. Zusätzlich kann ein Verfestigungseffekt auch durch das Einschließen von Fremdkörpern (Dispersionshärtung) erzielt werden. Bei Wärmebehandlung beruht die Veränderung der Festigkeit auf einer Beeinflussung des gesamten Gefüges, inklusive zum Beispiel Korngröße, Gittertyp und innerem Spannungszustand.

### Plastizität in amorphen Netzwerken

Amorphe Netzwerke sind charakterisiert durch das Vorhandensein verschiedener atomarer Nahordnungen ohne das Vorliegen einer Fernordnung. Mobile Netzwerkfehler als Träger der Plastizität, wie Versetzungen in Kristallen, kommen nicht vor. Ebenso wenig besitzen amorphe Materialien einen zu den Versetzungsquellen bei Kristallen äquivalenten Mechanismus. Ihre Eigenschaften hängen deshalb stärker von der mikroskopischen Ausgangskonfiguration ab und sie sind meist deutlich spröder. Gläser können dennoch plastisch verformt werden. Es muss also atomare Prozesse geben, die zu einer irreversiblen Verformung führen. Fließprozesse in amorphen Netzwerken sind im Allgemeinen weniger gut verstanden. Ein Problem ist die Verallgemeinerung der atomaren Kinetik auf das makroskopische Fließverhalten. Viele Erkenntnisse beruhen deshalb auf umfangreichen *Molecular dynamics*-Simulationen. Amorphe Strukturen müssen in metallische Gläser (*bulk metallic glasses*, BMG) und in kovalent gebundene amorphe Netzwerke (z.B.  $\alpha$ -Si,  $\text{SiO}_2$ , mineralische Gläser) unterschieden werden. In BMGs sind die atomaren Bindungsstärken isotrop und die Atome können deshalb mittels Kugelsymmetrie simuliert werden. In kovalent gebundenen Netzwerken hingegen besitzen die Atombindungen eine Richtung. Im Folgenden werden einige Modelle des Fließverhaltens auf atomarer Ebene kurz vorgestellt. Die Schnittmenge dieser Ansätze wird am Schluss dieses Abschnittes herausgearbeitet.

#### i) Fließmechanismen in metallischen Gläsern

Die Reaktion von BMGs auf Verzerrung ist im Gegensatz zu Kristallen in drei Bereiche unterteilbar [BARET et al. 2002], [BOUCHBINDER et al. 2007a]. Bei geringen Verzerrungen reagiert das Netzwerk elastisch. Über dem elastischen Limit beginnt eine leichte, stark lokalisierte atomare Umordnung. Diese stagniert sehr schnell in einem blockierten Zustand (*jamming*). Darüber, beim Überschreiten der atomaren *Depinning*-Spannung, kommt es zu unkontrolliertem Fließen und zum schlagartigen Versagen des gesamten Netzwerkes. Dieses letzte Stadium ähnelt dem Fließen eines fehlerfreien Kristalls [BEI et al. 2007]<sup>10</sup>.

<sup>9</sup>Die HALL-PETCH-Beziehung ist nur für Korngrößen über 20nm gültig. Darunter tendiert das Verhalten in Richtung amorphe Struktur mit eingebetteten Nanokristallen [DEMKOWICZ und ARGON 2005].

<sup>10</sup>Über das Kollabieren der amorphen Struktur kann evtl. die theoretische Schubfestigkeit des Kristalls bestimmt werden [BEI et al. 2004]. Problematisch dabei ist jedoch die Rolle des *Size effect* (Kap. 2.1.7).

Auch die im Rahmen der Arbeit durchgeführten Kugeleindringexperimente an metallischen Gläsern zeigen diese dreigeteilte Reaktion auf Belastung (Abb. 2.8). Fließen in BMGs

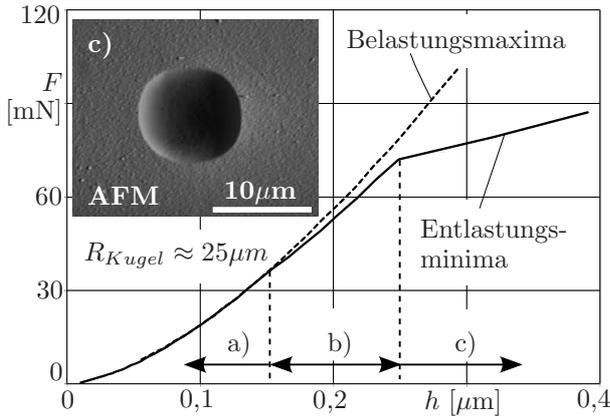


Abb. 2.8: LPU-Messung (Kap. 2.2.1) an a-Cu<sub>44</sub>:  
 a) elastisch b) *jamming* c) rissfreies *Pop in*.

ist also ein dynamisches Gleichgewicht zwischen blockierten und aktivierten lokalen Scherverformungen bis zum Strukturversagen. Ein Modell für die Formulierung einer auf atomaren Prozessen aufbauenden Feldtheorie ist die *Shear transformation zone* (STZ)-Theorie [FALK und LANGER 1997], [BOUCHBINDER et al. 2007a]. In diesem Modell findet irreversible atomare Umordnung nur in den STZs statt. Diese befinden sich eingebettet in elastisches Material. Sie stellen dementsprechend Unstetigkeiten im makroskopisch uniformen Spannungs-Verzerrungs-Feld dar. Die STZs entstehen aus kleinen lokalisierten, inelastischen Ereignissen im verzerrten amorphen Gitter. Diese Ereignisse umfassen nur wenige Atome, die zufälligerweise wegen ihrer Nahordnung leicht durch Scherbelastung bewegt werden können (Abb. 2.9). Bei Erhöhung der Verzerrung gruppieren sich diese lokalen Ereignisse zu Scherbändern, den STZs, die dann zugänglicher für Scherung sind als benachbarte Regionen. Bei Deformation dieser Scherbänder wird Arbeit geleistet, die sich global zur plastischen Arbeit summiert. Nach einmaliger Verformung in ihre schubweiche Richtung blockieren die STZs und sind (außer für eine Rückverformung) dann inaktiv, was zu einer starken Verformungsgeschichtenabhängigkeit führt. Bei weiterer Verzerrung entstehen neue STZs und bilden ein Gleichgewicht zu den blockierten Vorgängergenerationen. Diese Prozesse erzeugen die plastische Verformung. Sie sind wie die Kristallplastizität kaskadenartige, kinetische Prozesse und dementsprechend ebenso an die Verzerrungsrate gekoppelt.

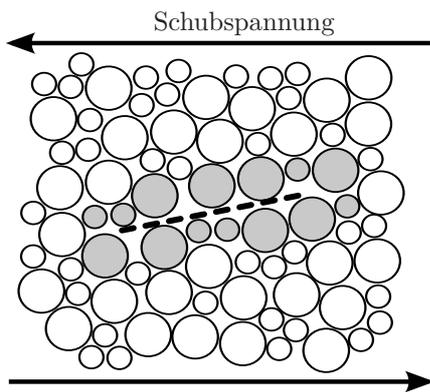


Abb. 2.9: Schubweiche Atomgruppe: Grundbaustein von STZs.

Die genauen Abhängigkeiten der Plastizität von der atomaren Nahordnung sind dennoch recht unklar. Bekannt ist, dass die Plastizität von BMGs stark von der atomaren Packungsdichte abhängt. Je mehr freies Volumen im Netzwerk existiert, desto statistisch öfter existieren lokale Atomkonstellationen, die weich auf Scherung reagieren und damit Keimpunkte für die Bildung von STZs darstellen. Der Fokus liegt deshalb jetzt auf der *Short range order* (SRO) von atomaren Clustern [LEE et al. 2007]. Selbst einfache amorphe Systeme mit zwei Grundelementen bilden schon mehr als 100 verschiedene SRO Polymerstrukturen. Die meisten sind jedoch aus nur fünf grundlegenden zweidimensionalen Polygoneometrien aufgebaut. Wichtig ist auch nur die Unterscheidung zwischen Pentagonen (ebenso von Bedeutung für Quasikristalle) und Nicht-Pentagonen. Die fünfeckigen Polygone erzeugen

die höchste Packungsdichte und damit die schubfestesten Strukturen. Die anderen Polygone erzeugen lockerere Bindungen und mehr freies Volumen. Dieses freie Volumen bildet dann die Grundlage für die Bildung von Scherbändern, an die die Plastizität gebunden ist. Dementsprechend ist die Scherbandnukleation nur abhängig von der SRO und dem Spannungszustand. Bei Scherbelastung sortieren sich die Polygonstrukturen im Raum grob nach ihrer Art. Das heißt, STZs bilden sich dann in pentagonarmen Regionen heraus und pentagonreiche Bereiche bleiben elastisch. Die Polygonstrukturen können sich ineinander umwandeln. So zeigt sich bei erhöhter Verzerrung eine Verminderung des Anteils an Pentagonen. Die Umwandlung in Nicht-Pentagone erzeugt wiederum freies Volumen und erhöht die plastische Verformbarkeit (*dynamic mechanical softening*), was bei hohen Belastungen zum Netzwerkkollaps führt (*pop in*, Abb. 2.8).

## ii) Fließmechanismen in kovalent gebundenen amorphen Strukturen

Im Gegensatz zum obigen Abschnitt ist die Basis der atomaren Prozesse hier ein atomares Modell mit diskreten Bindungsrichtungen. Dennoch ähneln sich die Fließprozesse. Das vorgestellte Modell beschreibt die Plastizität durch Regionen mit einem *liquidlike* Zustand im sonst *solidlike* amorphen Netzwerk [DEMLOWICZ und ARGON 2004]. Zwischen diesen beiden Phasen gibt es einen echten, diskreten Unterschied [DEMLOWICZ und ARGON 2005]. Die *solidlike* Phase zeichnet sich durch eine nahezu unverzerrte Nahordnung aus. Eine Fernordnung besteht aber durch die doch leicht verzerrten Bindungswinkel nicht. Die *liquidlike* Phase ist, trotz des Namens, eine Festkörperphase, die jedoch durch sehr viel stärker verzerrte Bindungswinkel gekennzeichnet ist. Die *solidlike* Phase besitzt weniger freies Volumen und ist fester gegen plastische Verformung, wohingegen die *liquidlike* Phase mehr freies Volumen besitzt und dementsprechend weicher gegen Scherverformung ist. Die beiden Phasen können sich bei Belastung ineinander umwandeln. Dieser Zusammenhang zeigt schon die Parallelen zu den anderen Fließtheorien. Die *liquidlike* Regionen sind in diesem Modell die Träger der Plastizität. Der gesamte Fließprozess kann über die Entwicklung des Volumenverhältnisses der beiden Phasen von der Anfangskonfiguration bis hin zu hohen Verzerrungen beschrieben werden. Eine Dreiteilung der Verzerrungsreaktion wie bei den BMGs wurde bei den untersuchten mineralischen Gläsern nicht beobachtet.

## iii) Gemeinsamkeiten der amorphen Fließprozesse

Trotz des komplexen amorphen Fließprozesses lassen sich in allen vorgestellten Ansätzen Gemeinsamkeiten erkennen. Zum Beispiel basiert der Fließbeginn immer auf lokalisierten Verlagerungsprozessen einzelner Atomstrukturen, welche sich in Abhängigkeit von der Anfangskonfiguration des Netzwerkes bei weiterer Verzerrung zu größeren plastischen Regionen (STZs, *liquidlike* Zonen, pentagonarme Regionen) gruppieren. Der Fließprozess ist dann ein dynamisches Gleichgewicht aus Bildung und Blockierung dieser Zonen. Die atomare Nahordnung ist immer wichtig für deren Anfälligkeit gegenüber Scherbelastung. Viele unterschiedliche Zustandsvariablen (freies Volumen [LEE et al. 2007], effektive thermodynamische Temperatur [BOUCHBINDER et al. 2007a], Verteilung der *liquidlike* Zonen [DEMLOWICZ und ARGON 2005], Pentagonanteil der SRO [LEE et al. 2007]) zielen dabei auf dasselbe, nämlich die statistische Verteilung von atomaren Scherbelastungsschwachstellen. Tatsächlich kann die STZ-Theorie mit einigen Anpassungen auch kovalent gebundene amorphe Netzwerke beschreiben [BOUCHBINDER et al. 2007b]. Zudem konnte ein kontinu-

umsmechanisches Modell amorpher Plastizität formuliert werden, dass die STZ-Theorie und den *Liquidlike-solidlike*-Ansatz vereint [MARCHENKO und MISBAH 2011].

iv) Unterscheidung in normale und anormale Gläser, Verdichtung

Gläser werden ihrem plastischen Verhalten nach in normale und in anormale Gläser unterteilt [GADELRAH et al. 2012], [KERMOUCHE et al. 2008]. Die Plastizität in normalen Gläsern ist dominiert von isochorer Scherverformung. Bei anormalen Gläsern hingegen ist ein erheblicher Anteil der plastischen Verformung auf druckspannungsinduzierte Verdichtung zurückzuführen. Deren Fließprozess lässt sich dementsprechend nicht mit der Fließbedingung nach VON MISES, Gl. (2.6) beschreiben. Normale Gläser sind zum Beispiel Kalknatrongläser (*soda lime glass*) [YOSHIDA et al. 2007]. Das anormalste technisch relevante Glas ist Quarzglas (*fused silica*, FS,  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub>) [PERRIOT et al. 2006], welches als Referenzmaterial eine wichtige Rolle in der Nanoindentation spielt. Aus diesem Grund wurde viel Forschungsarbeit mit Hinblick auf das Fließverhalten von FS geleistet. So konnte mittels Raman-Mikrospektroskopie die Verdichtung von FS unter einem Berkovicheindruck ortsaufgelöst vermessen werden [PERRIOT et al. 2006]. Es zeigen sich dort Verdichtungen von bis zu 20%. Die Verdichtung von Gläsern bei hydrostatischem Druck ist abhängig vom freien Volumen im amorphen Gitter. Dieses freie Volumen ist invers proportional zur Querkontraktionszahl. Das bedeutet, je niedriger die Querkontraktionszahl eines Glases ist, desto anormaler verhält es sich bei mechanischer Belastung [GADELRAH et al. 2012], [HOWELL et al. 2008]. Metallische Gläser können damit als weitgehend normal eingestuft werden. Ebenso ist das *Pile up*-Verhalten (Kap. 2.2.1) abhängig vom freien Volumen. So zeigen anormale Gläser (wie FS) sehr wenig und normale Gläser (wie Kalknatronglas) deutliches *Pile up* [HOWELL et al. 2008], [HOWELL et al. 2007]. Das ebenso im Rahmen dieser Arbeit vermessene BK7-Glas liegt im Fließverhalten zwischen FS und Kalknatronglas. Der Verdichtungsprozess erzeugt intrinsische Spannungen, die sich auf die Entlastungskurve und damit die E-Modul-Bestimmung (Kap. 2.2.1) auswirken [YOSHIDA et al. 2007]. Dies ist besonders problematisch bei der Nutzung eines solchen Glases als Referenzmaterial (siehe Kap. 3.1.1). Die atomaren Prozesse bei der Verdichtung können über *Molecular dynamics*-Simulationen untersucht werden (siehe dazu [AN et al. 2006] oder [VALLE und VENUTI 1996]). Für die FEM-Simulation von Eindringversuchen in anormale Gläser müssen Materialmodelle wie das DRUCKER-PRAGER-Modell [ANSYS MANUAL 2009] oder speziell angepasste Modelle [KERMOUCHE et al. 2008] verwendet werden.

v) Verfestigungsprozesse

Verfestigend wirken unter anderem Nanokristalle, die sich bei hydrostatischem Druck bilden und dann einen zusätzlichen Widerstand gegen Schubverformung erzeugen [LEE et al. 2007]. Bei Deformationen werden zudem wie oben beschrieben Schwachstellen im Netzwerk aktiviert. Da diese danach blockiert sind, stehen sie für weitere Verformung nicht mehr zur Verfügung [BARET et al. 2002]. Dies sowie auch die Verdichtung von anormalen Gläsern [PERRIOT et al. 2006] führt zu einer Verfestigung des Materials.

### 2.1.7 Der *Indentation size effect*, ISE

Dem inelastischen Materialverhalten in kleinen Größendimensionen wird schon seit den 1950er Jahren größere Aufmerksamkeit gewidmet. Dies beruht auf dem experimentell beobachteten Anstieg der Fließspannung, der Verfestigung und der Härte bei Verkleinerung der Probengeometrie beziehungsweise der inneren Materialstrukturen. Dieser Effekt ist bekannt als *Size effect*. Im speziellen Bezug auf Eindringversuche spricht man auch vom *Indentation size effect*, ISE. Viele Erklärungsmodelle basieren auf dem Einfluss von Verzerrungsgradienten, weshalb dieser sogenannten *Strain gradient theory of plasticity* ein eigener Unterpunkt gewidmet wird. Damit allein ist der *Size effect* aber nicht vollständig erklärbar. Deshalb werden weitere physikalische Effekte vorgestellt, die zu erhöhten Festigkeiten in kleinen Dimensionen führen. Vorausgehend ist jedoch zu erwähnen, dass nicht jeder gemessene Festigkeitsanstieg hin zu kleinen Dimensionen auch auf größenabhängige Fließmechanismen zurückzuführen ist. In der Nanoindentation werden oft Härteanstiege bei abnehmenden Eindringtiefen als *Indentation size effect* interpretiert, obwohl sie eigentlich anderer Natur sind. Meist lassen sich diese Einflüsse auch schwer von echten ISE-Mechanismen trennen. Hervorzuheben sind zum Beispiel echte Oberflächengradienten durch Oxidschichten oder verfestigte Bearbeitungsrandschichten (Kap. 2.1.6). Aber auch Reibungseffekte zwischen Indenter und Oberfläche können zu einem scheinbaren ISE führen. Zudem sind wichtige Fehlerquellen ungenaue Flächen- und Steifigkeitsfunktionen im Bereich der kleinsten Kräfte und Eindringtiefen (Kap. 3.1.1). Diese können ebenso zu einem fälschlichen Anstieg der Härtewerte bei kleinen Eindringtiefen führen [FISCHER-CRIPPS 2002].

i) *Strain gradient theory of plasticity* für kristalline Materialien

Der Größenbereich, in dem die auf Verzerrungsgradienten basierten Theorien relevant sind, umfasst Längen von wenigen Mikrometern. In diesen Dimensionen treten Effekte auf, die makroskopische Modelle der Plastizität, die rein auf plastischen Verzerrungen beruhen, nicht mehr beschreiben. Es existieren allerdings auch zu viele Versetzungen im betrachteten Bereich, als dass eine atomistische Betrachtung möglich wäre. Die *Strain gradient plasticity*-Modelle sind dementsprechend noch kontinuumsmechanische Beschreibungen. Aufbauend auf dem beobachteten Effekt, dass Zweiphasenlegierungen eine stärkere Verfestigung zeigen als das von makroskopischen Modellen vorhergesagt wird, formulierte ASHBY [ASHBY 1969] eine *Strain gradient theory of plasticity*. Demnach ist das Materialverhalten im plastischen Bereich nicht allein von den plastischen Verzerrungen  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{pl}$  abhängig, sondern, wie im Folgenden beschrieben, auch von den Verzerrungsgradienten  $\underline{\underline{\eta}}_{(3)}$  (die elastischen Verformungen werden dabei vernachlässigt [GAO et al. 1999]): In einem verformten Kristall entstehen durch zufällig verteilte Versetzungsnukleation neue Versetzungen, die in zwei Typen unterteilt werden. Durch plastische Verzerrung  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{pl}$  entstehen statistisch verteilt neue Versetzungen, die so genannten *Statistically stored dislocations* (SSDs). Dies sind die Versetzungen, die in makroskopischen Beschreibungen eine Rolle spielen. ASHBY konnte jedoch zeigen, dass für eine geometrisch kompatible Verformung beim Vorliegen eines großen Verzerrungsgradienten zusätzlich *Geometrically necessary dislocations* (GNDs) entstehen müssen. Die gesamte Versetzungsdichte ergibt sich also aus der Summe der Versetzungsdichten der SSDs und der GNDs. Sie ist folglich höher als die Versetzungsdichte, die rein über die plastische Verzerrung vorhergesagt wird. Eine höhere Versetzungsdichte

vermindert die Beweglichkeit neu gebildeter Versetzungen und erzeugt durch Versetzungsanhäufung höhere Spannungsfelder im Kristall. Sie führt damit zur Verfestigung des Materials (Kap. 2.1.6). In makroskopischen Problemen spielen die GNDs keine Rolle, da dort  $\eta$  sehr klein ist. Je kleiner jedoch die verformte Geometrie wird, also je stärker sich die

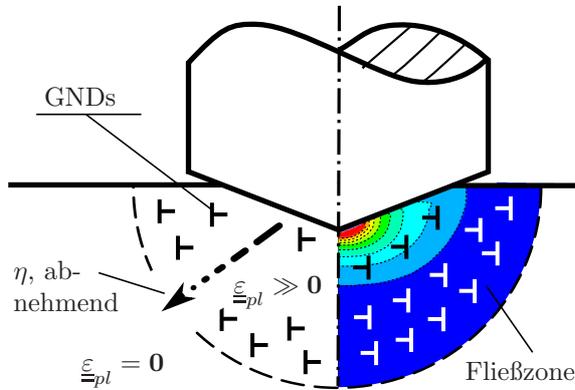


Abb. 2.10: Versetzungsdichteerhöhung durch GNDs in der Fließzone eines Kegels (rechte Seite:  $\varepsilon_{pl,VM}$ -Feld, FEM).

Spannungsfelder lokal ändern, desto mehr Einfluss gewinnen die Verzerrungsgradienten und desto größer wird der Einfluss der GNDs. Die damit verbundene Erhöhung der Versetzungsdichte erzeugt den *Size effect*. Verformungsgeometrien mit großen Verzerrungsgradienten sind zum Beispiel Nanoindentationsversuche (Abb. 2.10), plastische Zonen um Risspitzen, sehr dünne Biegebalken und inhomogene Mikrostrukturen. Ein guter Überblick über Probleme mit großen Verzerrungsgradienten ist in [FLECK et al. 1993] gegeben. Aufgrund der auf diesen Erkenntnissen basierenden umfangreichen Forschungsarbeit ist der Anstieg der Festigkeit in kleinen Vo-

lumen gut dokumentiert. Zwei wichtige *Strain gradient plasticity*-Modelle, aufbauend auf ASHBY, wurden daraufhin formuliert. Das Modell von FLECK und HUTCHINSON, [FLECK et al. 1993], [FLECK und HUTCHINSON 1997], [HUTCHINSON 2000] beschreibt allgemeinere Geometrien, die einen *Size effect* zeigen. Das Modell von NIX und GAO, [NIX und GAO 1998], [GAO et al. 1999] beschäftigt sich im Speziellen mit der Beschreibung des *Indentation size effect* für Kegelindenter. Es werden dort mittels eines TAYLOR *hardening* Ansatzes (Kap. 2.1.6) die Auswirkungen der GNDs auf die Härte bei abnehmender Eindringtiefe beschrieben (Abb. 2.10). Für viele Materialien konnte gezeigt werden, dass sie sich entsprechend dieses Modells verhalten<sup>11</sup>. Für eine kritische Diskussion dieser Modelle siehe [EVANS und HUTCHINSON 2008]. Die konstitutiven Gesetze der obigen *Strain gradient plasticity*-Modelle enthalten immer einen Anteil, der die Abhängigkeit der Dichte der SSDs von der plastischen Verzerrung  $\varepsilon_{pl}$  beschreibt, sowie einen Anteil, der die Abhängigkeit der Dichte der GNDs von den vorliegenden Verzerrungsgradienten und von einer Längenskala  $\bar{l}$  beinhaltet. Diese Länge  $\bar{l}$  bringt die Größenabhängigkeit in die Modelle ein. An diesem Punkt sind die Modelle phänomenologischer Natur, da physikalisch in realen Materialien mehr als eine Längenskala existiert. Ein Problem der *Strain gradient plasticity*-Modelle ist deshalb, dass diese Längenskalen keine klaren physikalischen Bedeutungen im Sinne der Versetzungsdynamik haben. Im Einkristall lassen sich jedoch grobe physikalische Interpretationen geben [BACKES et al. 2009]. Die Längenskala bei FLECK und HUTCHINSON beschreibt dort einen mittleren Abstand zwischen Versetzungsbehinderungen, also einen mittleren freien Weg von mobilen Versetzungen. Die

<sup>11</sup>Das bedeutet, sie zeigen die sich aus der Theorie ergebende lineare Abhängigkeit von  $\left(\frac{H}{H_0}\right)^2 = f\left(\frac{1}{h}\right)$  (NIX-GAO-Plot) mit  $H$  als aktueller Härte,  $H_0$  als Härte ohne GNDs und  $h$  als Eindringtiefe. Für spitzenverrundete Kegel gilt dieser lineare Zusammenhang jedoch nicht mehr [QU et al. 2004].

Längenskala von NIX und GAO beschreibt hingegen eine mittlere Versetzungszellgröße, also eine mittlere Größe des Ablagerungsplatzes für mobile Versetzungen. Für das NIX-GAO-Modell sind im Folgenden noch wichtige Erweiterungen gemacht worden, die auch für die eigenen gemessenen Werte von Belang sind. So konnte gezeigt werden, dass das NIX-GAO-Modell auch auf Kugelindenter anwendbar ist, sich der ISE dort jedoch weniger abhängig von der Eindringtiefe, sondern mehr abhängig vom Indenterradius zeigt [SWADENER et al. 2002]. Ebenso konnte das ursprüngliche Modell auf Eindringtiefen im Submikrometerbereich und somit auf größere Anwendungsbereiche in der Nanoindentation erweitert werden [HUANG et al. 2006]. Zusätzlich ist die Abhängigkeit des ISE von der tatsächlichen Größe der Fließzone, die meist über den Kontaktradius hinaus reicht, von Belang [DURST et al. 2005], [ABU-AL-RUB 2007]. Diese Herangehensweise ist auch in der vorliegenden Arbeit Grundlage bei der Betrachtung des ISE (Kap. 8.1).

## ii) Weitere *Size effect*-Mechanismen

Eine weitere Kategorie der echten *Size effect*-Ursachen ist die Behinderung von makroskopischen Fließmechanismen in kleinen Volumen. So konnte schon früh gezeigt werden, dass sehr dünne Nadelkristalle bei Verringerung des Durchmessers eine deutliche Erhöhung der Fließgrenze bis hin zur theoretischen Festigkeit des Kristalls zeigen [BRENNER 1956], [PEARSON et al. 1957]. Dies kann erklärt werden durch das Fehlen von Versetzungen im Kristall, die sonst die Aktivierungsenergie von Gleitebenen erheblich vermindern. Auch bei Eindringversuchen im unteren Nanometerbereich konnte mittels *Molecular dynamics*-Simulationen und Experimenten gezeigt werden, dass das Fehlen von Versetzungen zu einer höheren Fließspannung führt [LODES et al. 2011]. Aber auch beim Vorhandensein von Versetzungen werden makroskopische Fließmechanismen in kleinen Volumen durch die äußere und innere Geometrie behindert. So können Versetzungsquellen nicht wie in großen Kristallen wirken. Zum Beispiel ist die FRANK-READ-Quelle (Abb. 2.7) meist mehrere hundert Nanometer lang und kann dementsprechend in kleinen Volumen nicht in der selben Art und Weise wie im makroskopischen Bereich aktiviert werden. Sie kann also nicht adäquat zum Fließprozess beitragen und Prozesse mit höheren Aktivierungsenergien müssen aktiviert werden. Aber auch allein die Einschränkung der freien Weglänge von Versetzungen kann in sehr kleinen Dimensionen zu einer Erhöhung der Festigkeit führen. Für sehr kleine Eindringtiefen im Bereich von wenigen hundert bis zehn Nanometer spielen Oberflächenenergieeffekte gegenüber den Verzerrungsgradienten eine übergeordnete Rolle [GERBERICH et al. 2002], [ZHANG und XU 2002], da in diesen Dimensionen das Verhältnis von Oberflächenarbeit zu Volumenarbeit wichtig ist. Die Energie, die dort in die Verformung der Oberfläche eingeht, steigt überproportional zur Volumenarbeit an. Dies steht auch im Einklang mit dem beobachteten ISE bei Kugeleindringexperimenten mit kleiner werdenden Radien (Kap. 8). Es existieren also unterschiedliche Abhängigkeiten der Fließprozesse von der Größenskala. Je nach Geometrie, Struktur und Abmessung der Fließzone wirken andere Mechanismen.

## iii) *Size effect* in amorphen Materialien

Auch Gläser zeigen einen *Indentation size effect*, (Abb. 8.2), [LI et al. 2005]. In amorphen Strukturen fällt aber unter anderem die *Strain gradient theory of plasticity* als Erklärungsmodell weg. Der ISE bei Gläsern ist daher durch die diskrete Verteilung von

Scherdeformationszonen zu erklären. Je kleiner das verformte Volumen wird, desto weniger sind solche lokale Formationen in der plastischen Zone vorhanden. Damit ähnelt dieser Mechanismus dem Festigkeitsanstieg in nahezu idealen Kristallen [BRENNER 1956]. Die vorliegenden Messdaten an BMGs zeigen auch einen bei größeren Dimensionen beginnenden Anstieg der Festigkeiten (Abb. 8.1, l.u.). Dies lässt vermuten, dass die Dichte der STZs geringer ist als die Dichte von Versetzungen in Kristallen. Zudem existiert

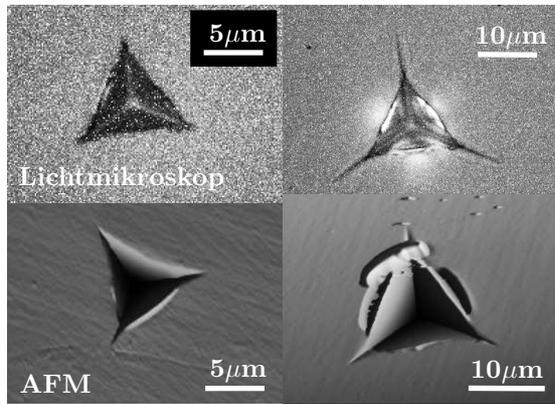


Abb. 2.11: Größenabhängiger Sprödbbruch von  $\text{SiO}_2$  (li.  $F=250\text{mN}$ , re.  $F=1000\text{mN}$ ).

in amorphen Materialien kein Mechanismus zur Vervielfältigung von STZs äquivalent zu Versetzungsquellen in Kristallen. Das könnte diesen Effekt noch verstärken. Auch der weiter oben beschriebene Effekt des *Dynamic mechanical softening* ist dimensionsabhängig. Die Bildung von freiem Volumen durch Deformation ist in größeren Dimensionen ausgeprägter, so dass die Einschränkung dieses Mechanismus in kleinen Dimensionen dort einen Anstieg der Festigkeiten erzeugt [VAN STEENBERGE et al. 2007]. Zusätzlich führen der Einfluss des Verhältnisses von Oberflächenarbeit zu Volumenarbeit sowie

echte Härtegradienten an der Oberfläche natürlich auch bei Gläsern zu einem ISE. Bei den eigenen Messungen zeigt sich zudem ein weiterer Effekt. In einem Bereich von circa unter zehn Mikrometern zeigen Gläser ein eher duktileres Verhalten und lassen sich gut ohne Rissbildung verformen. Oberhalb dieser Größenskala treten Sprödbrüche auf. Dies kann vermutlich auch auf die dort statistisch öfter vorkommenden Netzwerkschwachstellen zurückgeführt werden, die dann als Rissursprung wirken (Abb. 2.11), [JUNG et al. 2004]. Volumendeformation ist dementsprechend ab einer gewissen Größendimension energetisch günstiger als Oberflächenbildung (Risse), wobei auch hier in normale und anormale Gläser (Kap. 2.1.6) unterschieden werden muss [KERMOUCHE et al. 2008].

## 2.2 Messverfahren

### 2.2.1 Nanoindentation

Der Begriff Nano- bzw. Mikroindentation beschreibt registrierende Eindringversuche im unteren Mikrometer- bis Nanometerbereich. Die Kräfte reichen dabei von zwei Newton bis in den Mikronewtonbereich. Die komplette Kraft-Eindring-Kurve wird aufgezeichnet und dient als Grundlage für die Berechnung der Härte, des E-Moduls und der Fließgrenze des Probenmaterials. In der vorliegenden Arbeit werden zwei Eindringkörpergeometrien verwendet (Abb. 2.12). Die Berkovichpyramide<sup>12</sup> ist eine dreiseitige, gleichschenklige Pyramide mit einem Flankenwinkel von  $\gamma=65,3^\circ$ . Wegen ihrer Selbstähnlichkeit erzeugen Berkovichindenter unabhängig von der Kontakttiefe stets das gleiche Verzerrungsfeld (Abb. 2.13) und

<sup>12</sup>Die korrekte Bezeichnung laut [DIN 14577-1 2003] ist modifizierter Berkovichindenter. Die modifizierte Berkovichpyramide besitzt das gleiche projizierte Flächen-Höhen-Verhältnis wie eine Vickerspyramide.

eine repräsentative Verzerrung von  $\approx 7,5\%$  (Kap. 2.1.2). Für die meisten Materialien liegt damit sofort nach Kontakt plastisches Fließen vor. Für die Einbindung der Berkovichgeometrie in analytische Lösungen wird der äquivalente Kegel<sup>13</sup> mit  $\alpha=19,7^\circ$  (Abb. 2.2) verwendet. Im Gegensatz dazu erzeugen Kugeleindringkörper ein von der Eindringtiefe abhängiges Verzerrungsfeld.

Für kleine Eindringtiefen (im Bezug auf den Radius) erzeugen diese sehr kleine Verzerrungen, so dass auch elastischer Kontakt möglich ist. Die verwendeten Kugelindentoren sind Kegel mit einer definierten Spitzenrundung (Abb. 2.12). In der vorliegenden Arbeit werden unterschiedliche Messmodi und Auswerteverfahren verwendet, um die gesuchten Materialparameter  $E$ ,  $H$ ,  $Y$  zu ermitteln. Der E-Modul und die Fließgrenze werden unter anderem über elastische Kugelkontaktexperimente bestimmt. Mittels elastisch-plastischer Eindringexperimente mit Berkovichspitzen wird ebenso  $E$  sowie zusätzlich die Härte ermittelt. Die dazu genutzten Verfahren werden in den nächsten Abschnitten vorgestellt. Die Berkovichexperimente dienen zusätzlich als Grundlage für die *Expanding cavity*-Modelle (Kap. 2.1.4) und für das Konzept des effektiv geformten Indenters (Kap. 4). Die Querkontraktionszahl sowie die elastischen Konstanten des Indentermaterials werden aus Tabellenwerten übernommen. Die Reibung wird vernachlässigt.

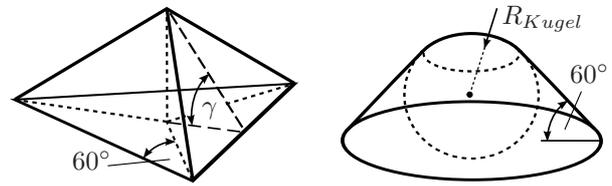


Abb. 2.12: Verwendete Stempelgeometrien: Berkovichpyramide und Kugelindenter.

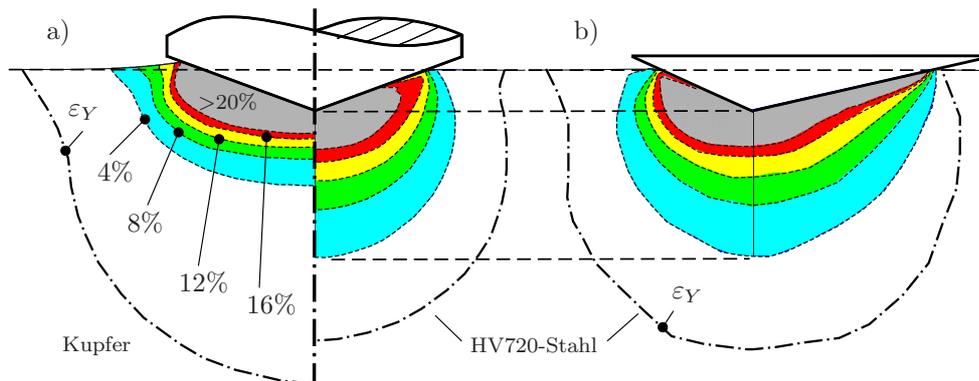


Abb. 2.13: von-MISES-Verzerrungsfeld (FEM): a) äquivalenter Kegel (links: Kupfer, rechts: HV720 Stahl), b) Symmetrieebene einer Berkovichpyramide (HV720 Stahl).

### Das Verfahren nach OLIVER und PHARR zur Bestimmung von $E$ und $H$

Das Verfahren nach OLIVER und PHARR stellt das am weitesten verbreitete Verfahren zur Auswertung von Nanoindentationsexperimenten mit verschiedenen Indentergeometrien dar [OLIVER und PHARR 1992], [OLIVER und PHARR 2004]. Es wird in der vorliegenden Arbeit zur Auswertung der elastisch-plastischen Eindringkurven aus Experimenten mit Berkovichindentern genutzt und liegt ebenso der Norm [DIN 14577-1 2003] zu Grunde. Die Zielmaterialparameter sind der E-Modul und die Eindringhärte (Kap. 2.1.2). Die Ein-

<sup>13</sup>Der äquivalente Kegel hat eine zur Pyramide äquivalente Kontaktflächen-Kontaktiefen-Funktion. Diese Vereinfachung ist zulässig, da in der Fließzone die höheren Verzerrungen an den Pyramidenkanten fast vollständig gemittelt werden (Abb. 2.13) sowie [CHUDOBA und JENNET 2008].

gangsgrößen sind die maximale Kontaktkraft  $F_{max}$ , die maximale Eindringtiefe  $h_{max}$  und die Kontaktsteifigkeit bei Maximallast  $S$ . Diese werden aus der Kraft-Verschiebungs-Kurve ausgelesen (Abb. 2.14a). Im Folgenden wird die ursprüngliche OLIVER-PHARR-Methode kurz vorgestellt, gefolgt von wichtigen Anpassungen für eine höhere Genauigkeit. Ein guter historischer Abriss der zu Grunde liegenden kontinuumsmechanischen Lösungen ist im Originalartikel [OLIVER und PHARR 1992] gegeben.

### i) Das ursprüngliche Verfahren nach OLIVER und PHARR

Um das OLIVER-PHARR-Verfahren anwenden zu können, müssen einige Voraussetzungen gelten. Es dürfen erstens keine radialen Verschiebungen des Materials auftreten, das

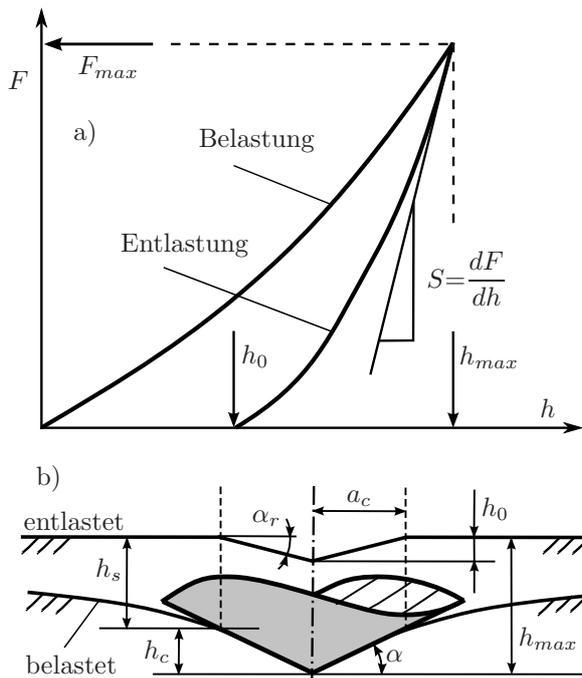


Abb. 2.14: a) Kraft-Eindring-Kurve und b) Be-/Entlastungszustand eines elastisch-plastischen Kegeleindringversuchs.

bedeutet, der Radius des Eindrucks  $a_c$  muss belastet sowie entlastet gleich groß sein (Abb. 2.14b). Zweitens muss die Entlastungskurve vollständig elastisch sein. Dies ist für die meisten Materialien gewährleistet [OLIVER und PHARR 1992]. Drittens muss die Indenterflächenfunktion  $A_c(h_c)$ , also die Funktion der Schnittflächen (bzw. projizierte Kontaktfläche  $A_c$ ) des verwendeten Berkovichstempels in Abhängigkeit vom Abstand von der Spitze (bzw. Kontakttiefe  $h_c$ ), bekannt sein. In der vorliegenden Arbeit wird diese Flächenfunktion über die Messung an verschiedenen gut bekannten Referenzmaterialien ermittelt (Kap. 3.1.1). Ebenso muss als viertes die Gerätesteifigkeit in Abhängigkeit von der aufgebracht Last bekannt sein. Diese Steifigkeitsfunktion wird ebenso aus den Referenzmessungen für die Flächenfunktion ermittelt. Die Indenterelastizität wird über den reduzierten E-Modul Gl. (2.14) in das

Model eingebracht<sup>14</sup>. Zur Auswertung wird die Entlastungskurve über ein Modell des elastischen Kontakts eines beliebigen rotationssymmetrischen Stempels mit glattem Profil beschrieben [SNEDDON 1965], das zu folgendem exponentiellen Ausdruck führt:

$$F = C (h - h_0)^m. \quad (2.15)$$

Die Konstante  $C$  und der sogenannte Entlastungsexponent  $m$  sind Fitparameter, die mittels eines Quadratmittelfits an die experimentelle Kurve ermittelt werden. Analytisch ergibt sich  $m=1$  für einen flachen Stempel,  $m=1,5$  für einen Paraboloiden und  $m=2$  für einen Kegel. Die experimentell ermittelten Werte für ein Berkovichexperiment sind material- und geometrieabhängig und liegen zwischen  $m=1,2$  und  $m=1,6$ . Die Kontaktsteifigkeit  $S$

<sup>14</sup>Dieses auf HERTZ basierende Verfahren ist gültig für den Kontakt zweier Paraboloiden. Ob der reduzierte E-Modul für Pyramidengeometrien zulässig ist, kann im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden.

bei maximaler Last wird über die Differenzierung von Gl. (2.15) bei  $h=h_{max}$  mit Korrektur der Gerätesteifigkeit bestimmt. Die ermittelte Kontaktsteifigkeit  $S$  ist über

$$S = \frac{dF}{dh} = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E^* \sqrt{A_c} \quad (2.16)$$

mit dem reduzierten E-Modul  $E^*$  verknüpft [BULYCHEV et al. 1975]. Dieser Zusammenhang gilt ebenso für alle rotationssymmetrischen Stempel mit einem glatten Profil. Der Faktor  $\beta$  ist ein Geometrieparameter und ist laut [DIN 14577-1 2003] gleich eins zu setzen<sup>15</sup>. Die fehlende Größe in Gl. (2.16) ist die projizierte Kontaktfläche  $A_c$ . Diese wird über die Indenterflächenfunktion  $A_c(h_c)$  ermittelt. Dazu wird die notwendige Kontakttiefe  $h_c$  über die Kontaktlösung von SNEDDON [SNEDDON 1965]:

$$h_c = h_{max} - h_s = h_{max} - \epsilon \frac{F_{max}}{S} \quad (2.17)$$

bestimmt, wobei  $h_s$  die elastische Verschiebung des Halbraumes darstellt (Abb. 2.14b). Der Faktor  $\epsilon$  wird hier vorerst für Kegellindenter zu 0,75 gewählt. Damit sind alle unbekannt GröÙen bestimmt und der E-Modul  $E_{IT}$  (Gl. (2.16)) sowie die Härte  $H_{IT}$  (Gl. (2.8)) können ermittelt werden. Andere Auswerteverfahren für Nanoindentationsmessungen nutzen zum Beispiel die Anteile der geleisteten Arbeiten (Abb. 2.2), [FISCHER-CRIPPS 2000a], [MALZBENDER und WITH 2002]. Zudem gibt es Verfahren, die mittels der Phasenverschiebung einer überlagerten Schwingung die Kontaktsteifigkeit bestimmen (CSM-Methode). Diese Vorgehensweisen sind jedoch für die vorliegende Arbeit nicht von Belang.

## ii) Modifizierungen des Verfahrens nach OLIVER und PHARR

Das Verfahren nach OLIVER und PHARR hat einige modellbedingte Ungenauigkeiten, die aber teilweise korrigiert werden können [TROYON und HUANG 2005], [SHU et al. 2007]. Die ausschlaggebenden Korrekturen in der vorliegenden Arbeit basieren, aufgrund deren vorhandenen Implementierung, auf [CHUDOBA und JENNET 2008]. Als erstes wird der Faktor  $\epsilon$  aus Gl. (2.17) nicht mehr als konstant angenommen. Es existiert ein Zusammenhang  $\epsilon(m)$  mit dem Entlastungsexponenten, der hier genutzt wird, um das  $\epsilon$  problembezogen zu ermitteln. Des Weiteren existiert entgegen der ursprünglichen Annahmen bei Belastung eines Halbraumes mit einem Stempel eine laterale Verschiebungskomponente. Bei Belastung wird das Material nicht nur nach unten verformt, sondern auch in Richtung Indenterspitze gezogen. Das bedeutet, ein Punkt am Kontaktrand des belasteten Experiments liegt nach Entlasten um die radiale Verschiebungskomponente  $u_r$  weiter außen. Dies hat Auswirkungen auf die Kontaktfläche, sowohl bei der Auswertung eines Experiments, als auch bei der Erstellung der Flächenfunktion. Es sollte dementsprechend immer in beiden Fällen (Erstellen der Flächenfunktion und Auswertung der Daten) diese Korrektur angewandt werden. Dies ist in der vorliegenden Arbeit der Fall.  $u_r$  ist vor allem für hochelastische Materialien von Einfluss und kann dort bis zu 6% vom Kontaktradius betragen. Ein weiterer Einfluss auf die Kontaktfläche ist das bei duktilen Materialien auftretende Hochfließen des Probenmaterials am Indenter, das so genannte *Pile up* (Abb. 2.13a, links). Dies vergrößert die Kontaktfläche teils bis zu 50% und führt dementsprechend zu großen Fehlern im E-Modul

<sup>15</sup> $\beta$  trägt dem Unterschied zwischen äquivalentem Kegel und Pyramide Rechnung. Die Abweichungen sind jedoch so gering, dass in dieser Arbeit  $\beta=1$  gesetzt wird [CHUDOBA und JENNET 2008].

und in der Härte. Detailliert wird sich in [BOLSHAKOV und PHARR 1998] mit dem Einfluss des *Pile up* auseinandergesetzt. Das *Pile up* kann nicht direkt über die Kraft-Eindring-Kurve bestimmt werden. Entweder ist ein Referenzwert für den E-Modul vorhanden oder, wie in der vorliegenden Arbeit, das *Pile up* wird über einen Oberflächenscan mittels AFM (Kap. 2.2.4) direkt gemessen und korrigiert (Kap. 3.1.1).

### E-Modulbestimmung mittels elastischer Kugelkontaktexperimente

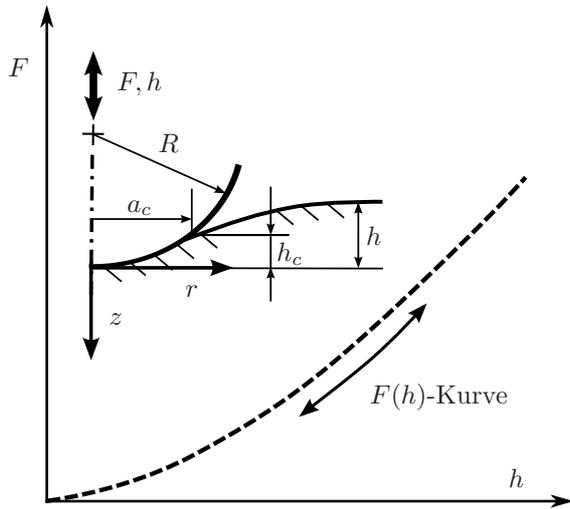


Abb. 2.15: Elastischer Kugelkontakt.

Zur Beschreibung des elastischen Kugelkontakts (Abb. 2.15) wird die HERTZsche Kontakttheorie herangezogen [HERTZ 1881], [FISCHER-CRIPPS 2000b]. Als Voraussetzung wird angenommen, dass ein reibungsfreier Kontakt vorliegt. Die Kugelgeometrie wird mittels eines Paraboloiden angenähert. Damit dies gültig ist, muss der Kontaktradius  $a_c$  sehr viel kleiner sein als der Kugelradius  $R$ . Das ist für die vorliegenden Experimente der Fall. Des Weiteren muss, äquivalent zu den Berkovicheindringexperimenten, die Funktion der Gerätesteifigkeit von der aufgebracht Last  $F$  bekannt sein. Da der Radius der verwendeten Kugelspitzen nicht konstant über

der Eindringtiefe  $h$  ist, muss vor den eigentlichen Messungen auch eine Radiusfunktion  $R(h)$  bestimmt werden. Diese Radius- und Steifigkeitsfunktionen werden analog zu den plastischen Messungen über Eindringversuche in Referenzmaterialien ermittelt (Kap. 3.1). Die HERTZsche Kontaktdruckverteilung (Abb. 2.16b) lautet:

$$\sigma_{zz}(r, z = 0) \sim \sqrt{a_c^2 - r^2}, \forall r \leq a_c; \quad \sigma_{zz}(r, z = 0) = 0, \forall r > a_c. \quad (2.18)$$

Die Oberflächenverschiebung  $u_z(r, z = 0)$  ergibt sich aus den Verschiebungen des Indenters und der Probe  $u_z^I(r)$ ,  $u_z^P(r)$  zu (siehe auch [SCHWARZER 2006]):

$$u_z(r, z = 0) = u_z^I(r) + u_z^P(r) = h - \frac{r^2}{2R}, \forall r \leq a_c. \quad (2.19)$$

Die Kraft-Eindring-Kurve (damit auch  $R(F, h)$ ) und der Kontaktradius lassen sich nun zu

$$F = \frac{4}{3} E^* \sqrt{R} \sqrt{h^3}; \quad a_c^3 = \frac{3FR}{4E^*} \quad (2.20)$$

bestimmen. Bei elastischem Kugelkontakt ergibt sich zudem  $h_c = 0,5h$ . Da die elastische Verformung vollständig reversibel ist, müssen der Be- und Entlastungszeitpunkt übereinander liegen (Abb. 2.15). Die über die Gerätesteifigkeit korrigierte experimentell bestimmte Kraft-Eindring-Kurve wird nun unter Beachtung des aktuellen Kugelradius  $R(h)$  an die analytische Kurve angepasst. Der freie Fitparameter ist der reduzierte E-Modul  $E^*$ , Gl. (2.14). Bei Kenntnis der elastischen Konstanten der Kugel und der Querkontraktionszahl der Probe lässt sich damit der E-Modul der Probe  $E_K$  bestimmen.

## Fließspannungsbestimmung mittels *loading partial unloading*, LPU

Die Fließspannung kann über Kugeleindringexperimente mit dem *Loading partial unloading*-Verfahren (LPU) [CHUDOBA et al. 1999], [CHUDOBA et al. 2002] bestimmt werden. Dabei wird zyklisch ein Kugelindenter mit ansteigenden Kräften be- und teilentlastet und damit die Verzerrung in der Probe schrittweise erhöht (Abb. 2.16a). Die Maxima der Belastungen und die Minima der Entlastungen werden aufgezeichnet. So lang der Kontakt elastisch ist, liegen diese Punkte auf einer Linie. Bei einer bestimmten kritischen Last  $F_{krit}^{LPU}$  beginnt das Material sich plastisch zu verformen. Dieses Fließen erzeugt Zugeigenspannungen in der Probe, die die Oberfläche nach unten ziehen. Das bewirkt eine Abspaltung der Belastungsvon der Entlastungskurve (Abb. 2.16a). Über die genaue Bestimmung des Abspaltungspunktes lässt sich  $F_{krit}^{LPU}$  für den Beginn der Abweichung von rein elastischem Verhalten bestimmen. Für  $F_{krit}^{LPU}$  selbst wird noch rein elastisch verspanntes Material angenommen.

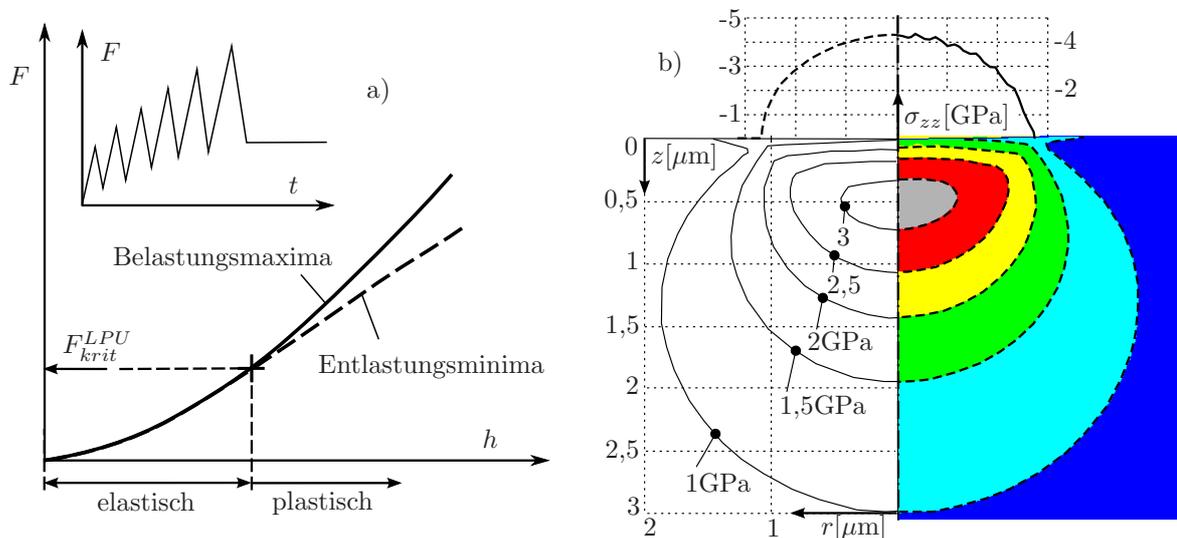


Abb. 2.16: a) *loading partial unloading*; b)  $\sigma_{VM}$ -Feld eines elastischen Kugelkontaktes:  $E_{Indenter}=1140\text{GPa}$ ,  $\nu_{Indenter}=0,07$ ,  $R=30\mu\text{m}$ ,  $E=210\text{GPa}$ ,  $\nu=0,3$ ,  $F=10\text{mN}$ ,  $a_c \approx 1,1\mu\text{m}$  (links *Elastica*, rechts FEM).

Zur Bestimmung der Fließspannung wird die vollständige Spannungs-Verzerrungs-Lösung eines elastischen Kugelkontaktes (Abb. 2.16b), [HANSON und JOHNSON 1993], aufbauend auf der Anwendung der Potentialtheorie in der Mechanik [FABRIKANT 1989], verwendet. Eine Erweiterung dieser Lösung auf geschichtete Halbräume ist mit der *Image load*-Methode gegeben [SCHWARZER et al. 1999]. Diese Lösung wurde bereits in der Software *Elastica* ([www.asmec.de](http://www.asmec.de)) implementiert (Abb. 2.16b). Damit ist es möglich, der kritischen Last  $F_{krit}^{LPU}$  verschiedene Spannungskomponenten zuzuordnen. In der vorliegenden Arbeit wird das räumliche Maximum der VON-MISES-Spannung, Gl. (2.6), bei  $F_{krit}^{LPU}$  (unter Verwendung des aktuellen Radius  $R(h_c)$ ) als Fließspannung  $Y_{LPU}$  interpretiert. Weitere Spannungskomponenten, wie der hydrostatische Druck, sind ebenso zugänglich. Eingeschränkt werden die elastischen Kugelmessungen jedoch dadurch, dass elastischer Kontakt in einem gerätetechnisch zugänglichen Kräftebereich vorliegen muss. Dies ist für vollplastische Materialien ( $E/Y > 120$ ) mit der zur Verfügung stehenden Labortechnik nicht mehr gewährleistet. Zudem ist das Verfahren empfindlich auf zu große Oberflächenrauheiten.

### 2.2.2 *Surface acoustic waves, SAWs*

Schallwellenausbreitung in Festkörpern ist ein elastisches Phänomen. Die E-Modulmessung auf Basis von laserinduzierten akustischen Oberflächenwellen (*surface acoustic wave*, SAW) nutzt dabei die Abhängigkeit der Schallgeschwindigkeit von der Massendichte  $\rho$  und den elastischen Eigenschaften eines Materials. Dazu wird ein gepulster Stickstofflaser auf die Probenoberfläche fokussiert und induziert dort durch lokale, kurzzeitige thermische Ausdehnung eine Spannungsänderung, die sich dann als Schallwelle an der Oberfläche ausbreitet. Die erzeugten Frequenzen reichen dabei bis in den hohen MHz-Bereich. Die Amplituden der Wellen sind an der Oberfläche am größten und nehmen ins Probeninnere exponentiell ab. In wenigen Millimetern Abstand zum Laserfokuspunkt wird mittels einer punktförmig an die Oberfläche gedrückten Piezofolie die Laufzeit der Welle gemessen. Damit ist die Phasengeschwindigkeit  $c$  der Welle bekannt. Für ein homogenes und isotropes Material ergibt sich mit diesem  $c$ ,  $\rho$  und der Querkontraktionszahl  $\nu$  der E-Modul zu:

$$E_{SAW} = \frac{2\rho c^2(1 + \nu)^3}{(0,87 + 1,12\nu)^2} . \quad (2.21)$$

Für detailliertere Angaben siehe [SCHNEIDER und SCHULTRICH 1996]. Auch die Vermessung von Oberflächengradienten und dünnen Schichten ist mittels SAWs möglich. Die Phasengeschwindigkeit zeigt dann eine Abhängigkeit von der Frequenz  $f$  (Dispersion). Dies hat seine Ursache in der Frequenzabhängigkeit der Eindringtiefen der Schwingungsamplituden. Je höher die Frequenz wird, desto näher an der Oberfläche liegt der Hauptanteil der Amplituden. Über die Abhängigkeit der Phasengeschwindigkeit von der Frequenz  $c(f)$  kann somit eine tiefenaufgelöste Messung der elastischen Konstanten realisiert werden. Alternativ kann die Funktion  $c(f)$  bis zur Oberfläche extrapoliert werden, um einen E-Modulwert für das Oberflächenniveau zu erhalten. Die Annäherungsgrenze an die Oberfläche ist nach [SCHNEIDER und SCHULTRICH 1996] mit circa 100nm angegeben. In [CHUDOBA et al. 2004] wird aber auch von SAWs-Messungen an 4nm dünnen Schichten berichtet. Die E-Modulmessung mit dem SAWs-Verfahren ist für alle Materialien zugänglich, sobald sich die Energie des Laserpulses in die Oberfläche einkoppeln lässt. Bei transparenten Proben muss daher vorher eine wenige Nanometer dünne Metallschicht aufgebracht werden. Zudem dürfen die Materialien keine starke innere Dämpfung besitzen (z.B. Polymere), da sich die Wellen dann nicht ausreichend weit detektieren lassen. Das Verfahren ist, im Gegensatz zu elastischen Kugelmessungen, unabhängig vom Parameter  $E/Y$  und im Gegensatz zu elastisch-plastischen Messungen mit Berkovichspitzen ebenso unabhängig vom *Pile up*-Effekt. Es ist zudem sehr genau und wird deshalb in der vorliegenden Arbeit als Referenzverfahren zur E-Modulbestimmung verwendet.

### 2.2.3 **Minidruckversuche**

Zur Bestimmung der Spannungs-Verzerrungs-Kurven der untersuchten Materialien wurden einachsige Druckexperimente durchgeführt [ASHBY und JONES 2006]. Die Probengeometrien wurden dabei im Millimeterbereich gewählt (Abb. 2.17). Um die mechanische Belastung bei der Herstellung so gering wie möglich zu halten, wurden die Proben per Senkerodieren präpariert. Die Druckproben sind Zylinder mit einem Höhen zu Durchmesser

Verhältnis von eins, wobei die Durchmesser im Bereich von 1mm bis 6mm variieren. Im Versuch wurden diese zwischen zwei parallelen, sehr steifen Kontaktflächen (Hartmetall oder Saphir) mit geringen Geschwindigkeiten quasistatisch gestaucht. Die Längenänderung  $\Delta l$  wurde mittels eines parallel angebrachten Wegsensors aufgenommen. Mit bekannter Ausgangsgeometrie und gemessener Kraft-Verschiebungs-Kurve ( $F, \Delta l$ ) kann so der einachsige Spannungs-Verzerrungs-Zusammenhang der untersuchten Materialien ermittelt werden. Unterschieden wird in den technischen und in den wahren Spannungs-Verzerrungs-Verlauf. Die technische Verzerrung bezieht sich auf die Ausgangskonfiguration  $l_0$  und ergibt sich zu  $\varepsilon_t = \Delta l/l_0$ . Die wahre Verzerrung (auch logarithmische bzw. HENCKY-Verzerrung) bezieht sich auf die Momentankonfiguration mit der aktuellen Länge  $l$ . Damit ergibt sich  $d\varepsilon_w = dl/l$  und nach Integration  $\varepsilon_w = \ln(l/l_0)$ . Mit der aktuellen Länge  $l = l_0 - \Delta l$  bei Druckbelastung ergibt sich folgende Formulierung für die wahren Verzerrungen:

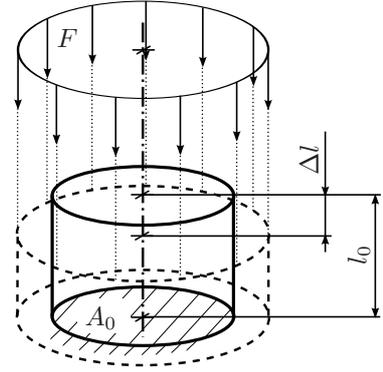


Abb. 2.17: Druckprobe,  $l_0/d_0 \approx 1$ .

$$\varepsilon_w = \ln(1 - \varepsilon_t) . \quad (2.22)$$

Die technische Spannung bezieht sich ebenso auf die Ausgangskonfiguration und damit auf den unbelasteten Querschnitt  $A_0$ :  $\sigma_t = F/A_0$ . Die wahre Spannung bezieht sich wiederum auf die Momentankonfiguration mit der aktuellen Querschnittsfläche  $A$ :  $\sigma_w = F/A$ . Die Fläche  $A$  wird über die Voraussetzung von Volumenkonstanz ( $\nu=0,5$ ) in der plastischen Deformationszone zu  $A = A_0(l_0/l)$  bestimmt. Damit und mit  $l = l_0 - \Delta l$  ergibt sich  $\sigma_w$  zu:

$$\sigma_w = \sigma_t(1 - \varepsilon_t) . \quad (2.23)$$

Die obigen Formulierungen für die Spannungen und Verzerrungen gehen dabei, wie in Abb. 2.17 skizziert, von Gleichmaßverzerrung aus. Bei den Druckproben treten aber aufgrund der reibungsbedingt eingeschränkten Beweglichkeit der Kontaktflächen tonnenförmige Verzerrung der Zylindergeometrie auf. Dies führt zu einem überproportionalen Anstieg der wahren  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Kurven, was meist durch einen Nulldurchgang der 2. Ableitung grob bestimmbar ist. Dieses Abweichen tritt aber erst bei sehr großen Verzerrungswerten ein. Oberhalb dieser werden dann die  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Kurven nicht mehr für die weiteren Untersuchungen genutzt. Die bei diesen Versuchen erhaltenen Ergebnisse sollen als Referenzwerte für die mittels Nanoindentation ermittelten Materialparameter genutzt werden. Deshalb wurden zur Überprüfung dieser potentiellen Referenzwerte die ermittelten wahren  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Kurven für ein isotropes Materialmodell in simulierten Nanoindentationsexperimenten (FEM) verwendet. Die über Druckversuche ermittelten Spannungs-Verzerrungs-Kurven erzeugen dabei simulierte Kraft-Verschiebungs-Kurven, die sehr gut auf die dazugehörigen Experimentaldaten passen. Deshalb werden in der vorliegenden Arbeit die Druckexperimente für die Gewinnung von Referenzwerten für das Verfestigungsverhalten  $n$  und für die Fließgrenze  $Y$  herangezogen.  $Y_{DV}$  wird mittels der  $R_{p0,2}$  Grenze, also dem Schnittpunkt der wahren  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Kurve mit einer zur HOOKESchen Gerade parallelen und um  $\varepsilon=0,2\%$  ins Positive verschobenen Gerade, ermittelt. Der Verfestigungsexponent wird über eine Anpassung des Materialmodells, Gl. (2.5), an den wahren  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlauf bestimmt (Abb. 2.18).

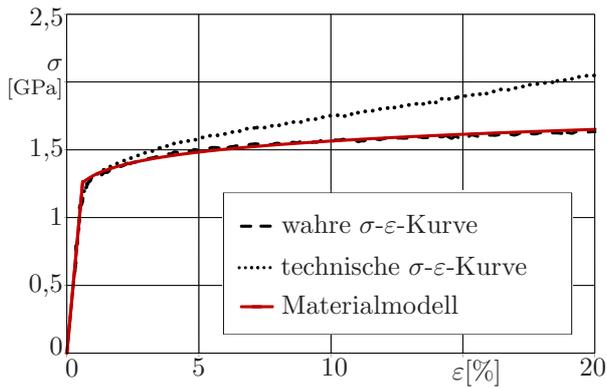


Abb. 2.18: Wahre und technische  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Kurve aus Minidruckversuchen im Vergleich mit dem Materialmodell, HV400-Stahl.

bestimmt. Über einen Fit des Materialmodells an die wahren  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Kurven kann dann  $n_{DV}$  und über  $R_{p0,2}$  die Fließgrenze  $Y_{DV}$  bestimmt werden.

## 2.2.4 Mikroskopische Untersuchungen

Zur Sichtbarmachung der Gefügebilder sowie zur Kontrolle der Nanoindentationseindrücke werden Lichtmikroskope, Rasterelektronenmikroskope (*scanning electron microscope*, SEM, [GOLDSTEIN et al. 2003], [RICHTER 2010]) und Rasterkraftmikroskope (*atomic force microscope*, AFM, [FRITZ 2010], [BINNING et al. 1986], [COLTON et al. 1998]) verwendet. Das AFM wird in der vorliegenden Arbeit zusätzlich zur quantitativen Erfassung des Oberflächenprofils mit dem Ziel der *Pile up*-Bestimmung (Kap. 3.1.1) genutzt. Das AFM ist eines von vielen Rastermikroskoptypen, die die Probe Punkt für Punkt abtasten. Dabei wird die Wechselwirkung zwischen einer Tastspitze und der Probe gemessen. Sehr kleine Tastspitzen (hergestellt aus Silizium mittels Verfahren der Mikroelektronik) führen dabei zu sehr hohen Auflösungen, weit über dem, was mit optischen Mikroskopen möglich ist. Das AFM nutzt dabei die VAN-DER-WAALS-Kräfte und die elektrostatischen Kräfte zwischen den Atomen der Messspitze und der Probenoberfläche. Die Tastspitze ist an einem biegeweichen Federarm (*cantilever*) angebracht. Ein Scanner bewegt den *Cantilever* mittels eines Piezoantriebs über die Oberfläche. Ein auf die Rückseite positionierter Laser wird reflektiert und trifft auf einen Positionsdetektor. Über diesen Aufbau kann die Auslenkung des *Cantilever* bestimmt werden. Für die Bestimmung des quantitativen Oberflächenprofils verfügt das AFM über zwei Betriebsmodi, welche auch beide verwendet wurden. Im Kontaktmodus wird die Messspitze mit einer definierten Kontaktkraft im Nanonewtonbereich mit der Oberfläche in Berührung gebracht. Dabei können über das Piezosignal in  $z$ -Richtung und über die bekannte Federkonstante des *Cantilever* die Profilhöhenwerte der Scanpunkte bestimmt werden. Im dynamischen Modus wird der *Cantilever* mit seiner ersten Eigenschwingform zum Schwingen angeregt. Bei Annäherung an die Oberfläche wird diese Schwingung durch die VAN-DER-WAALS-Kräfte gedämpft, was zu einer Verschiebung der Schwingfrequenz, einer Phasenverschiebung und zu einer Verringerung der Amplitude führt. Dies wird mittels des Laseraufbaus gemessen. Mit diesen Werten und der Federkonstante des *Cantilever* lässt sich ebenso ein quantitatives Bild des Oberflächenprofils erstellen.

### 3 Erweiterte Beschreibung der verwendeten Experimentalverfahren

In diesem Kapitel sollen notwendige, über die Grundlagen aus Kapitel 2.2 hinausgehende Details zur Umsetzung der verwendeten Messverfahren vorgestellt werden.

#### 3.1 Nanoindentation

Alle Eindringexperimente im Rahmen dieser Arbeit werden mit dem *universellen nanomechanischen Tester* (UNAT) der *Asmec GmbH* ([www.asmec.de](http://www.asmec.de)) durchgeführt. Zur Steuerung und Auswertung der Messungen wird die Software *InspectorX*, ebenfalls von der *Asmec GmbH*, verwendet. Bei dem UNAT handelt es sich um ein Gerät, das zwei Messköpfe, je für die normale und die laterale Richtung, besitzt. Für die vorliegende Arbeit wird hauptsächlich die normale Einheit (Abb. 3.1) verwendet, weswegen auf diese näher eingegangen wird. Die eigentliche Indenterspitze sitzt an einer Doppelrahmenkonstruktion, die eine hohe laterale Gerätesteifigkeit sicherstellt sowie eine Abkopplung der Kraft- und Wegmessung von der Krafterzeugung ermöglicht. Die Messkraft wird von einem Piezoaktor erzeugt, welcher einen Messbereich bis maximal 2000mN abdecken kann. Die Wegmessung wird über Differentialtransformatoren (*Linear variable differential transformers*, LDTV) erreicht. Ein erster LDTV-Sensor misst das Wegsignal (Abb. 3.1:b) und ein zweiter bestimmt über die Auslenkung einer kalibrierten Blattfederaufhängung die anliegende Gesamtkraft (Abb. 3.1:a). Die Positionierung der Proben wird über einen in alle drei Achsen verfahrbaren Tisch erreicht. Das Gerät kann über die Software *InspectorX* weg- und kraftgesteuert betrieben werden. Zusätzlich kann in diesen beiden Modi eine *Open loop*-Steuerung, in der nur die Maximalwerte vorgegeben sind oder eine *Closed loop*-Steuerung, in der jeder Zwischenpunkt gezielt angefahren wird, gewählt werden. Für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimente wurde stets die Kraftsteuerung verwendet. Die durch das Grundrauschen bedingte Auflösung des UNAT liegt für die Kraft bei  $\leq 6\mu\text{N}$  und für den Weg bei  $\leq 1\text{nm}$  ([www.asmec.de](http://www.asmec.de)). Der verwendete UNAT ist auf einer aktiv schwingungsgedämpften Grundplatte montiert und thermisch eingehaust. Zusätzlich ist der normale Messkopf mittels einer Ölbaddämpfung beruhigt. Parallel zum normalen Messkopf sind noch ein optisches Mikroskop und ein AFM integriert. Die Gerätezelle wurde

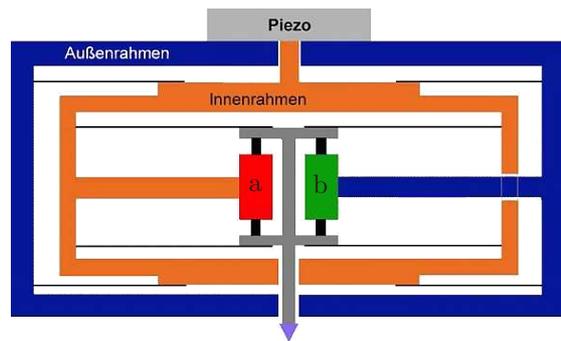


Abb. 3.1: Normaler UNAT-Messkopf: a) LVDT-Sensor zur Kraftmessung über Federauslenkung, b) LVDT-Sensor zur Wegmessung ([www.asmec.de](http://www.asmec.de)).

für die Experimente nicht speziell klimatisiert, so dass alle Experimente bei Raumbedingungen durchgeführt wurden. Die Querkontraktionszahlen für die untersuchten Materialien werden aus Tabellenwerten übernommen. Die Haftreibungskoeffizienten zwischen dem Indentermaterial Diamant und den verschiedenen untersuchten Materialien werden mittels lateraler Verschiebung normal belasteter Kugelexperimente bestimmt und ergeben sich zu  $0,02 < \mu < 0,04$ . Sie sind demnach vernachlässigbar klein. Die Proben werden mittels mechanischem Polieren (materialografisches Labor der Professur Verbundwerkstoffe der TU Chemnitz) auf Oberflächenrauheitswerte von  $R_a < 5nm$  gebracht und anschließend mittels AFM-Messungen überprüft.

### 3.1.1 Registrierende Härtemessung mit Pyramidenspitzen

#### Messablauf und Korrekturen an den Messkurven

Für die Messungen mit Berkovichspitzen werden zur Beurteilung der Größendimensionsabhängigkeit (Kap. 2.1.7) Reihen mit den Kräften 2,5/5/10/25/50/100/250/500/1000mN

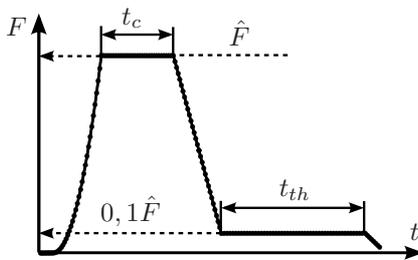


Abb. 3.2: F-t-Belastungszyklus.

aufgenommen. Für jede Last werden 10 Einzelmessungen im *Closed loop*-Modus durchgeführt. Der Kraft-Zeit-Verlauf einer Einzelmessung ist in Abb. 3.2 dargestellt. Im Belastungszeitweig wird die Kraft parabolförmig aufgebracht, bis die gewählte Maximallast  $\hat{F}$  erreicht ist. Danach wird eine Kriechzeit  $t_c = 30s$  zur Minderung des Kriecheinflusses auf die Entlastungskurve bei  $\hat{F}$  eingefügt. Nach der linearen Entlastung wird eine Haltezeit von  $t_{th} = 60s$  bei  $0,1\hat{F}$  angefügt, um die thermische Driftrate zu ermitteln. Das vollständig durchlaufene Messprogramm erzeugt auswertbare elastisch-plastische Kraft-Eindring-Kurven analog zur exemplarischen Darstellung in Abb. 2.14. Die Be- und Entlastungsraten wurden in Vorversuchen in sinnvollen Bereichen variiert und es konnte dabei kein Einfluss auf die zu ermittelnden Materialparameter festgestellt werden. Eine wichtige Korrektur an Nanoindentationsdaten ist die Bestimmung des Nullpunktes der Kraft-Verschiebungs-Kurve, da bei den vorliegenden kleinen Kräften der Übergang zum Kontakt nicht sprunghaft ist. Dazu wird der untere Teil der Belastungskurve, bei dem schon nachweislich Kontakt vorliegt, mittels einer quadratischen Funktion oder der HERTZschen Kontaktgleichung beschrieben und mittels dieser Funktionen dann der Verlauf bis zum Nullpunkt extrapoliert. Die Entscheidung für eine der beiden Fitfunktionen wird entsprechend der Messdaten getroffen. So passt für stark spitzenverrundete Indenter der HERTZsche Fit und für spitze Indenter der quadratische Fit besser. Ein weiterer Einfluss ist die thermische Drift des gesamten Geräteaufbaus, die zu teils erheblichen Wegsignalen bei konstant gehaltener Kraft führt. Um dies zu korrigieren, wird nach dem eigentlichen Experiment eine Haltezeit von  $t_{th} = 60s$  bei  $0,1\hat{F}$  eingefügt und dort das Wegsignal gemessen (Abb. 3.2). Eine lineare Approximation dieses Weg-Zeit-Signals wird als mittlere thermische Driftrate definiert. Es wird angenommen, dass diese auf das zeitlich vorher durchgeführte Experiment extrapolierbar ist. Damit dies annähernd der Fall ist, wird nach dem Schließen der thermischen Zelle des UNAT mindestens eine halbe Stunde gewartet, bis mit den Messungen begonnen wird. Zusätzlich zu den

auswertbare elastisch-plastische Kraft-Eindring-Kurven analog zur exemplarischen Darstellung in Abb. 2.14. Die Be- und Entlastungsraten wurden in Vorversuchen in sinnvollen Bereichen variiert und es konnte dabei kein Einfluss auf die zu ermittelnden Materialparameter festgestellt werden. Eine wichtige Korrektur an Nanoindentationsdaten ist die Bestimmung des Nullpunktes der Kraft-Verschiebungs-Kurve, da bei den vorliegenden kleinen Kräften der Übergang zum Kontakt nicht sprunghaft ist. Dazu wird der untere Teil der Belastungskurve, bei dem schon nachweislich Kontakt vorliegt, mittels einer quadratischen Funktion oder der HERTZschen Kontaktgleichung beschrieben und mittels dieser Funktionen dann der Verlauf bis zum Nullpunkt extrapoliert. Die Entscheidung für eine der beiden Fitfunktionen wird entsprechend der Messdaten getroffen. So passt für stark spitzenverrundete Indenter der HERTZsche Fit und für spitze Indenter der quadratische Fit besser. Ein weiterer Einfluss ist die thermische Drift des gesamten Geräteaufbaus, die zu teils erheblichen Wegsignalen bei konstant gehaltener Kraft führt. Um dies zu korrigieren, wird nach dem eigentlichen Experiment eine Haltezeit von  $t_{th} = 60s$  bei  $0,1\hat{F}$  eingefügt und dort das Wegsignal gemessen (Abb. 3.2). Eine lineare Approximation dieses Weg-Zeit-Signals wird als mittlere thermische Driftrate definiert. Es wird angenommen, dass diese auf das zeitlich vorher durchgeführte Experiment extrapolierbar ist. Damit dies annähernd der Fall ist, wird nach dem Schließen der thermischen Zelle des UNAT mindestens eine halbe Stunde gewartet, bis mit den Messungen begonnen wird. Zusätzlich zu den

beiden schon beschriebenen Korrekturen muss der Einfluss des Kriechens beachtet werden [CHUDOBA und RICHTER 2001]. Plastisches Kriechen klingt meist wenige Sekunden nach Erreichen der Maximallast ab. Im Besonderen für sehr weiche Metalle und Polymere kann diese Zeit jedoch deutlich über der gewählten Haltezeit von  $t_c = 30s$  (Abb. 3.2) liegen. Das bedeutet, dort müssten eigentlich materialangepasste längere Haltezeiten eingefügt werden [CHUDOBA und RICHTER 2001]. Experimentell zeigt sich jedoch bei den eigenen Messung nur ein geringer Einfluss des Kriechens. Zum Beispiel ergibt sich bei der Auswertung der Entlastungskurve (Kap. 2.2.1) von Aluminium(100) eine gute Übereinstimmung zwischen den Werten des E-Moduls aus der Nanoindentation und aus SAW-Messungen (Kap. 2.2.2) für  $t_c = 30s$ .

### Bestimmung des *Pile up*-Korrekturfaktors $PUF$

Bei duktilen Materialien erhöht das Hochfließen von Material am Indenter (*pile up*) die Kontaktfläche (Abb. 3.3). In das OLIVER-PHARR-Verfahren, Gl. (2.15-2.17), geht jedoch  $A_c(h_c)$  ohne Beachtung dieses Hochfließens ein. Damit wird die Bestimmung der Härte und des E-Moduls verfälscht [BOLSHAKOV und PHARR 1998]. Der  $PUF$  soll die Kontaktfläche mit  $A'_c = PUF \cdot A_c$  so korrigieren, dass für  $A'_c$  der *Pile up*-Einfluss kompensiert wird.

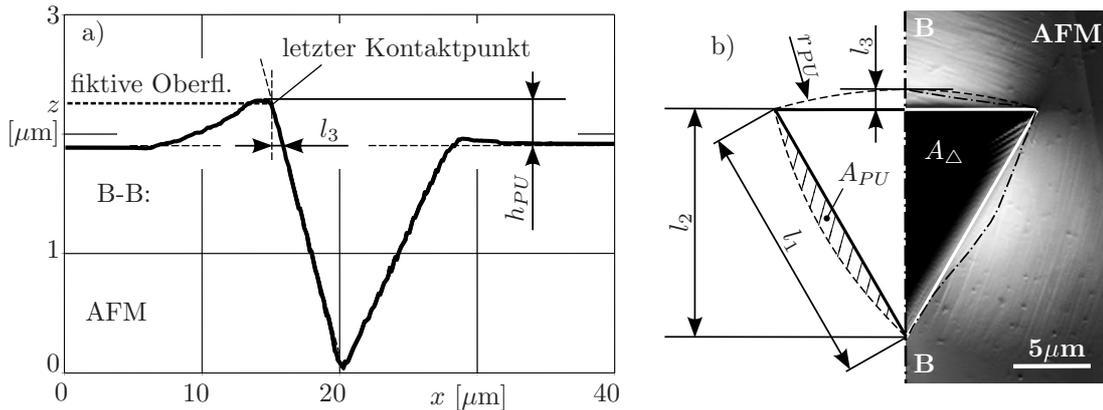


Abb. 3.3: *Pile up*-Geometrie eines Berkovicheindrucks (Kupfer, 100mN): a) Symmetrieebene im Schnitt und b) Draufsicht (Skizze und AFM-Scan).

In der vorliegenden Arbeit wird die *Pile up*-Korrektur über eine Erfassung der Geometrie des entlasteten Berkovicheindrucks mittels AFM vorgenommen. Dazu werden pro Last je zwei repräsentative Eindrücke vermessen, so dass für die *Pile up*-Geometrie ein Mittelwert aus sechs vermessenen Flanken zu Verfügung steht (Abb. 3.3b, rechts). Die ermittelten Größen sind die Kantenlänge des *pile up*-freien Eindrucksdreiecks  $l_1$ , dessen Höhe  $l_2$  sowie der Abstand des letzten Indenterberührungspunktes vom *pile up*-freien Eindrucksdreieck in dessen Symmetrieebene  $l_3$ . Die Längen  $l_1, l_2$  werden aus der Draufsicht (Abb. 3.3b) und die Länge  $l_3$  aus dem Schnitt durch die Symmetrieebene (Abb. 3.3a) bestimmt. Als erste geometrische Näherung der zusätzlichen Kontaktfläche pro Flanke,  $A_{PU}$ , wird ein Kreissegment mit dem Kreisradius  $r_{PU}$  und dem Kreisabschnittswinkel  $\alpha_{PU}$  angenommen. Mit  $l_{1,2,3}$  lässt sich die Kreissegmentgeometrie für die geometrische *Pile up*-Korrektur zu:

$$r_{PU} = \frac{4l_3^2 + l_1^2}{8l_3}; \quad \alpha_{PU} = 4 \arctan\left(\frac{2l_3}{l_1}\right) \quad (3.1)$$

bestimmen. Die Flächen des Kreissegments und des *pile up*-freien Eindruckdreiecks sind:

$$A_{PU} = \frac{r_{PU}^2}{2} (\alpha_{PU} - \sin(\alpha_{PU})); \quad A_{\Delta} = \frac{l_1^2}{4 \tan(\pi/3)}. \quad (3.2)$$

Um den *Pile up*-Korrekturfaktor auf eine breitere Datenbasis zu stellen, wird  $l_1$  in Gl. (3.1) und (3.2) zusätzlich über  $l_2$  mit  $l_1 = (2l_2)/(\tan(\pi/3))$  bestimmt. Damit besteht der Mittelwert des geometrischen *PUF* pro Lastserie aus 18 Messwerten. Bevor der *PUF* aus den nun zur Verfügung stehenden Flächen bestimmt werden kann, müssen noch zwei Korrekturen eingebracht werden. Zum einen hat die echte *Pile up*-Geometrie eine kleinere Kontaktfläche als über das Kreissegment angenommen (Abb. 3.3b). Dazu wurde die reale Kontaktfläche sorgfältig an mehreren Eindrücken in weiche Materialien (hohe  $E/Y$ -Verhältnisse) ausgelesen und es ergibt sich dort ein geometrischer Flächenkorrekturfaktor  $K_{geom} = A_{PU, Kreissegment}/A_{PU, real}$  von ungefähr 1,5. Dieser ist materialabhängig und verkleinert sich für kleiner werdende  $E/Y$ . Das bedeutet, für kleinere  $E/Y$  ist die Kreissegmentgeometrie angemessener. Zum anderen geht die rein geometrische Bestimmung des *PUF* von einer

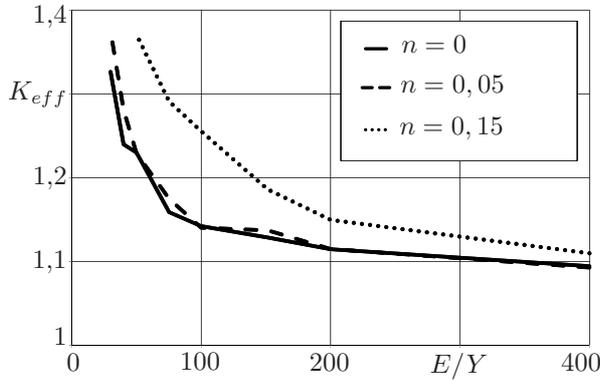


Abb. 3.4: *PUF*-Korrekturfaktor  $K_{eff}$  aus simulierten Kegeleindringversuchen für verschiedene Verfestigungsexponenten  $n$ .

bestimmt werden. Über eine FEM-Parametervariationsreihe an Kegeleindringversuchen (Kap. 5) konnte  $K_{eff}$  eingegrenzt werden (Abb. 3.4). In einem für reale Materialien üblichen Bereich des Verfestigungsverhaltens ( $n \approx 0,05 - 0,15$ ) nimmt  $K_{eff}$  von  $\approx 1,1$  bei  $E/Y = 400$  auf  $\approx 1,3$  bei  $E/Y = 60$  zu. Bei noch niedrigeren  $E/Y$  steigt  $K_{eff}$  dann stark an, was bedeutet, das geometrische *Pile up* verliert dort an Bedeutung. Die korrigierte Kontaktfläche  $A'_c$  für das OLIVER-PHARR-Verfahren ergibt sich jetzt mit den beiden Korrekturen zu:

$$A'_c = PUF \cdot A_c; \quad PUF = \frac{(3A_{PU}/K_{geom}) + A_{\Delta}}{A_{\Delta}} \cdot \frac{1}{K_{eff}}. \quad (3.3)$$

Der Verlauf von  $PUF(K_{geom})$  und  $PUF(K_{eff})$  ist über  $E/Y$  gegenläufig, so dass in einem begrenzten  $E/Y$ -Bereich eine konstante Korrektur denkbar ist. Aufgrund der Kenntnis der E-Moduln der untersuchten Materialien wurden die Korrekturfaktoren zu  $K_{geom}=1,5$  und  $K_{eff}=1$  gewählt, da damit die Ergebnisse für  $E$  gut übereinstimmen. Dieser Wahl liegt die Annahme zu Grunde, dass  $K_{eff}$  die Änderung von  $K_{geom}$  über  $E/Y$  zumindest grob kompensiert. Das *Pile up* wurde nur für Materialien mit  $E/Y > 60$  korrigiert. Härtere Materialien zeigen zwar auch *Pile up*, dieses hat aber kaum Einfluss, da dort das geometrische

*Pile up* bedeutungslos gegenüber dem effektiven wird ( $K_{eff} \rightarrow \infty$ , Abb. 3.4) und  $PUF=1$  die besseren Werte liefert. Allgemein lässt sich sagen, dass je niedriger  $E/Y$  und je größer der Verfestigungsexponent  $n$  wird, das *Pile up* und dessen Einfluss zurückgeht.

### Indenterflächen- und Maschinensteifigkeitsfunktion

In den kleinen Größendimensionen der Nanoindentation kann nicht mehr von einer idealen Geometrie der Berkovichindenter (Abb. 2.12) ausgegangen werden. Die Spitzen besitzen je nach Abnutzungsgrad eine gewisse Verrundung (Abb. 3.5). Diese reale Geometrie wird über die Indenterflächenfunktion  $A_c(h_c)$  beschrieben (Abb. 3.10a,b). Um einen skalaren Näherungswert der komplexen Spitzenverrundung zu erhalten, wird die reale Indenterform als Kegelstumpf mit Kugelspitze approximiert. Der Spitzenkugelradius  $r$  wird über den Abstand der realen Flächenfunktion von der idealen Kegelform bestimmt (Abb. 3.10a,b). Bei den kleinen Kräften in der Nanoindentation ist auch die Maschinensteifigkeit nicht konstant und wird mit der Maschinensteifigkeitsfunktion  $S_M(F)$  erfasst. Das genormte Vorgehen für die Bestimmung dieser beiden Funktionen ist in [DIN 14577-2 2002] hinterlegt. Die Flächenfunktion kann mit einem speziell kalibrierten (rückgeführten) AFM direkt bestimmt werden. Ein solches steht aber im Rahmen dieser Arbeit nicht zur Verfügung, weshalb hier die Flächenfunktion indirekt kalibriert wird. Bei der Erstellung der Flächen- und Steifigkeitsfunktionen muss darauf geachtet werden, dass diese in den für den späteren Messprozess benötigten Eindringtiefen- und Kräftebereichen gültig sind.

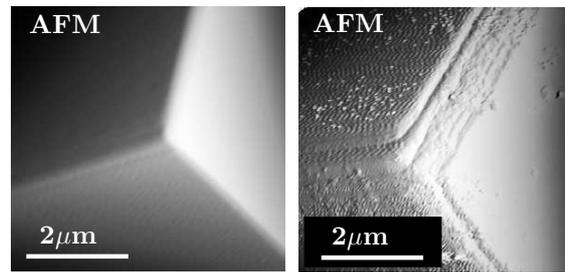


Abb. 3.5: AFM-Aufnahmen eines li: fabrikneuen und re: benutzten Berkovichindenters.

#### i) Erstellung der Indenterflächen- und Maschinensteifigkeitsfunktion

Die indirekte Kalibrierung nutzt elastisch-plastische Eindringversuche für möglichst viele Kräfte in gut bekannte Referenzmaterialien. In der vorliegenden Arbeit wird Quarzglas (*fused silica* (FS),  $a\text{-SiO}_2$ ,  $E=72\text{GPa}$ ,  $\nu=0,17$ ) und einkristalliner Saphir(0001) ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $E=410\text{GPa}$ ,  $\nu=0,234$ ) genutzt. Die Anforderungen an solche Referenzmaterialien sind in [DIN 14577-3 2002] hinterlegt (siehe auch [ASMEC REFERENZMATERIALIEN 2005] und [HERRMANN et al. 2003]). Die erzeugten Kraft-Eindring-Kurven (Abb. 2.14a) werden entsprechend des OLIVER-PHARR-Verfahrens (Kap. 2.2.1) über einen Fit ihrer elastischen Entlastungskurven, Gl. (2.15), nach  $S$  und  $m$  ausgewertet. Über die Gleichungen (2.16) und (2.17) lässt sich nun mit Hilfe von  $S$ ,  $m$  und den elastischen Eigenschaften des Indenters für jede Referenzmessung einer Kontakttiefe  $h_c$  eine Kontaktfläche  $A_c$  zuordnen. Damit ist für beide Referenzmaterialien eine Flächenfunktion  $A_c(h_c)$  bekannt. Ein Unterschied in den Flächenfunktionen ist theoretisch nur über Abweichungen in der Maschinensteifigkeitsfunktion erklärbar, da der Indenter in beiden Messungen identisch war. Die Steifigkeitsfunktion  $S_M(F)$  wird dementsprechend so bestimmt, dass die beiden Flächenfunktionen aufeinander fallen. Die beiden Flächenfunktionen werden dann mittels passender Wichtung und passendem Fitansatz in einer Fitfunktion zusammengeführt. Damit sind jetzt beide Funktionen

bekannt. Sie bauen aufeinander auf und bilden eine Einheit zur Korrektur späterer Messungen. In der vorliegenden Arbeit wird vor jeder Messreihe die Kalibrierung wiederholt. Um für große Eindringtiefen Informationen über die Flächenfunktion zu erhalten, werden auch Referenzmessungen an Polycarbonat (PC,  $E \approx 3\text{GPa}$ ,  $\nu \approx 0,4$ ) durchgeführt. Wegen des stark ausgeprägten Kriechens von PC sind diese Messungen jedoch nicht sehr genau.

ii) Einfluss der Indenterflächenfunktion auf  $H_{IT}$  und  $E_{IT}$

Gut nachvollziehen lässt sich der Einfluss von Abweichungen in der Flächenfunktion, indem angenommen wird, dass Messkurven einer verrundeten Spitze mit einer Flächenfunktion

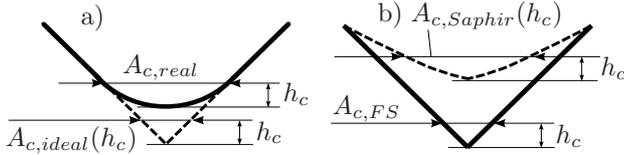


Abb. 3.6: Skizze der Kontaktflächen: a) für ideale und verrundete Indenter, b) für den Kontakt mit sehr steifen (z.B. Saphir) und weniger steifen Proben (z.B. FS).

eingeht (Abb. 3.7,  $A_c(h_c)$  für idealen Kegel). Der Anstieg dieser Kurven hin zu kleineren Eindringtiefen ist kein *Indentation size effect* (Kap. 2.1.7), sondern der fehlerhaften Flächenfunktion zuzuschreiben. Bei Verwendung einer korrekten, mit FS und Saphir erstellten Flächenfunktionen ist für kleine Eindringtiefen aber ebenso eine Abweichung der Messwerte zu erkennen (Abb. 3.7,  $A_c(h_c)$  aus FS und Saphir). Bei relativ konstantem  $E_{IT}$  nimmt  $H_{IT}$  jetzt ab. Dieser Härterückgang ist aber kein Effekt einer fehlerhaften Flächenfunktion (mit jetzt zu großen Flächen), sondern kann hauptsächlich auf

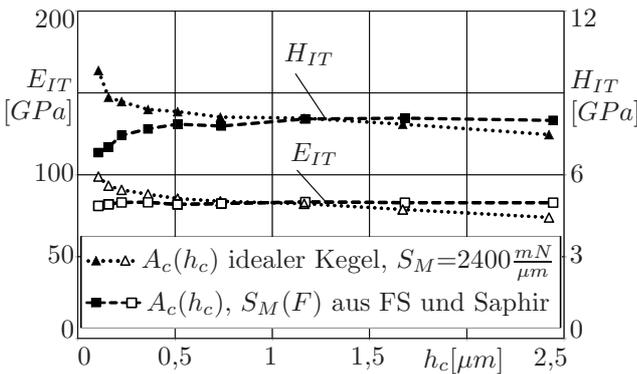


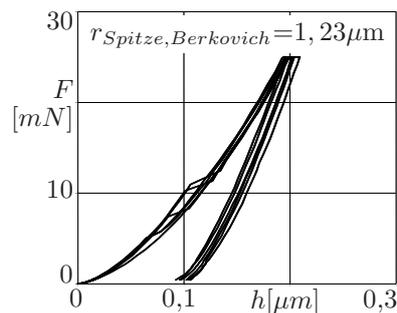
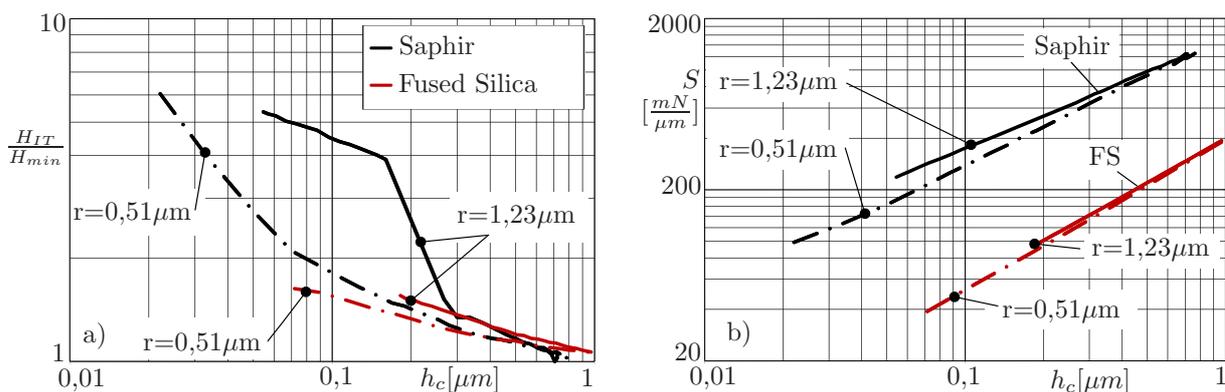
Abb. 3.7: Härte, E-Modul (BK7-Glas) für eine ideale und eine mit FS und Saphir erstellte Flächen-/ Steifigkeitsfunktion.

Grenzwertes ist der *Constraint factor*  $H/Y$  noch kein konstanter Wert, sondern nimmt für kleiner werdende  $a_c/R$  ab. Damit sind dann auch die dort gemessenen  $H_{IT}$ -Werte zu klein. Verrundete Indenterspitzen führen dementsprechend trotz korrekter Flächenfunktionen speziell bei harten Materialien zu abfallenden Härtewerten bei kleinen Eindringtiefen (Abb. 3.7). Im Folgenden soll der Einfluss der Referenzmaterialien betrachtet werden.

einer idealen Berkovichspitze ausgewertet werden. Die Kontaktfläche, die eine solche ideale Flächenfunktion für das OLIVER-PHARR-Verfahren bereitstellt, ist stets zu klein (Abb. 3.6a). Dies führt in der Härtebestimmung, Gl. (2.8), und der des Elastizitätsmoduls, Gl. (2.15-2.17), zu zu großen Werten, wobei der Einfluss auf  $H_{IT}$  größer ist, da dort die Kontaktfläche  $A_c$  linear und in den E-Modul nur mit  $\sqrt{A_c}$  einght (Abb. 3.7,  $A_c(h_c)$  für idealen Kegel). Der Anstieg dieser Kurven hin zu kleineren Eindringtiefen ist kein *Indentation size effect* (Kap. 2.1.7), sondern der fehlerhaften Flächenfunktion zuzuschreiben. Bei Verwendung einer korrekten, mit FS und Saphir erstellten Flächenfunktionen ist für kleine Eindringtiefen aber ebenso eine Abweichung der Messwerte zu erkennen (Abb. 3.7,  $A_c(h_c)$  aus FS und Saphir). Bei relativ konstantem  $E_{IT}$  nimmt  $H_{IT}$  jetzt ab. Dieser Härterückgang ist aber kein Effekt einer fehlerhaften Flächenfunktion (mit jetzt zu großen Flächen), sondern kann hauptsächlich auf die Spitzenverrundung zurückgeführt werden. Bevor bei einem elastisch-plastischen Kugelkontakt die plastische Zone voll ausgebildet ist, muss, im Gegensatz zum Kontakt mit spitzen selbstähnlichen Indentern, aufgrund des nicht selbstähnlichen Verzerrungsfeldes ein materialspezifisches Verhältnis von Kontaktradius  $a_c$  zu Kugelradius  $R$  erreicht sein. Für plastisch dominierte Materialien ( $E/Y > 100$ ) ist dieses  $a_c/R$  kleiner als 0,1, wohingegen für elastisch dominierte Materialien dieser Wert deutlich über 0,1 liegt [PARK und PHARR 2004]. Unterhalb dieses

## iii) Verwendung von Saphir als Referenzmaterial

Der verwendete Saphir ist ein versetzungsarmer Einkristall mit der Orientierung (0001) und mit einem mittleren E-Modul von 410GPa. Es zeigt sich im Belastungszweig der F-h-Kurven spitzenverrundeter Berkovichindenter ein unstetiger Übergang von elastischem zu plastischem Verhalten in Form von *Pop in*-Ereignissen (Abb. 3.8). Diese *Pop in* sind verknüpft mit der Generierung erster Versetzungslinien im Kristall. Dementsprechend liegt vor den *Pop in* rein elastisches Verhalten vor [PAGE et al. 1992]. Die Unstetigkeit im Kraftverlauf zeigt sich auch in den Härteverläufen (Abb. 3.9a, Kurve für  $r=1,23\mu\text{m}$ ). Gut zu erkennen ist aber, dass sich für dasselbe Experiment die durch die Kontaktsteifigkeit  $S$  repräsentierten elastischen Eigenschaften weiter stetig verhalten (Abb. 3.9b). Dies bedeutet, dass sich durch den Fließbeginn die elastischen Eigenschaften des Saphir vermutlich nicht, oder zumindest nicht sprunghaft verändern. Das ist eine wichtige Voraussetzung zu dessen Anwendbarkeit als Referenzmaterial, da beim indirekten Kalibrieren nur die Entlastungskurve genutzt wird. Für kleinere Spitzenradien wird der Härteverlauf durch die Verschiebung der *Pop in*-Ereignisse hin zu kleineren Kräften dann im betrachteten Messbereich stetig.


 Abb. 3.8: *Pop in* von Saphir.

 Abb. 3.9: a) Relative Härte und b) Kontaktsteifigkeit für zwei Berkovich-Spitzenradien  $r$ , gemessen an Saphir und FS, ausgewertet mit einer Flächenfunktion für einen idealen Kegel.

Einen Einfluss auf die Kalibriervorgänge könnte der hohe Saphir-E-Modul haben. Dieser bewirkt eine stärkere Deformation der Diamantspitzen als bei FS oder BK7 (Abb. 3.6b)<sup>1</sup>. In der BULYCHEV-Lösung, Gl. (2.16), wird dahingehend zwar die Indenterelastizität über  $E^*$  eingebracht, diese Lösung gilt aber nur für stetig gerundete und nicht für spitze Stempel. Ob mit Gl. (2.16) die Winkeldeformationen adäquat eingebracht werden, soll hier nicht geklärt werden. Würden die Winkeländerungen nicht vollständig über  $E^*$  kompensiert, ergäben sich die Saphir-Flächenfunktionen größer als ihre FS-Pendants, was eine Erklärung für die Verläufe der in Abb. 3.10a,b dargestellten Funktionen sein könnte. Im Bereich der Spitzenverrundung sind jedoch die Saphir-Flächenfunktionen wegen der dort gültigen BULYCHEV-Lösung und des noch vorwiegend elastischen Saphirverhaltens sehr genau.

<sup>1</sup>Der Flankenwinkel  $\alpha=19,8^\circ$  (Abb. 2.2) eines Diamantkegels geht auf  $\alpha=19,25^\circ$  bei Kontakt mit FS bzw. BK7 und auf (gemittelte)  $\alpha=17,47^\circ$  bei Kontakt mit Saphir zurück (eigene FEM-Ergebnisse).

## iv) Verwendung von Quarzglas als Referenzmaterial

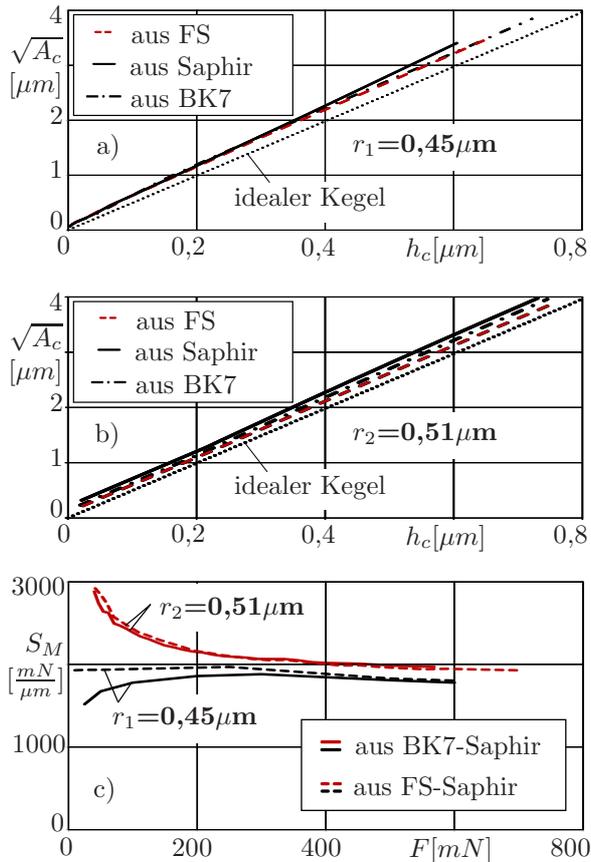


Abb. 3.10: a,b) Indenterflächen- und c) Maschinensteifigkeitsfunktionen (BK7, FS, Saphir) für 2 verrundete Berkovichspitzen ( $r_1=0,45\mu\text{m}$ ,  $r_2=0,51\mu\text{m}$ ).

Wie in Kapitel 2.1.6 beschrieben, ist FS ein hochgradig anormales Glas. Das heißt, ein erheblicher Anteil des Fließprozesses ist durch Verdichtung zu erklären. Dies führt vor allem im nicht-selbstähnlichen Spitzenbereich eines Berkovichindenter, in dem dessen Spitzenverrundung für sich mit der Eindringtiefe ändernde Verzerrungsprofile sorgt, zu fehlerhaften Flächenfunktionen. Es konnte gezeigt werden, dass die über das indirekte Kalibrierverfahren erzeugte Flächenfunktion aus FS keine Funktion der Indentergeometrie ist.  $A_{c,FS}(h_c)$  ist vielmehr eine Mischung aus Indentergeometrie und dem speziellen Fließverhalten von FS und ist dementsprechend materialspezifisch [GADELRAH et al. 2012]. Dies ist im Spitzenverrundungsbereich besonders ausgeprägt und führt dort zu gestörten Werten in  $A_c$ . Ein Indiz dafür, dass die Flächenfunktionen aus FS im unteren Kraftbereich nicht korrekt sind, liefert auch ein Blick auf die zugehörigen Steifigkeitsfunktionen (Abb. 3.10c,  $r_2 = 0,51\mu\text{m}$ ). Die Maschinensteifigkeit nimmt dort nicht, wie aus elastischen Kalibrierungen (Abb. 3.13) bekannt, ab, sondern zu. Dies kann durch die abweichenden Flächenfunktionswerte für FS in diesem Kraftbereich verursacht sein. Für einige Berkovichspitzen konnte für die Kalibrierung mit BK7-Glas ( $E=81\text{GPa}$ ,  $\nu=0,21$ ) anstelle von FS eine Steifigkeitsfunktion ähnlich der aus elastischen Messungen erreicht werden (Abb. 3.10b,  $r_1 = 0,45\mu\text{m}$ ). Die dazu vergleichbare FS-Saphir-Steifigkeitsfunktion liegt wieder höher. Dies deutet auf den weniger stark ausgeprägten anormalen Glascharakter von BK7 hin.

## v) Auswahl der verwendeten Kalibrierfunktionen

Die Suche nach besseren Referenzmaterialien [HERRMANN et al. 2003] und direkten Kalibrierstandards ist kein abgeschlossenes Forschungsgebiet [GADELRAH et al. 2012]. Eine vollständige Klärung und Korrektur der Einflüsse auf die indirekte Kalibrierung der Flächen- und Steifigkeitsfunktion ist deshalb im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht möglich. Wegen der weiten Verbreitung von FS und Saphir als Referenzmaterialien werden die Korrekturfunktionen trotz der oben erwähnten Ungenauigkeiten mit Hilfe von FS und in einigen Fällen mittels BK7-Glas [RICHTER 2010] erstellt. Die Messungen mit 1000mN wurden wegen Rissbildung (Abb. 2.11) generell nicht verwendet.

### Auswertung der experimentellen Messkurven

Die über die oben beschriebenen Korrekturen angepassten Messkurven werden unter Verwendung passender  $PUF$  und Flächen-/ Steifigkeitsfunktionen mittels des OLIVER-PHARR-Verfahrens (Kap. 2.2.1) ausgewertet. Dazu wird lediglich der obere Teil (40%-98%) der Entlastungskurve verwendet, da eine leichte Verkipfung der Indenter- zur Probenebene im unteren Entlastungskurventeil zu Messfehlern führt. Aus den für jede Kraft gemittelten Einzelmessungen werden die Härte, der E-Modul, die Fließspannung aus dem idealplastischen ECM (Kap. 2.1.4) und weitere Größen wie der Entlastungsexponent  $m$ , das Verhältnis der elastischen zur gesamten geleisteten Arbeit  $W_{el}/W_{tot}$  oder das Verhältnis der Kriechgeschwindigkeit zur Entlastungsgeschwindigkeit bestimmt. Für  $H_{IT}$  und  $E_{IT}$  wird zusätzlich die Standardabweichung der Einzelmessungen pro Last ermittelt. Zur Bestimmung der Messlasten, mit denen das Materialverhalten repräsentativ ausgewertet werden kann,

werden mehrere Auswahlkriterien verwendet. Bei einem deutlichen ISE (Kap. 2.1.7) werden möglichst große Lasten verwendet, um damit die Eindruckgröße näher an den makroskopischen Bereich zu rücken (Abb. 3.11). Die Messungen mit 1000mN werden nicht verwendet. Messungen mit kleinen Kräften, die die auf die Spitzenverrundung rückföhrbaren abfallenden Hartewerte zeigen (Abb. 3.11, 3.7), werden auch nicht in die Auswertung einbezogen. Zusatzlich

wurden noch Messungen ausgesondert, die ein zu kleines Verhaltnis der Kriechgeschwindigkeit zur Entlastungsgeschwindigkeit haben sowie Messungen, bei denen der Entlastungsexponent einen physikalisch nicht sinnvollen Wert annimmt. Die übriggeliebenen Messlasten (z.B. Abb. 3.11) werden mit zwei verschiedenen, aber angemessenen Flachen- und Steifigkeitsfunktionen ausgewertet und die Messwerte dann gemittelt. Die so erhaltenen Werte werden als reprasentativ fur das Material gewertet. Mit diesen werden dann die weiteren Auswertungen durchgeföhrt. Die Fehler fur  $H_{IT}$  und  $E_{IT}$  werden jeweils über die Summe aus der gemittelten Standardabweichung der Einzelmessungen (Einfluss der Inhomogenitat des Materials) und der bei den ausgewahlten Messlasten und unter Verwendung der beiden Flachenfunktionen bestimmten Standardabweichung von  $E_{IT}$  bzw.  $H_{IT}$  (Einfluss der Flachen- und Steifigkeitsfunktion) ermittelt. Die Fehler der weiteren Messgrößen werden rein aus der Standardabweichung der Werte über den ausgewahlten Messlasten gebildet.

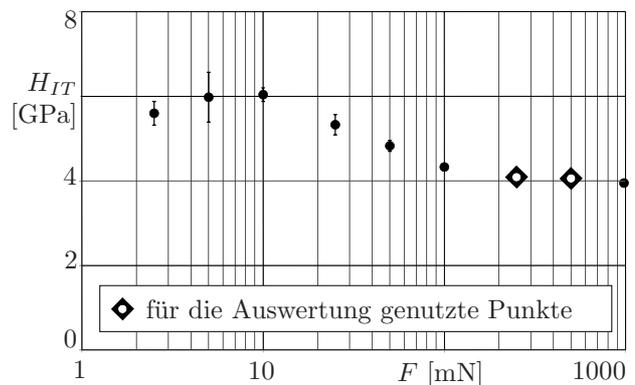


Abb. 3.11:  $H_{IT}$ - $F$ -Verlauf für W(100).

#### 3.1.2 Elastische Messungen mit Kugelindentern

Zur Bestimmung des E-Moduls werden auch elastische Kugelkontaktexperimente verwendet (Kap. 2.2.1). Dazu werden verschiedene Kugelindenter (Abb. 2.12) mit einem *Open loop*-Messprogramm (Abb. 3.12, Kap. 3.1) belastet und die Kraft-Eindring-Kurven aufgenommen. Dabei muss sichergestellt sein, dass sich das Probenmaterial noch rein elastisch verhält. Da die Kugelspitzen geometrisch nicht perfekt sind, muss eine Funktion des effektivi-

ven Radius' von der Eindringtiefe  $R(h)$ , (Abb. 3.13a), erstellt werden<sup>2</sup>. Analog zum vorherigen Abschnitt geschieht dies indirekt über die Vermessung von Referenzmaterialien (FS und Saphir). Bei elastischen Messungen spielen

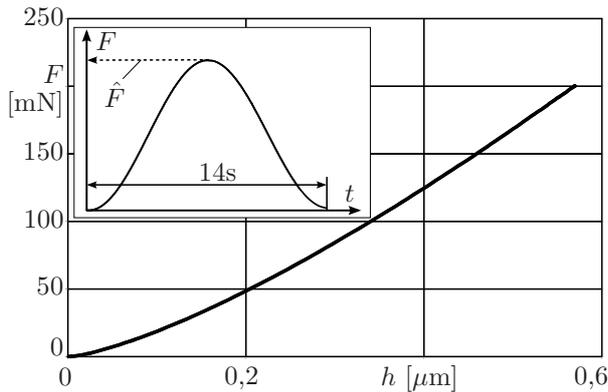


Abb. 3.12: Elastische Kugelmessung: F-h-, F-t-Verlauf, Borosilikatglas,  $R \approx 30\mu\text{m}$ .

(Abb. 3.13b), bestimmt. Diese ist hier im Vergleich zu plastischen Messungen jedoch genauer, da die Einflüsse der Fließprozesse nicht mit eingehen. Für die eigentlichen Messungen

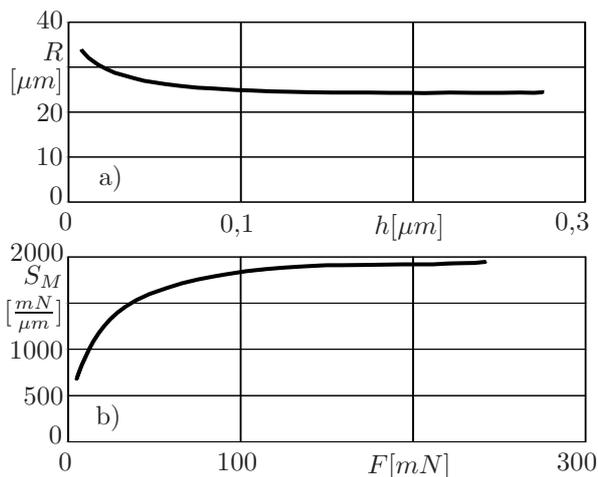


Abb. 3.13: a) Radius- und b) Steifigkeitsfunktion eines Kugelindenters aus elastischen Messungen an FS und Saphir.

jetzt jedoch die Besonderheiten im Fließverhalten dieser Materialien keine Rolle mehr. Über die HERTZsche Kontaktgleichung, Gl. (2.20), kann bei bekanntem Indenter- und Referenzmaterial zu jeder Eindringtiefe ein effektiver Kugelradius zugeordnet werden. Die Radiusfunktion wird dann als Mittelwert aus den beiden Referenzmessungen bestimmt. Über ein Anpassen der Kontaktflächen des elastischen Kontakts für die beiden Referenzmaterialien, Gl. (2.20), wird die Maschinensteifigkeitsfunktion  $S_M(F)$ ,

wird aus 16 Einzelmessungen eine Mittelwertkurve gebildet. Der Nullpunkt der Messkurven wird über einen HERTZ-Fit der ersten Messpunkte ermittelt. Eine Korrektur der thermischen Drift ist nicht notwendig, da das Messprogramm mit 14s so kurz ist, dass deren Einfluss vernachlässigbar ist. An die Mittelwertkurven wird nun unter Verwendung des effektiven Radius  $R(h)$  die HERTZsche Kontaktgleichung, Gl. (2.20), gefittet. Der E-Modul der Probe wird dabei als freier Fitparameter genutzt. Der Messwert für  $E_K$  ergibt sich nun als Mittelwert über die  $E_K$ -Werte für die verwendeten Indenter und dessen Fehler aus der Standardabweichung der Einzelmessungen.

### 3.1.3 Loading partial unloading-Experimente, LPU

Die LPU-Experimente (Kap. 2.2.1, Abb. 2.16) werden zur Fließspannungsbestimmung verwendet. Es werden je Probenmaterial mehrere Versuchsreihen im *Closed loop*-Modus (Kap. 3.1) mit unterschiedlich großen Kugelindentern durchgeführt, für die je eine aktuelle Radius- und Steifigkeitsfunktion (Kap. 3.1.2) vorhanden ist. Vor jedem Experiment muss in Vorversuchen eine optimale Maximalkraft für die vorliegende Proben-Indenter-Kombination gefunden werden, bei der sich die kritische Last gut ablesen lässt. Dann werden für jeden Indenter 24 Einzelmessungen durchgeführt. Am Ende jeder Einzelmessung

<sup>2</sup>Der effektive Radius  $R$  beinhaltet die elastische Kugeldeformation sowie die Radien bei kleineren Eindringtiefen.  $h$  wird unter Abzug der Indenterdeformation als effektive Eindringtiefe verwendet.

wird eine Haltezeit von 60s eingefügt, um die thermische Drift analog zu den Pyramideneindringversuchen (Kap. 3.1.1) zu erfassen. Der Verschiebungsnullpunkt wird analog zu den elastischen Kugelmessungen im vorherigen Abschnitt bestimmt. Zur Auswertung der Kurven der Belastungsmaxima und der Entlastungsminima können diese in der Eindringrichtung relativ zu einander verschoben werden, um den elastischen Bereich dieser beiden Kurven besser zu korrelieren. Diese Verschiebung wird jedoch stets deutlich unter 2nm gehalten, um die Messung der kritischen Last nicht zu beeinflussen. Der für die analytische Halbraumlösung (implementiert in *Elastica*, [www.asmec.de](http://www.asmec.de)) des elastischen Kugelkontakts bei der kritischen Last verwendete Kugelradius wird anhand der dort vorliegenden Eindringtiefe über die Radiusfunktion des verwendeten Kugelindenter bestimmt. Für jede Einzelmessung wird so bei ihrer kritischen Last das räumliche Maximum der VON-MISES-Spannung bestimmt. Der Fließspannungswert  $Y_{LPU}$  für die vorliegende Proben-Indenter-Kombination wird nun über das arithmetische Mittel dieser VON-MISES-Spannungen und dessen Fehler über die Standardabweichung der Einzelmessungen bestimmt.

### 3.2 SAW-Messungen

Die E-Modulmessungen mittels der laserinduzierten akustischen Oberflächenwellen (Kap. 2.2.2) wurden am Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik (IWS) in Dresden an der Anlage *LAwave* durchgeführt. Die Messungen wurden für mehrere Laufwege im Millimeterbereich wiederholt und die Einzelwerte zu einem Gesamtwert  $E_{SAW}$  gemittelt. Für die Einkristalle wurde zudem über verschiedene Laufrichtungen gemittelt. Bei auftretender Dispersion (Kap. 2.2.2) wurde der Verlauf der Schallgeschwindigkeiten bis zur Oberfläche extrapoliert und der damit bestimmte E-Modul als Vergleichswert zu den Nanoindentationsmessungen verwendet. Die Hauptfehlerquelle des SAW-Verfahrens ist die in die E-Modulbestimmung eingehende Massendichte  $\rho$ , Gl. (2.21). Die Dichte der untersuchten Materialien wurde entweder aus Tabellenwerten übernommen oder bei einer einfach zugänglichen Probengeometrie über das Volumen und die Masse bestimmt. Als maximaler absoluter Fehler der Massendichte wurde  $0,1 \frac{g}{cm^3}$  angenommen. Da  $\rho$  linear in Gl. (2.21) eingeht und die weiteren Fehlereinflüsse vernachlässigbar sind, ist der relative Fehler des zu bestimmenden E-Moduls gleich dem relativen Fehler der Massendichte. Für Materialien, für die E-Modulwerte aus dem SAW-Verfahren ermittelt wurden, werden diese auch ihrer Genauigkeit wegen als Referenzwerte für die vorliegenden Untersuchungen verwendet.

### 3.3 Minidruckversuche

#### i) Experimentelle Details

Die zylinderförmigen Proben (Abb. 2.17) wurden mittels Senkerodieren hergestellt, um den Einfluss der Verformungsverfestigung zu minimieren. Es konnten dementsprechend nur an leitfähigen Materialien Druckexperimente durchgeführt werden. Für den Senkerodierprozess wurden die Probenmaterialien in Plattenform mittels eines selbst hergestellten, leitfähigen Klebers auf leitfähige Grundplatten mit angepassten thermischen Ausdehnungskoeffizienten geklebt. Dann wurden mittels röhrenförmigen Kupferkathoden die Zylindergeometrien herausgearbeitet. Diese Senkerodierprozesse wurden in der mechanischen Werk-

statt des Instituts für Physik der TU Chemnitz und bei der *miTec-Mikrotechnologie GmbH* ([www.mitec-mikrotechnologie-gmbh.de](http://www.mitec-mikrotechnologie-gmbh.de)) durchgeführt. Danach wurden die Proben in einem Ultraschallbad mit Aceton wieder abgelöst. Die Druckversuche wurden dann an der Anlage *Schenck PTT250K1* an der Professur für Werkstofftechnik (LWT) der TU Chemnitz durchgeführt. Bei der Versuchsdurchführung wurde dazu die Messkraft über eine Kraftmessdose und der Messweg über einen induktiven Wegaufnehmer bestimmt. Die Deformationsgeschwindigkeiten wurden so gewählt, dass eine Beschreibung als quasi statisches Experiment zulässig ist (Prüfgeschwindigkeit  $5\mu\text{m/s}$ ). Aus den ermittelten  $F$ - $h$ -Kurven werden dann über die  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Verläufe  $Y_{DV}$  und  $n_{DV}$  bestimmt (Kap. 2.2.3). Die Standardabweichungen über die einzelnen Probenmesswerte werden als Fehler verwendet.

## ii) Materialmodell und echtes Verfestigungsverhalten

Das verwendete Materialmodell ist dem echten Materialverhalten nicht immer so angemessen, wie das in Abb. 2.18 für eine mittelharte Härtevergleichsplatte aus Stahl (HV400) dargestellt ist. Kann das Materialmodell nicht komplett an den Spannungs-Verzerrungsverlauf angepasst werden, so wird  $n_{DV}$  so gewählt, dass bei der repräsentativen Verzerrung  $\varepsilon_r = \varepsilon_w = 7,5\%$  (Kap. 2.1.2iv) ein Schnittpunkt mit der  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Kurve entsteht (Abb. 3.14). Damit wird eine Abbildung von  $\sigma_r(\varepsilon_r)$  auf  $Y$  erzeugt, mit deren Hilfe auf Berkovicheindringversuchen basierende Verfahren den Betrag der Fließspannungserhöhung von  $\varepsilon_Y$  bis  $\varepsilon_r$ , wenn auch auf falschem Weg, abschätzen können (Kap. 7.3.2). Wird diese Materialmodellanpassung dann als Grundlage für eine Simulation von Eindringversuchen verwendet, ergeben sich natürlich Abweichungen bei der Härte und dem *Pile up*-Verhalten, da diese Größen vom gesamten  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Verlauf determiniert sind. Exemplarisch für die Schwierigkeiten des Materialmodellfits kann an dieser Stelle das Verhalten der von RICHTER im Rahmen seiner Diplomarbeit untersuchten Härtevergleichsplatten aus einem übereutektoiden Stahl (90MnCrV8) stehen [RICHTER 2010]. Diese wurden durch unterschiedliche Wärmebehandlung von einem weichen ferritischen Gefüge (HV240, Abb. 3.15b) in neun Stufen bis zu einem sehr harten martensitischen Gefüge (HV840, Abb. 3.15a) eingestellt. Weiche Stähle verfestigen normalerweise stark, da dort das Verfestigungspotential der vorhandenen Versetzungen noch nicht ausgeschöpft ist (Kap. 2.1.6). Sehr harte Stähle hingegen verfestigen kaum noch, da dort schon alle Möglichkeiten zu weiterer Verfestigung ausgereizt sind. Qualitativ lässt sich das auch an den HV-Platten erkennen (Abb. 3.14c). Aufgrund der Einschränkungen des Fitprozesses spiegelt sich dieses Verhalten jedoch kaum in den Werten für  $n_{DV}$  wider (Abb. 3.14c, rechts). Für die weicheren Platten liegt der  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Verlauf bis  $\varepsilon_r = 7,5\%$  unterhalb des Materialmodells, wie exemplarisch auch für Al(100) in Abb. 3.14b dargestellt ist. Für die mittleren Härten passt das Materialmodell sehr gut (Abb. 3.14c) und für die höheren Härtewerte liegt dann die  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Kurve bis  $\varepsilon_r$  oberhalb des Materialmodells, wie auch für den Schnellarbeitsstahl HSS-Co10 in Abb. 3.14a zu sehen ist. Diese Verläufe haben verschiedene Ursachen. Zum einen ist der Verlauf der Wurzelfunktion des Materialmodells, Gl. (2.5), im plastischen Bereich an die gesamte Verzerrung und nicht an die plastische Verzerrung gekoppelt. Dementsprechend wird für den Fit des plastischen Verhaltens von Materialien mit einem erheblichen Anteil an elastischer Verformung die Wurzelfunktion erst ab einem Teil genutzt, in dem deren Anstieg schon flacher ist (Abb. 3.14a) als bei den kleineren Verzerrungen weicherer Materialien (Abb. 3.14b). Dies führt von der Materialmodellseite aus zu den Anpassungsschwierigkeiten.

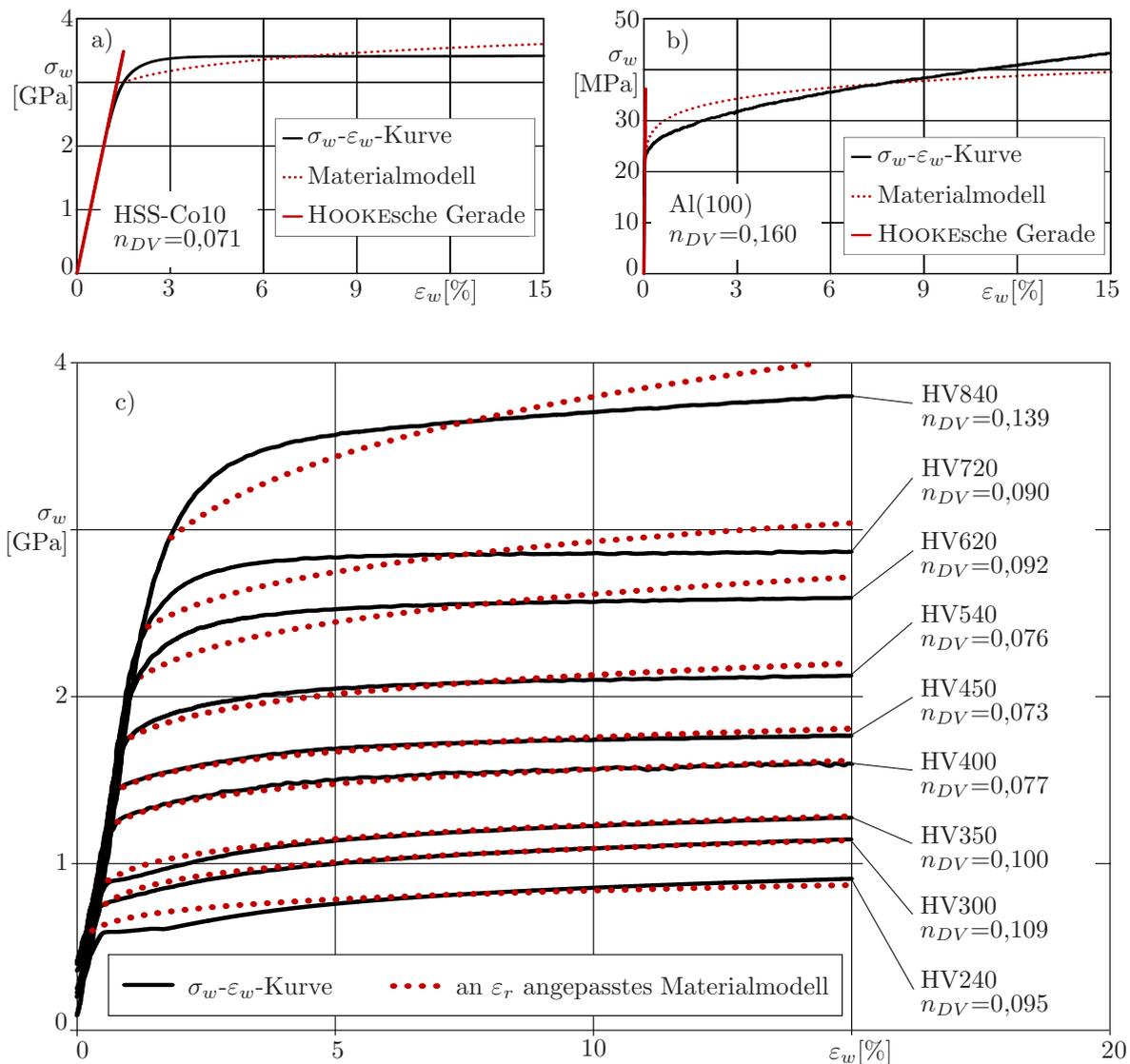


Abb. 3.14:  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Kurven aus Minidruckversuchen mit den an  $\varepsilon_r$  angepassten Materialmodellen für: a) Schnellarbeitsstahl HSS-Co10, b) Al(100) und c) Härtevergleichsplatten (unterschiedlich wärmebehandelter 90MnCrV8-Stahl).

Zum anderen schränkt die Nutzung der Materialmodellfits als Vergleichswerte für Berkovichexperimente diese Fits durch die Bindung an die repräsentative Verzerrung ein. Bei härteren Materialien, die qualitativ so gut wie nicht verfestigen, ist der Übergangsbereich von elastischem zu plastischem Verhalten ein erheblicher Anteil von  $\varepsilon_r$ . Dies führt dazu, dass der Fit an das Materialmodell dort von der Kopplung an  $\varepsilon_r$  beeinflusst wird und nicht den Verlauf widerspiegelt, der für einen freien Fit angemessener wäre (Abb. 3.14a). Für die vorliegende Arbeit ist dieser Fit an  $\varepsilon_r$  jedoch für die Abbildung von  $\sigma_r$  auf  $Y$  bei Berkovicheindringversuchen notwendig. Die beiden oben beschriebenen Fitungenauigkeiten sowie natürlich eine generelle Unangemessenheit des Verlaufs und der Isotropieannahme des benutzten Verfestigungsmodells führen zu Effekten, wie sie am Beispiel der Härtevergleichsplatten zu Tage treten. Zusammenfassend lässt sich deshalb sagen, dass das verwendete Materialmodell die echten Materialien mittels  $n_{DV}$  nur sehr grob beschreibt. Aufgrund der Kopplung an die repräsentative Dehnung gilt  $n_{DV}$  auch nur im Vergleich mit Berkovicheindringversuchen.

### 3.4 Mikroskopische Untersuchungen

Die SEM-Untersuchungen (Kap. 2.2.4) wurden am Rasterelektronenmikroskop *Nova NanoSEM* der Firma *Fei* an der Professur Analytik an Festkörperoberflächen durchgeführt. Sie haben als Ziel, das Gefüge der untersuchten Materialien in Art und Größe zu charakterisieren, um damit Aussagen über die Ursachen der plastischen Eigenschaften und die Homogenität des Gefüges zu machen (Abb. 3.15a). Da die durch den Elektronenbeschuss entstehenden Ladungen abgeführt werden müssen, ist diese Art der Untersuchungen nur für leitfähige Materialien möglich. Siehe zu den SEM-Untersuchungen auch [RICHTER 2010].

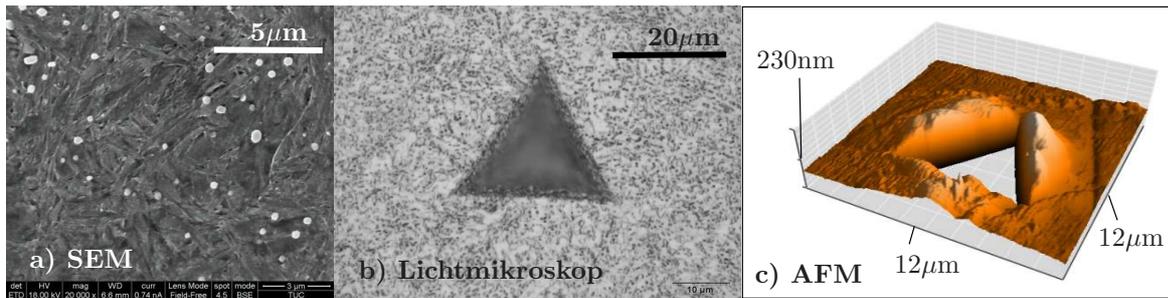


Abb. 3.15: a) SEM: harter martensitischer Stahl mit Karbidausscheidungen (Härtevergleichplatte HV840, angeätzt), b) Lichtmikroskop: weicher, homogener ferritischer Stahl (HV240-Platte, angeätzt), c) AFM: Berkovicheindruck in HV240.

Untersuchungen mit Lichtmikroskopen werden über das in den UNAT (Kap. 3.1.1) eingebaute Gerät sowie im materialografischen Labor der Professur Verbundwerkstoffe der TU Chemnitz durchgeführt. Die erzeugten Bilder werden zum einen zur Kontrolle der Eindrücke auf zum Beispiel Rissbildung genutzt. Zum andern werden sie wie die SEM-Bilder zur Bestimmung des Gefüges und der Homogenität verwendet (Abb. 3.15b).

Die Rasterkraftmikroskopuntersuchungen (Kap. 2.2.4) werden mit dem in den UNAT integrierten AFM *Nanite B* der Firma *Nanosurf* [NANOSURF MANUAL 2008] durchgeführt. Die Auflösung dieses AFM variiert mit den verwendeten Messspitzen und der maximale Scanbereich liegt bei  $60 \times 60 \mu\text{m}$ . Die entstandenen Aufnahmen werden ebenso wie die lichtmikroskopischen Bilder in einem ersten Schritt zur Kontrolle der Eindrücke auf Fehlerquellen wie Rissbildung genutzt. Da in einem AFM-Scan zudem noch die komplette Höhenprofilinformation der Oberfläche enthalten ist (Abb. 3.15c), werden diese hauptsächlich zur Bestimmung der Oberflächenrauigkeit und des *Pile up*-Profils (Kap. 3.1.1) verwendet.

# 4 Fließspannungsbestimmung über das Konzept des effektiv geformten Indenters mit erweitertem HERTZschem Ansatz (EHA)

## 4.1 Grundlagen

Das von PHARR und BOLSHAKOV [PHARR und BOLSHAKOV 2002] eingeführte Konzept des effektiv geformten Indenters zielte ursprünglich auf das bessere Verständnis der Entlastungskurven elastisch-plastischer Härtemessungen mit Pyramidenindentern (bzw. deren äquivalenten Kegeln). Basis des Konzepts ist, dass der verbleibende Eindruck keinen Abdruck des Indenters darstellt, sondern durch die beim Entlasten sich entspannenden elastischen Verformungsanteile gekrümmt wird<sup>1</sup> (Abb. 4.1b). Der Abstand des entlasteten Kegelabdrucks zum Kegel selbst  $u(r)$ , (Abb. 4.1b,d) definiert dabei die Form des effektiven Indenters  $z = u(r)$ . Unter den Voraussetzungen eines rein elastischen Entlastungsprozesses<sup>2</sup> und kleiner Kontaktwinkel<sup>3</sup> erzeugt dieser effektiv geformte Indenter damit auf einem unverformten elastischen Halbraum eine mit der experimentellen Entlastungskurve identische Kraft-Verschiebungs-Kurve. In der praktischen Umsetzung des Konzepts wird dementsprechend  $z = u(r)$  nicht über das Ausmessen der Geometrie, sondern über einen Fit der Kraft-Verschiebungs-Kurve des effektiv geformten Indenters mit dem Formansatz

$$z = u(r) = Br^n \tag{4.1}$$

auf einem elastischen Halbraum an die Entlastungskurve des elastisch-plastischen Experiments bestimmt. Dies ist möglich, da eine Kraft-Verschiebungs-Lösung für den Indenter nach Gl. (4.1) in Kontakt mit einem unverformten und spannungsfreien isotrop-elastischen Halbraum formuliert werden konnte [SNEDDON 1965], [PHARR und BOLSHAKOV 2002]. Der exponentielle Formansatz erweist sich dabei als gut der echten Form  $u(r)$  angemessen. Der effektiv geformte Indenter wird über die Anpassung der elastischen Entlastungskurve eines Indenters auf einem plastisch verformten und eigenspannungsbehafteten Halbraum (Abb. 4.1b) an die Kraft-Eindring-Kurve eines Indenters auf einem unverformten und spannungsfreiem elastischen Halbraum (Abb. 4.1d) bestimmt. Aus diesem Grund ist das Konzept eine Möglichkeit, den elastischen Anteil des elastisch-plastischen Spannungs-Verzerrungs-Feldes eines Härteeindrucks darzustellen. Für elastisch dominierte Materialien ( $E/Y \ll 60$ ) sollte sich demnach das Spannungs-Verzerrungs-Feld des effektiv geformten Indenters dem realen  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Feld annähern. Für duktile Materialien gilt dies aus zweierlei Gründen nicht. Zum einen entstehen dort im plastisch verformten Material erhebliche Eigenspannungen, die vom betrachteten Konzept vernachlässigt werden (Abb 4.1b).

<sup>1</sup>Dies ist auch die Ursache für die experimentell bestimmten Entlastungsexponenten, die nie den theoretischen Wert für Kegel ( $m=2$ ) erreichen, sondern bei 1,2..1,6 liegen (1-flacher Stempel, 1,5-Paraboloid)

<sup>2</sup>Eigene FEM-Simulationen zeigen geringfügige Entlastungsplastizität, die jedoch vernachlässigbar ist.

<sup>3</sup>Für die vorliegenden Kontaktwinkel von  $\alpha = 19,7^\circ$ , Abb. 2.2, ist das Konzept anwendbar.

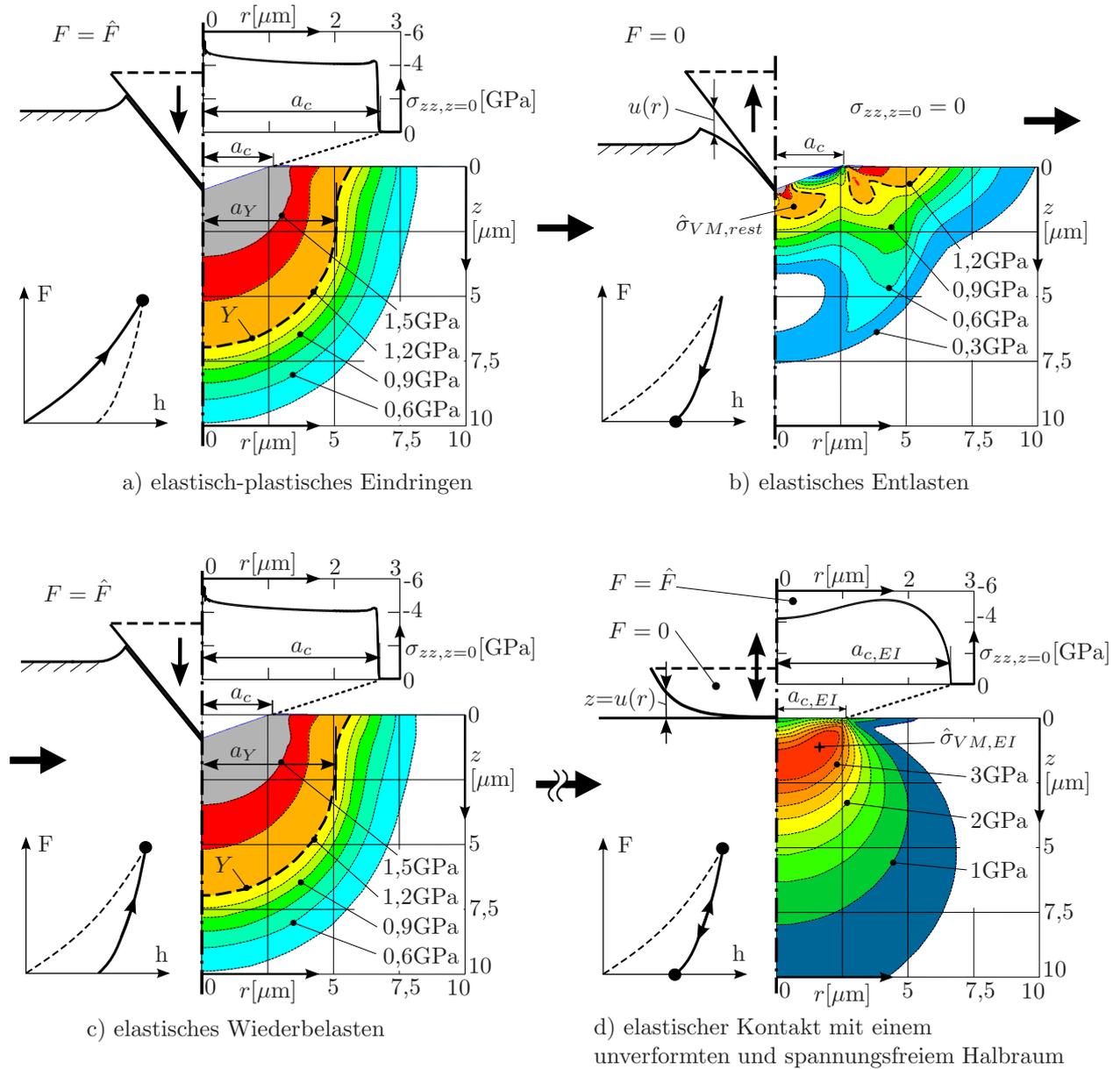


Abb. 4.1: Effektiv geformter Indenter für HV400-Stahl ( $H_{IT}=4,2\text{GPa}$ ,  $\frac{E_{SAW}}{Y_{DV}}=170$ ,  $n_{DV}=0,077$ ):

- elastisch-plastischer Kegeleindringversuch, re.:  $\sigma_{VM}$ -Feld bei  $\hat{F}$  (FEM),
- elastische Entlastung des Eindrucks, re.:  $\sigma_{VM}$ -Restspannungsfeld bei  $F=0$  (FEM),
- elastisches Wiederbelasten des Eindrucks bis  $\hat{F}$ , re.:  $\sigma_{VM}$ -Feld bei  $\hat{F}$  (FEM),
- elast. Kontakt des effektiv geformten Indenters, re.:  $\sigma_{VM}$ -Feld bei  $\hat{F}$  (*FilmDoctor*).

Zum anderen kann ein elastischer Kontakt nur ein vom Kontaktradius  $a_c$  ausgehendes  $\sigma_{VM}$ -Feld erzeugen. Die reale inkompressible Fließzone, an die sich elastisch verspanntes Material anschließt, ist aber größer als  $a_c$  (Abb. 4.1c). Das führt zu höheren Spannungen im elastischen gegenüber dem elastisch-plastischen Halbraum (Abb. 4.1a,d). Diese beiden Faktoren tendieren, wie erwähnt, für kleinere  $E/Y$  in Richtung der Randbedingungen des effektiv geformten Indenters (d.h. für die Restspannungen:  $\hat{\sigma}_{VM,rest} \rightarrow 0$  und den Fließzonenradius:  $a_Y \rightarrow a_c$ , Abb. 6.11). Zusätzlich wird postuliert, dass die Kontaktdruckverteilung  $\sigma_{zz,z=0}(r)$  bei Maximallast  $\hat{F}$  für das echte Experiment und den effektiv geformten Indenter sich gleichen. Dies wird zwar nicht perfekt, aber im Rahmen des für einen solchen Formansatz Möglichen, annähernd erfüllt (Abb. 4.1a,d). Die Kon-

taktdruckprofile von Härteeindrücken sind auch materialabhängig und gehen für kleine  $E/Y$  in eine Form über, die leichter über einen effektiv geformten Indenter abbildbar sind [PHARR und BOLSHAKOV 2002]. Diese Beobachtung bestärkt die Vermutung der oben erwähnten Annäherung der Spannungsfelder für niedrigere  $E/Y$ . Des Weiteren ist die Annahme einer elastischen Entlastung eines Härteeindrucks an die elastische Wiederbelastung auf demselben Kraft-Verschiebungs-Pfad gekoppelt, bis bei  $\hat{F}$  ein Spannungszustand erreicht wird, bei dem die Fließbedingung  $\sigma_{VM} = Y$  wieder erfüllt ist (Abb. 4.1c). Diese elastische Wiederbelastung wird auch vom effektiv geformten Indenter beschrieben. Aus diesen beiden Gedanken heraus ist die Idee entstanden, dass zumindest für harte Materialien das räumliche Maximum der VON-MISES-Spannung des effektiv geformten Indenters bei  $\hat{F}$  der Fließspannung des realen Materials entspricht, da dieses für das Wiedereinsetzen des Fließprozesses bei  $\hat{F}$  verantwortlich ist und sich die Spannungsfelder dort ähneln. Um das Konzept in dieser Art zu nutzen, wird die komplette Spannungs-Verzerrungs-Lösung des Effektiv-geformten-Indenter-Kontaktes benötigt. Diese konnte jedoch für den Formansatz aus Gl. (4.1) nicht gefunden werden. Deshalb führte SCHWARZER als Formansatz den erweiterten HERTZschen Ansatz (EHA) ein, der die Verschiebungen über das Polynom

$$u_{z,Indenter}(r) + u_{z,Probe}(r) = h - \frac{r^2}{d_0} - \frac{r^4}{d_2} - \frac{r^6}{d_4} - \frac{r^8}{d_6}, \quad (4.2)$$

beschreibt, wobei die Terme bis zum quadratischen Glied dem HERTZschem Kontakt entsprechen. Mit dem reduzierten E-Modul lässt sich die Indenterdeformation von der Halbraumdeformation trennen und damit auch die Kontaktdruckverteilung  $\sigma_{zz,z=0}(r)$  bestimmen [SCHWARZER 2004]. Über die von FABRIKANT [FABRIKANT 1989] zur Verfügung gestellten Methoden lässt sich das komplette Spannungs-Verzerrungs-Feld unter dem Kontakt eines über Gl. (4.2) beschriebenen Indenters auf einem isotrop-elastischen Halbraum bestimmen [SCHWARZER 2000], [SCHWARZER und PHARR 2004], [SCHWARZER 2004] sowie für eine detaillierte Herleitung [SCHWARZER 2006]. Mit dieser kompletten Kontaktlösung ist es möglich, die Kraft-Verschiebungs-Kurve des effektiv geformten Indenters (mit EHA) an die experimentelle Entlastungskurve anzupassen und das korrespondierende Spannungs-Verzerrungs-Feld zu bestimmen. Damit ist dann auch das gesuchte räumliche Maximum der VON-MISES-Spannung bekannt, das als Fließgrenze  $Y_{EI}$  genutzt werden soll. Die komplette Halbraumlösung des effektiv geformten Indenters mit dem EHA ist in der Software *FilmDoctor* des *Sächsischen Instituts für Oberflächenmechanik*, [www.siomec.de](http://www.siomec.de) implementiert. Für eine alternative Kurzeinführung in das Konzept siehe auch Kap. 1.1.

## 4.2 Fitprozeduren

Von großem Einfluss auf das Konzept des effektiv geformten Indenters sind die Fitprozeduren, mit denen die freien Fitparameter der Formansätze bestimmt werden. Deshalb sollen im Rahmen dieser Arbeit mehrere Verfahren verglichen werden. Umgesetzt werden nicht automatisierte Fits mit dem EHA, Gl. (4.2), (Software: *FilmDoctor*, [www.siomec.de](http://www.siomec.de)) und automatisierte Fits mit dem exponentiellen Formansatz, Gl. (4.1) (Software: *Oliver and Pharr for Coatings*, [www.siomec.de](http://www.siomec.de)). Wichtige Einflussfaktoren auf die Fitqualität und den erzeugten effektiv geformten Indenter sind neben dem Formansatz der für den Fit genutzte

Bereich der Entlastungskurve, der verwendete Kontaktradius (falls dieser vorgegeben wird) sowie bei den nicht automatisierten Fits der Fitablauf selbst, die Anzahl der durchgeführten Iterationsschritte (ITS) und die Auswahl der verwendeten Fitparameter. Es wurden fünf Fitprozesse ausgewählt, um deren Einfluss abzuschätzen und um ein Standardverfahren für die vorliegende Arbeit zu finden. Die ersten drei Prozeduren nutzen den EHA und müssen mittels einer Koordinatenabstiegsmethode von Hand ausgeführt werden. Deswegen sind sie sehr zeitaufwendig und es können nicht alle Einflussparameter variiert werden. Der Ablauf dieser EHA-Fits ist wie folgt: Die elastischen Eigenschaften des Probenmaterials werden aus alternativen Messmethoden ( $E$ ) oder Tabellenwerten ( $\nu$ ) übernommen. Danach wird die experimentelle Kraft-Eindring-Kurve eingelesen und der Fitbereich des Entlastungszweigs vorgegeben. Dann werden für den ersten Iterationsschritt die Faktoren  $d_{2,4,6} = \infty$  gesetzt und mittels Variation des Faktors  $d_0$  die mittlere quadratische Abweichung (RMS) der Kraft-Verschiebungs-Kurve des entstehenden effektiv geformten Indenters von der experimentellen Entlastungskurve minimiert. Der RMS-Wert fungiert also als Zielfunktionswert. Bei diesem Prozess ergibt sich automatisch der Kontaktradius  $a_{c,EI}$  des effektiv geformten Indenters<sup>4</sup>. Nach der RMS-Minimierung über  $d_0$  wird  $d_0$  konstant gehalten und mit  $d_2$  der RMS-Wert weiter minimiert. Dann wird analog  $d_4$  und  $d_6$  variiert. Ist der letzte genutzte  $d_i$ -Parameter optimiert, ist ein ITS vollendet und der nächste ITS wird wieder mit  $d_0$  begonnen. Die Nutzung aller vier  $d_i$  ist mit diesem Vorgehen extrem zeitaufwendig und zudem ist der effektiv geformte Indenter mit 2 bis 3 Polynomtermen schon gut definiert. Es werden deshalb nur die folgenden drei Fitprozeduren mit dem EHA umgesetzt:

**1. Fitprozedur  $d_{0,2}/40-98\%$ :** Es werden nur  $d_0$  und  $d_2$  sowie die Entlastungskurve von 40-98% der maximalen Kontaktkraft verwendet. Letzteres entspricht dem für das OLIVER-PHARR-Verfahren genutzten Bereich und sorgt für eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse.

**2. Fitprozedur  $d_{0,2,4}/40-98\%$ :** Für diesen Fitprozess werden  $d_0$ ,  $d_2$  und  $d_4$  verwendet sowie ebenso die Entlastungskurve im Bereich von 40-98% von  $\hat{F}$  genutzt.

**3. Fitprozedur  $d_{0,2}/10-98\%$ :** Hier werden wieder nur  $d_0$  und  $d_2$  verwendet, aber die Entlastungskurve von 10% bis 98% der maximalen Kontaktkraft genutzt.

Für diese drei Fitprozesse werden je 10 ITS durchgeführt, da sich dann die Prozessparameter stabilisiert haben und diese ITS-Zahl sich bisher als ausreichend bewährt hat. Über die Unterschiede vom  $d_{0,2}/40-98\%$ - zum  $d_{0,2,4}/40-98\%$ -Fit kann der Einfluss der höheren Polynomterme sowie über die Unterschiede vom  $d_{0,2}/40-98\%$ - zum  $d_{0,2}/10-98\%$ -Fit der Einfluss des Fitbereichs abgeschätzt werden. Eine Erweiterung des Fitbereichs und die Verwendung von  $d_6$  wurde stichprobenhaft durchgeführt. Das Vorgehen mit dem exponentiellen Formansatz ähnelt dem mit dem EHA. Erst wird  $E$  und  $\nu$  der Probe vorgegeben und dann die experimentelle Kraft-Eindring-Kurve eingelesen. Hier muss jetzt aber der Kontaktradius  $a_{c,EI}$  vorgegeben werden, da sich dieser im Gegensatz zum freien EHA-Fit nicht ergibt. Der Fit selbst wird dann automatisch ausgeführt und liefert die Parameter  $B$  und  $n$  des Formansatzes sowie den RMS-Wert. Zwei Prozeduren werden dafür umgesetzt:

**4. Fitprozedur *exp. Fit ohne Pile up*/40-98%:** Hier wird  $a_{c,EI} = a_{c,FF}$  ( $a_{c,FF}$  aus der OLIVER-PHARR-Methode) und die Entlastungskurve von 40-98% von  $\hat{F}$  verwendet.

---

<sup>4</sup>Durch das sich ergebende  $a_{c,EI}$  ist bei den EHA-Fits der *Pile up*-Einfluss automatisch einbezogen. Es ist auch denkbar, über die Differenz zwischen  $a_{c,EI}$  und  $a_{c,FF}$  nach OLIVER und PHARR, das effektive *Pile up* zu bestimmen. Für eine Untersuchung der  $a_{c,EI}$  beim Fitprozess siehe [HAASE 2009].

**5. Fitprozedur *exp. Fit mit Pile up/40-98%*:** Für diese Prozedur wird der Kontaktradius  $a_{c,EI} = a_{c,FF}\sqrt{PUF}$  unter Einbeziehung des effektiven *Pile up*-Korrekturfaktors, Gl. (3.3), bestimmt und die Entlastungskurve ebenso im Bereich von 40-98% von  $\hat{F}$  verwendet.

Diese Unterscheidung soll den Einfluss des *Pile up* auf diese Fitmethoden zeigen. Stichprobenartig wurde auch für die exponentiellen Fits der Fitbereich der Entlastungskurve variiert. Allgemein lässt sich sagen, dass die Implementierung des EHA ansatzbedingt besser mit nahezu HERTZschen Kontaktdruckverteilungen umgehen kann (z.B. bei kleinen Eindringtiefen spitzenverrundeter Indenter) als die Implementierung des exponentiellen Ansatzes. Dort werden zwar bessere Fits im Sinne kleinerer RMS-Werte erzeugt, für harte Materialien und kleine Eindringtiefen ergibt sich jedoch oft ein physikalisch nicht sinnvoller effektiv geformter Indenter. Die Ergebnisse für die verschiedenen Fitmethoden werden in den Ergebnisteilen (Kap. 6.4.1 und 9.2.1) vorgestellt.

### 4.3 Weitere Details zum Konzept des effektiv geformten Indenters

Um das Konzept des effektiv geformten Indenters näher betrachten zu können, muss vorweggenommen werden, dass die erzeugten räumlichen Maxima der VON-MISES-Spannungen  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  stets größer als die entsprechenden Fließspannungen sind. Ein Ergebnis ist also besser, wenn kleinere  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  vorliegen. Begonnen wird mit dem Einfluss des E-Moduls als Eingangsgröße. Die erzeugten  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  zeigen sich empfindlich auf eine Variation von  $E$ . So konnte für Stähle gezeigt werden, dass bei einer Variation von  $E$  um 5% sich  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  um 9% ändert [RICHTER 2010]. Der verwendete E-Modul sollte dementsprechend sorgfältig ausgewählt sein. In einem nächsten Schritt wurde der Einfluss hoher Iterationsanzahlen (ITS) auf die freien EHA-Fits untersucht. Es zeigt sich eine meist stetige, für höhere  $E/Y$  ausgeprägtere Abnahme der RMS-,  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ - und  $a_{c,EI}$ -Werte (Abb. 4.2). Dabei ist, auch im Vergleich mit Fitprozessen an Schichtmaterialien [HAASE 2009], erkennbar, dass der RMS-Wert kein guter Zielfunktionswert für eine  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Minimierung ist. So kann selbst bei vollständiger Sättigung des RMS-Wertes  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  weiter verkleinert werden (Abb. 4.2). Bei hohen  $E/Y$ -Verhältnissen steigt dann, trotz stetiger RMS-Abnahme,  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  sogar leicht an (Abb. 4.2a). Noch deutlicher zeigt sich diese schlechte Kopplung des zu minimierenden Wertes  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  an den Zielfunktions-

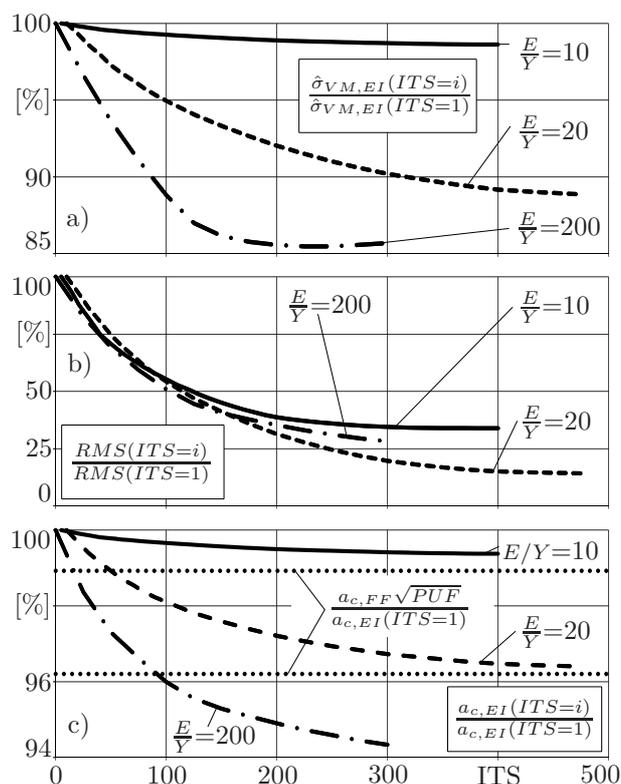


Abb. 4.2: a)  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -, b) RMS-, c)  $a_{c,EI}$ -Verläufe bei hohen ITS-Zahlen, je in Relation zum ITS=1, FEM, Tab. 5.1, Reihe 1,  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit (vgl. Abb. A.2).

wert RMS bei Schichtuntersuchungen [HAASE 2009].  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  selbst als Zielfunktionswert zu nutzen ist aber zum einen praktisch nicht realisierbar und zum anderen vom Ansatz her fraglich, da dann als bekannt vorausgesetzt wird, dass  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  kleiner werden muss. Stärker als der RMS-Wert ist der Kontaktradius  $a_{c,EI}$  an den Verlauf von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  gekoppelt (Abb. 4.2a $\leftrightarrow$ c), was dessen Wichtigkeit für das Konzept hervorhebt (siehe auch Abb. 6.11c). Für hohe ITS-Zahlen tendiert  $a_{c,EI}$  dann gegen den realen Wert aus der Flächenfunktion  $a_{c,FF}$  (Abb. 4.2c). Trotz des Verbesserungspotentials der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte (EHA) bei hohen ITS-Zahlen, bleiben die über die Standardfitprozeduren mit ITS=10 (Kap. 4.2) erreichten qualitativen Aussagen über das Konzept gültig (siehe Kap. 6.4.1).

Des Weiteren wird die Abhängigkeit des Kontaktdruckprofils  $\sigma_{zz,z=0}(r)$  des effektiv geformten Indenters vom Probenmaterial [PHARR und BOLSHAKOV 2002] und von der Indentergeometrie betrachtet. Für kleine Eindringtiefen mit spitzenverrundeten Indentern tendiert das Profil des effektiv geformten Indenters  $z = u(r)$  in Richtung Paraboloid und damit dessen Kontaktdruckverteilung und der Entlastungsexponent  $m$  in Richtung des HERTZschen Kontakts (vgl. Abb. 4.3 mit Abb. 2.16 bzw. die Werte für  $m$  in Abb. 4.3 mit  $m=1,5$  für HERTZschen Kontakt und  $m=1$  für Kontakte mit flachen Stempeln). Für höhere Kräfte und dementsprechend für eine deutlichere Kegelgeometrie tendieren die  $\sigma_{zz,z=0}$ -Verteilungen dann in Richtung flacher Stempel (Abb. 4.3rechts). Eine theoretische Untersuchung der Kontaktdruckprofile des effektiv geformten Indenters in Abhängigkeit von  $m$  kann bei

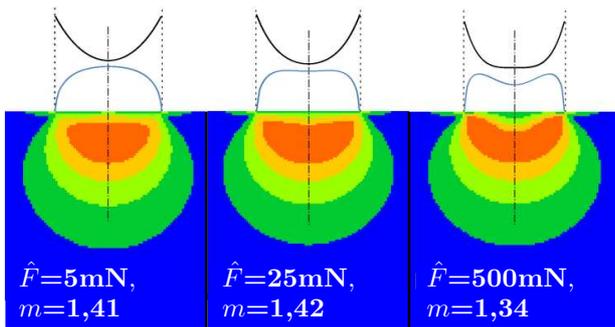


Abb. 4.3: Größennormierte effektiv geformte Indenter (BK7,  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit) bei versch.  $\hat{F}$ : *Oben*: Profil, *Mitte*: Kontaktdruckprofil, *Unten*:  $\sigma_{VM}$ -Feld.

[HERRMANN 2010] nachgelesen werden. In dieser Arbeit wird sich, wie auch in [RICHTER 2010], intensiv mit den Einflüssen auf das Profil der Kontaktdruckverteilungen beschäftigt. Auf eine Wiedergabe dieser Ergebnisse wird verzichtet. Bei der Verwendung des EHA-Fits (Kap. 4.2) ist die Kontaktdruckverteilung auch abhängig von den durchlaufenen Iterationsschritten. Die beobachtete Abnahme der räumlichen Maxima der VON-MISES-Spannungen für hohe Optimierungsschrittzahlen (Abb. 4.2) ist auch an eine Veränderung des Profils des effektiv geformten Indenters gekoppelt. Für eine niedrige ITS-Anzahl ist die  $\sigma_{zz,z=0}$ -Verteilung aufgrund des bei  $d_0$  beginnenden Fitprozesses eher HERTZ-ähnlich und tendiert dann für hohe Optimierungsdurchlaufzahlen in Richtung einer Kontaktdruckverteilung, wie sie in Abb. 4.3 für 500mN dargestellt ist (siehe auch Abb. A.2f). Diese Änderung hat aber keinen erheblichen Effekt auf die Werte der räumlichen Maxima der VON-MISES-Spannungen, so dass sich die qualitative Aussage der Untersuchungen dadurch nicht ändert (Kap. 6.4.1). Für eine vollständige Dokumentation eines exemplarischen EHA-Fitprozesses siehe auch Abb. A.2. Der automatisierte Fit des exponentiellen Formansatzes (Kap. 4.2) erreicht für spitze Indenter sofort die Kontaktdruckverteilung wie in Abb. 4.3 (für 500mN), erzielt damit aber aufgrund anderer Ungenauigkeiten, wie dem unbekanntem  $a_{c,EI}$  keine besseren Ergebnisse und wird beim Vorliegen eines tatsächlich HERTZ-ähnlichen Kontakts mit  $m=1,5..1,6$  instabil.

## 5 Größen- und experimentunabhängige Bewertung der Fließspannungsbestimmung: Simulation von Eindringversuchen mit der Finite-Elemente-Methode

Das folgende Kapitel beinhaltet eine kurze Einführung in die Finite-Elemente-Methode, FEM (Kap. 5.1) und deren Anwendung im Rahmen dieser Arbeit (Kap. 5.2 und 5.3).

### 5.1 Grundlagen der FEM

Die FEM ist ein umfassend beschriebenes Verfahren, weshalb folgender Abschnitt auf Büchern wie [MÜLLER und GROTH 1997], [BATHE 2002], [KNOTHE und WESSELS 2008] und [RIEG und HACKENSCHMIDT 2009] sowie auf der Dokumentation des genutzten FE-Programms *Ansys* [ANSYS MANUAL 2009] beruht. Sie stellt das in der Kontinuumsmechanik fester Körper am häufigsten eingesetzte numerische Näherungslösungsverfahren dar und ist auch darüber hinaus bei anderen Feldproblemen äußerst vielseitig einsetzbar. Falls keine analytische Lösung der Differentialgleichung eines Feldproblems gefunden werden kann, stellt die FEM Lösungen an diskreten Punkten des betrachteten Lösungsgebietes bereit. Der FEM-Ansatz ähnelt dabei der RITZ- und der GALERKIN-Methode zur näherungsweise Lösung partieller Differentialgleichungen. Bei der RITZ-Methode wird die Lösungsfunktion durch eine Linearkombination einfacher Ansatzfunktionen (inklusive deren Koeffizienten) ersetzt, welche sämtlich alle Randbedingungen erfüllen müssen. Ausgehend von der Annahme, dass für alle zulässigen Koeffizientenvariationen die korrekte Lösung eine mit der Lösungsfunktion formulierte Potentialgleichung minimiert, kann ein algebraisches Gleichungssystem  $[A] \cdot [x] = [b]$  aufgestellt werden, dessen Lösungsvektor  $[x]$  die Koeffizienten der Ansatzfunktionen und damit die näherungsweise Lösung enthält. Das GALERKIN-Verfahren nutzt nicht die Potential-Extremalbedingung, sondern geht direkt von der Variationsgleichung aus. Es wird dort der entstehende Restfehler der äquivalent einzuführenden Ansatzfunktionen minimiert (Methode der gewichteten Residuen). Mit diesem Vorgehen lässt sich ebenso ein Gleichungssystem formulieren, das als Lösungsvektor die Koeffizienten der Ansatzfunktionen liefert [BREITSCHUH und JURISCH 1993]. Im Fall der linearen Elastizitätstheorie kann dieser Lösungsvektor die Verschiebungen enthalten und die Variationsgleichung wird über das Prinzip der virtuellen Verrückungen erhalten. Das für das RITZ-Verfahren zu minimierende Potential ist dann die potentielle Energie, die Matrix  $[A]$  die Steifigkeitsmatrix und der Vektor  $[b]$  der Lastvektor. Für das RITZ-Verfahren müssen die Matrizen  $[A]$  symmetrisch und positiv definit sein. Das GALERKIN-Verfahren ist auch für unsymmetrische  $[A]$  anwendbar. Für symmetrische und positiv definite Matrizen gehen die Verfahren dann aber ineinander über. Das Vorgehen bei der FEM ähnelt diesen beiden Verfahren, nur dass die Ansatzfunktionen nicht mehr global, sondern abschnittsweise eingeführt werden. Ein solcher Abschnitt des gesamten Lösungsgebiets ist

ein finites Element. Der gesamte Lösungsbereich wird dementsprechend mit einem Netz dieser Elemente überzogen. In jedem dieser Elemente gelten einfache lokale Ansatzfunktionen (Formfunktionen) für die gesuchten Größen, wie hier für die Verschiebungen. Die einzelnen Elemente sind über Knotenpunkte miteinander verbunden. Diese Knoten sind die diskreten Stellen, an denen die Verschiebungslösungen bestimmt werden. Die Verschiebungen innerhalb der Elemente werden über die an die Knoten gekoppelten Ansatzfunktionen angenähert. Alle Randbedingungen wirken nur auf die Knoten. Mit Hilfe des GALERKIN-Verfahrens können über eine Variationsgleichung Berechnungsvorschriften für die Elementsteifigkeitsmatrizen gewonnen werden. Diese werden dann durch numerische Integration an so genannten GAUSS-Punkten bestimmt und global zur Gesamtsteifigkeitsmatrix kombiniert. In Verbindung mit den Randbedingungen entsteht damit ein Gleichungssystem mit der Gesamtsteifigkeitsmatrix, den Verschiebungen und den Lasten, welches als Lösung die Verschiebungen der Knoten liefert. Da linear elastische Probleme stets symmetrische und positiv definite Steifigkeitsmatrizen haben, ist die Forderung des RITZ-Verfahrens nach der Minimierung der potentiellen Energie mit dem Verschiebungslösungsvektor automatisch mit erfüllt. Über die relativen Unterschiede der Knotenverschiebungen kann jetzt in den Elementen oder für die Knoten die Verzerrung bestimmt werden. Mit dieser und dem elementweise über die Elementsteifigkeitsmatrix bekannten Materialverhalten können dann die Spannungen bestimmt werden. Wegen der elementweisen Zerlegung des Lösungsgebietes ist die FEM gut für kompliziert berandete Probleme geeignet. Ein Nachteil für den vorliegenden Anwendungsfall ist aber, dass keine Elemente zur Beschreibung eines unendlichen Halbraumes existieren. Solche Räume müssen mit diskreten Elementen näherungsweise modelliert werden (Abb. 5.1). Bei der Simulation von Nanoindentationsexperimenten treten mehrere Nichtlinearitäten auf, mit denen das verwendete FE-Verfahren umgehen muss. Zum Beispiel müssen Materialnichtlinearitäten<sup>1</sup> beachtet werden. Zudem erzeugen solche elastisch-plastischen Eindringversuche durch sich verändernde Kontaktrandbedingungen Strukturnichtlinearitäten. Aufgrund der vorliegenden großen Deformationen ist auch eine geometrische Linearisierung nicht mehr zulässig und die vorliegenden Größen müssen in der Momentankonfiguration (CAUCHYScher Spannungstensor und logarithmische Verzerrung) beschrieben werden. Eine direkte Abbildung der Ausgangskonfiguration auf die Endkonfiguration (totale LAGRANGESche Beschreibungsweise) ist deshalb schwierig und das Problem muss inkrementell von der Ausgangskonfiguration über mehrere Zwischenkonfigurationen zur Endkonfiguration entwickelt werden (fortgeschriebene LAGRANGESche Beschreibungsweise). Für die Simulation bedeutet das die Einführung einer Zeit  $t$ , also eine zusätzliche zeitliche Diskretisierung der Lösung mit den Inkrementen  $\Delta t$ . Im aktuellen Schritt  $t$  wird dann kein Bezug mehr zur Ausgangskonfiguration bei  $t = 0$  hergestellt, sondern die jeweils vorherige Zwischenkonfiguration als Referenz verwendet. Für jeden Zeitschritt soll wieder ein Gleichgewicht zwischen äußeren Lasten und Knotenschnittkräften erreicht werden. Dafür werden zum Zeitpunkt  $t$  die Gleichungen linearisiert und die Lösung für  $t + \Delta t$  extrapoliert. Bevor dann der nächste Schritt  $t + 2\Delta t$  berechnet wird, muss mittels eines NEWTON-RAPHSON-Verfahrens bei  $t + \Delta t$  die Lösung für die Verschiebungen und die neue Tangentensteifigkeitsmatrix iterativ soweit verbessert werden, dass näherungsweise

---

<sup>1</sup>Die Elementsteifigkeitsmatrix für einen nichtlinearen Spannungs-Verzerrungs-Verlauf ergibt sich jetzt in Abhängigkeit vom vorliegenden Verzerrungswert als Tangentensteifigkeitsmatrix. Ebenso wird die aktuelle lokale Fließspannung in Abhängigkeit der verwendeten Fließregel und der Verzerrung bestimmt.

ein Gleichgewichtszustand erreicht ist. Für eine Erhöhung der Lösungsgenauigkeit, notwendig zum Beispiel in der Fließzone, kann unter anderem die Elementgröße verringert werden. Eine Betrachtung aller für die nichtlineare FEM notwendigen Verfahren ist im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich und es wird auf die angeführte Literatur verwiesen.

## 5.2 Verwendete Modelle

Ein Eindringversuch mit einer Berkovichpyramide (Abb. 2.12) ist eine komplexe physikalische Situation. Der Probenhalbraum ist im Allgemeinen inhomogen und anisotrop. Zudem ist der Kontakt gekennzeichnet durch die Oberflächenrauheit und das individuelle Reibungsverhalten der Kontaktpartner<sup>2</sup>. Der Indenter selbst besitzt eine komplizierte nicht-ideale Form und ist als Diamant-Einkristall ebenso anisotrop. Informationen über die elastisch-plastischen Probeneigenschaften, wie zum Beispiel das dem Material angemessene Fließkriterium, das Verhalten der Probe bei plastischer Verzerrung, eine Verschiebung der Fließfläche bei plastischer Verformung (nicht-isotrope Verfestigung) liegen meist unzureichend vor. Ebenso sind die Auswirkungen der eigentlich kinetischen Natur des Fließprozesses (Kriechen, Viskoplastizität) und des diskreten lokalen Ursprungs von plastischen Verformungen (*Size effect*) oft nicht bekannt. Hinzu kommen noch Verdichtungsprozesse, Temperatureinflüsse und eine Verkippung der Probenebene. Ein FE-Modell muss aber in einem sinnvollen Rahmen realisier- und parametrierbar bleiben und so können nicht alle genannten Einflüsse bedacht werden. Die verwendete Simulation sollte so schlank konzipiert sein, dass mit möglichst wenigen Parametern noch Rückschlüsse auf die zu untersuchenden Aspekte zulässig sind. Im vorliegenden Fall sollen die Auswirkungen von grundlegenden Materialparametern auf die Fließspannungsbestimmung mittels Pyramideneindringversuchen untersucht und nicht Experimente so exakt wie möglich nachgebildet werden. Die FE-Modelle sollen deshalb zum einen den Modellannahmen der untersuchten Fließspannungsbestimmungsverfahren entsprechen (Kegelgeometrie und Materialmodell nach Gl. (2.5)) und zum anderen eine grobe Verbindung zu den echten Experimenten herstellen (Pyramidengeometrie und experimentell bestimmter  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Verlauf). Deshalb werden zwei Modellstufen gewählt: Der äquivalente Kegel wird rotationssymmetrisch modelliert (Abb. 5.1d<sub>1,2</sub>), wobei sich die Volumengeometrie zu einem Flächenmodell reduziert und damit weniger Elemente als im dreidimensionalen Fall benötigt werden (5000-22000, je nach Kontaktgeometrie). Dadurch wird Rechenzeit gespart und die Modellierung kann detaillierter ausfallen (Abb. 5.1d<sub>2</sub>). Für das 2d-Kegelmodell werden die 2d-4-Knoten-Viereckselemente PLANE182 mit linearen Ansatzfunktionen verwendet. Die Pyramidengeometrie muss dreidimensional modelliert werden, jedoch ist es durch die drei Symmetrieebenen einer Berkovichpyramide (Draufsicht) ausreichend, einen 60°-Ausschnitt dieser zu verwenden (Abb. 5.1a,b,c<sub>1,2</sub>). Trotzdem ergibt sich hier eine hohe Elementanzahl von circa 46000. Die Spitzenverrundung konnte mittels Spline-Funktionen durch das Einfügen krummlinig berandeter Flächen berücksichtigt werden. Für das 3d-Modell werden die 3d-8-Knoten-Quaderelemente SOLID185 mit ebenso linearen Ansatzfunktionen verwendet.

<sup>2</sup>Für die Diamant-Proben-Reibung wurden über lateral verschobene Kugelkontakte COULOMB-Reibzahlen von  $0,02 < \mu < 0,04$  bestimmt. Als Mittelwert wird deshalb  $\mu=0,03$  in den FE-Modellen verwendet.

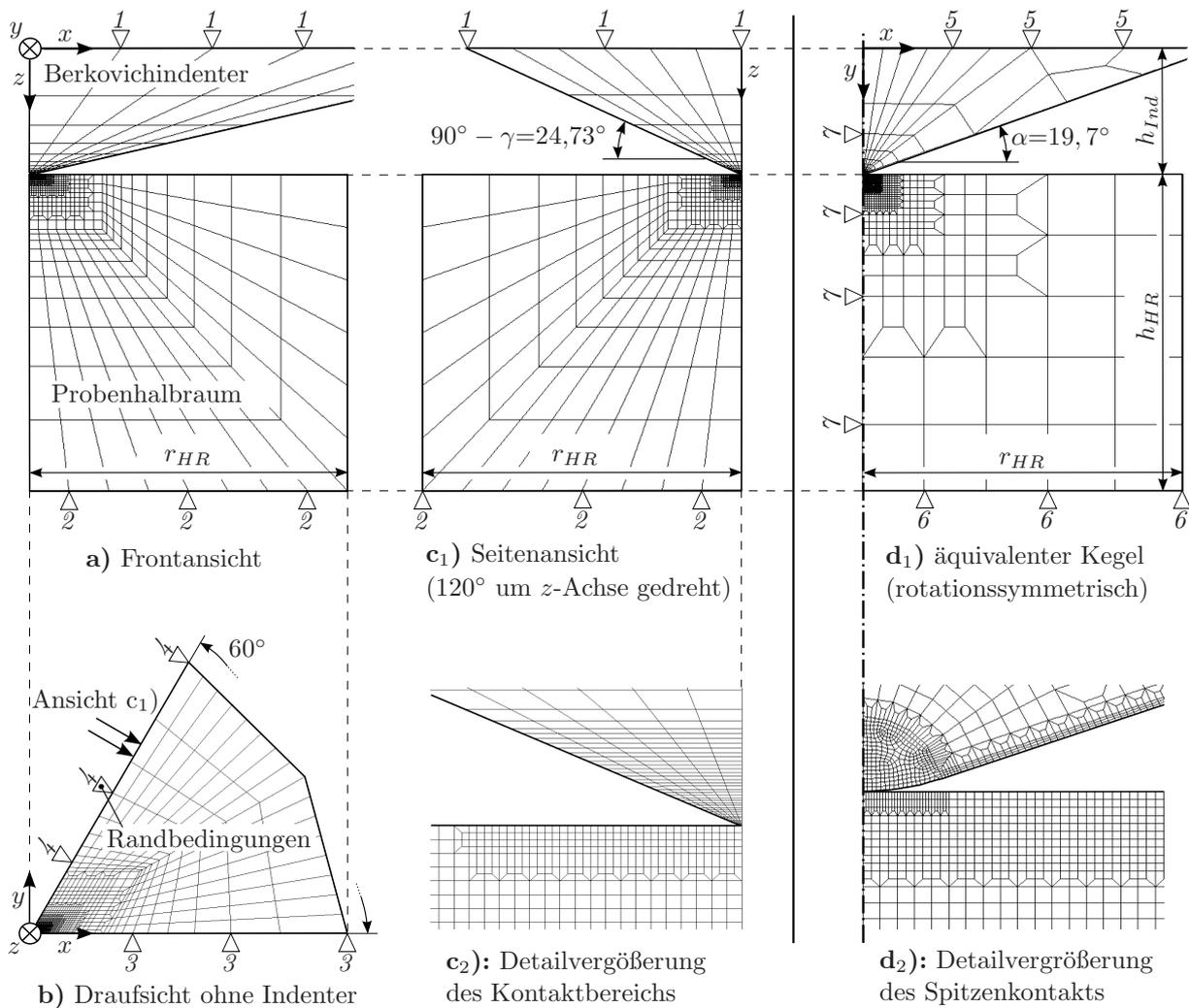


Abb. 5.1: **FE-Modelle:** Netze eines Berkovichindenter-Halbraum-Kontaktes:

a), b) und c<sub>1,2</sub>): 1/6-Ausschnitt der Berkovichpyramide;

d<sub>1,2</sub>): äquivalenter Kegel (rotationssymmetrisch um  $y$ ),

**Geometrie:** Indenterhöhe  $h_{Ind}=100\mu\text{m}$ , Halbraumradius, -höhe  $r_{HR}=h_{HR}=250\mu\text{m}$ ,

**Randbedingungen:** gelten für alle Knoten einer Fläche (Pyramide) bzw. Linie (Kegel): 1:  $u_z=h$  ( $h$ -Eindringtiefe,  $h < 1,5\mu\text{m}$ ),  $u_{x,y}=0$  / 2:  $u_{x,y,z}=0$  / 3:  $u_y=0$ ,  $\text{rot}(x,z)=0$  / 4: wie 3, aber Koord.sys.  $60^\circ$  um  $z$  gedreht / 5:  $u_y=h$ ,  $u_x=0$  / 6:  $u_{x,y}=0$  / 7:  $u_x=0$ .

Bei der Halbraummodellierung werden die Netze in Relation zur erlaubten Eindringtiefe ( $h < 1,5\mu\text{m}$ ) dimensioniert (Abb. 5.1). Diese Netze werden dann je nach Eindringtiefe und Spitzengeometrie dort weiter verfeinert, wo große Verzerrungsgradienten auftreten. Die verwendeten Materialmodelle für das isotrope und homogene Materialverhalten sind das Modell nach Gl. (2.5) und ein multilinearer Ansatz der  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Kurve, jeweils unter Verwendung des VON-MISES-Fließkriteriums und isotroper Verfestigung<sup>3</sup>. Der Eindringprozess wird verschiebungsbasiert über die in Abb. 5.1 gezeigten Randbedingungen 1 bzw. 5 realisiert. Ein besonderes Augenmerk muss auf der durch die großen Deformationen schwierigen Kontaktmodellierung liegen. Dazu werden im Kontaktbereich die Netze von Indenter und Probe jeweils mit Kontaktelementen überlagert. Bei der 2d-Geometrie sind dies dann Linienelemente und bei der 3d-Geometrie Flächenelemente. Diese Kontaktele-

<sup>3</sup>Die Modelle können um Effekte wie *Size effect*, Kriechen, Viskoplastizität, Anisotropie, Verdichtung oder auch Oberflächenrauheit erweitert werden, womit aber stets die Parameteranzahl steigt.

mente werden stets paarweise eingeführt. Ein Kontaktpartner wird mit *Contact*- und der gegenüberliegende mit *Target*-Elementen belegt. Im vorliegenden Anwendungsfall ist es schwierig, eine numerisch stabile Kontaktsimulation herzustellen, weshalb die aufwendigere symmetrische Kontaktmodellierung verwendet wird. Jeder Kontaktpartner wird dabei mit *Target*- und *Contact*-Elementen überlagert, womit dann zwei Kontaktpaarungen mit identischer Geometrie entstehen. Die Simulation des Kontaktes wird durch das Erzwingen von Kontakttrandbedingungen in den Knoten über die LAGRANGE-Multiplikator-Technik (*argumented*-LAGRANGE) realisiert [ANSYS MANUAL 2009], [WILLNER 2003]. Als 1d-2-Knoten-Kontaktelemente im Kegelmodell werden CONTA171 bzw. TARGE169 und als 2d-4-Knoten-Kontaktelemente im Pyramidenmodell CONTA173 und TARGE170 verwendet.

Die Kraft-Verschiebungs-Kurve des Modells ergibt sich nach beendeter Simulation des Eindring- und Entlastungsprozesses aus vorgegebener zeitdiskretisierter Verschiebung und der bei jedem Zeitschritt  $t$  vorliegenden Summe der Kontaktkräfte aller in Kontakt befindlichen Knoten. Die beiden beschriebenen Modellstufen erzeugen mit diesen Voraussetzungen beinahe identische  $F$ - $h$ -Kurven, was für eine gute Vergleichbarkeit von äquivalenter Kegel- zur Pyramidengeometrie spricht (Abb. 5.2a). Zu erkennen ist auch, dass die Modelle bei Nutzung eines angemessenen Materialmodells mit experimentell ermittelten  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Kurven, mit Ausnahme des unteren Teils der Entlastungskurve<sup>4</sup>, die experimentellen Daten trotz vereinfachender Modellannahmen sehr genau abbilden. Mit den eingeführten Modellen lassen sich jetzt ohne experimentelle Störeinflüsse, wie *Size effect*, Oberflächenrauheit, Oberflächenverkipfung und Ähnlichem die Fließzonengeometrie, die Spannungs-Verzerrungs-Felder und das *Pile up*-Verhalten für die verwendeten kontinuumsmechanischen Materialmodelle untersuchen. Mittels einer Reidentifikation der vorgegebe-

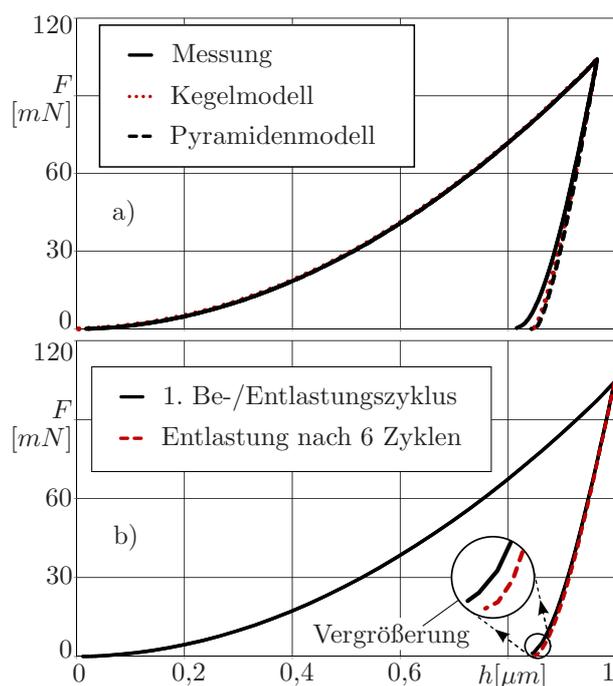


Abb. 5.2: Vergleich der  $F$ - $h$ -Kurven: a) von FEM und Experiment (polierter HV400-Stahl) und b) des 1. und 6. Zyklus einer 6-fachen Be- und Entlastung (HV400, unpoliert).

<sup>4</sup>Der schmale Kontaktspalt bei der Entlastung (vergleiche *flat punch*-ähnliches Profil des effektiv geformten Indenters, Abb. 4.1d u. 4.3re) führt zu einem störanfälligen Kontakt, bei dem an den Seitenflächen des Indenters auch nach Kontaktverlust der Indenterspitze noch Kontakt vorliegen kann. Das kann zu einem größeren Entlastungsweg führen (Abb. 5.2a). Eigene FE-Untersuchungen mit Einbeziehung eines Kippwinkels bestätigen dies. Des Weiteren wurde an einer Zweitprobe HV400-Stahl ein auf 6 Be-/Entlastungszyklen erweiterter Standard-Messzyklus (Abb. 3.2) angewandt [OLIVER und PHARR 1992]. Der reale Fließprozess erweist sich dabei als nie vollständig abgeschlossen, was ebenso zu den Abweichungen der FE-Kurven beiträgt (Abb. 5.2b). Bei einem Verfahren, das auf einem Messungs-FEM-Abgleich basiert, sollte deshalb sorgfältig auf die Verkipfung, die Oberflächenrauheit, die Maschinensteifigkeit und die Nutzung von Mehrfachbelastungszyklen geachtet werden. Die Abweichung der HV400-Erst- zur Zweitprobe (Abb. 5.2a,b) könnte über eine unterschiedliche Materialcharge, die Oberflächenrauheit oder eine Bearbeitungsrandschicht erklärbar sein.

nen Materialparameter können zudem auf denselben Materialmodellen basierende Verfahren zur Materialparameterbestimmung auf ihre Anwendbarkeit untersucht werden. Auf Basis des Kegelmodells wurde unter Verfeinerung des Netzes und Vergrößerung des Winkels  $\alpha$  auf  $30^\circ$  zudem ein Kontaktmodell einer Kugelspitze (Abb. 2.12) erstellt.

### 5.3 Verwendung der FE-Simulationen

Beide FE-Modelle werden sowohl für die Einsicht in das Spannungs-Verzerrungs-Feld realer Experimente als auch für eine Abschätzung des Einflusses von Materialparametern auf die Fließspannungsbestimmung mittels Berkovicheindringversuchen verwendet. Für ersteren Zweck werden möglichst viele Informationen über das reale Probenverhalten aus Referenzverfahren, wie der SAW-Methode (Kap. 2.2.2) oder elastischen Kugelmessungen (Kap. 2.2.1) für den E-Modul, der LPU-Methode (Kap. 2.2.1) oder den ECM (Kap. 2.1.4) für die Fließgrenze, den Druckversuchen (Kap. 2.2.3) für den vollständigen  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Verlauf sowie auch der Spitzenverrundung (Kap. 3.1.1) für die Parametrierung der FE-Modelle verwendet. Für die zweite Anwendung wird die Anzahl der Probenmaterialparameter soweit reduziert, dass eine Parameterfeldvariation realisierbar wird, aber noch Aussagen über den grundlegenden Materialeinfluss zulässig sind (Kap. 5.3.2).

#### 5.3.1 Auswertungsprozeduren

Für die beiden oben genannten Anwendungen werden zahlreiche Informationen aus den FE-Simulationen benötigt, über deren Bestimmung hier ein kurzer Überblick gegeben wird. **Direkt über die FEM ermittelte Werte:** Aus dem Verschiebungsfeld des entlasteten Kegelmodells werden die geometrischen Kontaktradien  $a_c$  mit und ohne *Pile up* ausgelesen. Im entlasteten Zustand wird ebenso für beide Modelle die Resteindrucktiefe  $h_0$  (Abb. 2.14b), die maximale *Pile up*-Höhe  $h_{PU}$  (Abb. 3.3a) sowie anhand des  $\sigma_{VM}$ -Feldes das räumliche Maximum der VON-MISES-Restspannung  $\hat{\sigma}_{VM,rest}$  (Abb. 4.1b) ermittelt. Das Verhältnis von Fließzonenradius  $a_Y$  zu  $a_c$  ( $a_c$  bis zum letzten Berührungspunkt, also inkl. *Pile up*, Abb. 4.1a) wird, wie das Verhältnis von  $h_Y$  (Tiefenausdehnung der Fließzone) zu  $h_c$ , bei Maximallast aus dem  $\varepsilon_{pl,VM}$ -Feld bestimmt<sup>5</sup>.

**Aus den  $F$ - $h$ -Kurven bestimmte Werte** (für Parametervariation, Kap. 5.3.2): Zur Auswertung der  $F$ - $h$ -Kurven wurden den FE-Modellen angepasste Flächen- und Steifigkeitsfunktionen und die in Kap. 3.1.1 beschriebenen Auswertprozeduren verwendet. Die *pile up*-unabhängige Größe  $W_{el}/W_{tot}$  (Kap. 2.1.3iii) ergibt sich sofort. Danach wurde mittels Anpassung des E-Moduls  $E_{IT}$  aus der OLIVER-PHARR-Methode, Gl. (2.15-2.17), an den Sollwert  $E_{FE}$  der effektive  $PUF$  (Kap. 3.1.1) ermittelt. Alle weiteren, auf der OLIVER-PHARR-Methode und ihren Ergebnissen aufbauenden Werte wurden dann für den effektiven  $PUF$ , den geometrischen  $PUF$  (aus FE-Verschiebungsfeld) und für  $PUF=1$  ermittelt. Exemplarisch seien für diese dreifach ausgewerteten Parameter die Werte aus der OLIVER-PHARR-Methode ( $H_{IT}$ ,  $E_{IT}$ ,  $a_c$ , usw.) sowie damit erzeugte Werte wie  $H/Y$  (Kap. 2.1.3ii) und die Fließgrenzen aus den *Expanding cavity*-Modellen (Kap. 2.1.4) genannt.

---

<sup>5</sup>Für das Pyramidenmodell wird das Verhältnis  $a_Y/a_c$  als Mittelwert über die zwei Richtungen der vertikalen Modellgrenzflächen (Kante, Seitenflächenmitte, Abb. 5.1a,c<sub>1</sub>) bestimmt. Für weiche Materialien wird  $a_Y$  am geometrischen Wendepunkt der Fließzonen-grenze angesetzt (Abb. 4.1a).

**Das Konzept des effektiv geformten Indenters:** Das Konzept des effektiv geformten Indenters wurde in Form aller fünf in Kap. 4.2 beschriebenen Fitprozeduren umgesetzt. Es wurden dabei alle relevanten Parameter, wie  $a_{c,EI}$ , die Fitkoeffizienten und  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  aufgenommen. Zusätzlich wurden, über den Rahmen der Arbeit hinausgehend, weitere Verfahren zur Fließspannungsbestimmung, wie zum Beispiel ein Verfahren, das die repräsentativen Verzerrungen nutzt [MATA et al. 2002], [MATA und ALCALÁ 2003], betrachtet (Kap. A.3).

### 5.3.2 Materialparametervariation

Als Haupteinflussparameter auf Berkovicheindringversuche werden  $E/Y$  (Klassifizierung des Probenmaterialverhaltens, Kap. 2.1.3), das Verhältnis E-Modul der Probe zu E-Modul des Indenters  $E/E_{Indenter}$  (Einfluss der Indenterdeformation, siehe auch Abschnitt 'Verwendung von Saphir als Referenzmaterial' in Kap. 3.1.1) und der Verfestigungsexponent  $n$  (Repräsentation des Probenverfestigungsverhaltens) verwendet. Mit dem für die FE-Simulationen genutzten Materialmodell aus Gl. (2.5) führt das zu den zu variierenden Probenparametern  $E_{FE}$ ,  $Y_{FE}$  und  $n_{FE}$ . Um den Einfluss von  $E/Y$ ,  $E/E_{Indenter}$  und  $n$  in physikalisch sinnvollen Bereichen zu untersuchen, werden im FE-Materialmodell die in Tab. 5.1 aufgelisteten Parameterkombinationen, jeweils für die Kegel- und die Pyramidengeometrie, verwendet und die Auswerteprozeduren aus dem vorherigen Abschnitt angewandt. Reihe 1 dient als Parameterzentrum, in der das Materialverhalten von elastisch dominiert ( $(E/Y)_{FE}=5$ ) bis vollplastisch ( $(E/Y)_{FE}=400$ ) variiert wird. Der E-Modul bleibt dabei konstant bei  $E_{FE}=100\text{GPa}$ . Um den Einfluss von  $E/E_{Indenter}$  abzuschätzen, wird Reihe 2 als eine verkürzte Version von Reihe 1 bei höherem Proben-E-Modul ( $E_{FE}=400\text{GPa}$ ) eingeführt. Zu gleichem Zweck wird in Reihe 3 das Verhältnis  $(E/Y)_{FE}=100$  fixiert und  $E_{FE}$  sowie  $Y_{FE}$  grob gerastert. Um das Verfestigungsverhalten einzubeziehen, wurden diese 3 Reihen für die 2 Modellstufen je viermal für verschiedene  $n_{FE}$  durchlaufen (Tab. 5.1). Damit liegt eine Datenbasis für alle Parameter, Modellgeometrien und Auswerteverfahren vor, mittels der vielfältige Aussagen über Eindringversuche und deren Auswerteverfahren gemacht werden können. Die für diese Arbeit wichtigsten Aussagen werden in Kap. 6 vorgestellt.

Tab. 5.1: **Parameterschema der FE-Simulationen** (je für das Kegel- und Pyramidenmodell):  
konstante Parameter: Querkontraktionszahl  $\nu=0,3$ ,  $E_{Indenter}=1140\text{GPa}$ ,  $\nu_{Indenter}=0,07$ ,  
Eindringtiefe  $h=1\mu\text{m}$ , Spitzenradius  $r=180\text{nm}$ , Reibzahl  $\mu=0,03$ ,  
varierte Parameter: E-Modul  $E_{FE}$ , Fließgrenze  $Y_{FE}$ , Verfestigungsexponent  $n_{FE}^*$ .  
(\*: für die  $n$ -Variation wird das komplette Schema bei  $n_{FE}=0/0,05/0,15/0,3$  wiederholt)

1	$E_{FE}=\text{konst.}=100\text{GPa}$	$(E/Y)_{FE}$	5	7,5	10	20	30	40	50	75	100	150	200	400
		$Y_{FE}[\text{GPa}]$	20	13,33	10	5	3,33	2,5	2	1,33	1	0,66	0,5	0,25
2	$E_{FE}=\text{konst.}=400\text{GPa}$	$(E/Y)_{FE}$	10	25	40	80	100	200	400					
		$Y_{FE}[\text{GPa}]$	40	16	10	5	4	2	1					
3	$(E/Y)_{FE}=\text{konst.}=100$	$E_{FE}[\text{GPa}]$	50	100	200	400								
		$Y_{FE}[\text{GPa}]$	0,5	1	2	4								



## 6 Ergebnisse der FEM-Untersuchungen

Im folgenden Kapitel stehen ausgewählte Ergebnisse der FE-Untersuchungen im Mittelpunkt. Die als Referenzverfahren benutzten *Expanding cavity*-Modelle (Kap. 2.1.4) werden in Kapitel 6.1 näher betrachtet. In Kapitel 6.3 werden die gewonnenen Erkenntnisse über das OLIVER-PHARR-Verfahren (Kap. 2.2.1) und die zusammengesetzten Materialparameter (Kap. 2.1.3) vorgestellt. Am Schluss, in Kapitel 6.4, liegt der Fokus auf dem Konzept des effektiv geformten Indenters und die dazu gewonnen Erkenntnisse über dessen Fitprozeduren, die Fließspannungsbestimmung mit dem Konzept und dessen Einflussfaktoren.

### 6.1 Bewertung der *Expanding cavity*-Modelle

Zur Untersuchung der ECM werden die mittels der FEM erzeugten  $F$ - $h$ -Kurven (Tab. 5.1) mit einer passenden Flächen- und Steifigkeitsfunktion ( $S_M = \infty$ ) nach dem effektiven *Pile up*-Faktor  $PUF$ , dem E-Modul  $E_{IT}$  und der Härte  $H_{IT}$  ausgewertet (Kap. 5.3.1). Mittels  $H_{IT}$  und  $E_{IT}$  werden dann die Fließspannungen  $Y_{ECM_i}$  bestimmt. In der dazu verwendeten Software *IndentAnalyzer* ([www.asmec.de](http://www.asmec.de)) ist die OLIVER-PHARR-Methode und das idealplastische ECM, Gl. (2.12), letzteres jedoch mit einer Beschränkung von  $H_{IT}/Y_{ECM_i} \leq 3$ , implementiert. Dabei wird nur unterhalb von  $H_{IT}/Y_{ECM_i} = 3$  die Fließspannung  $Y_{ECM_i}$  über das ECM nach Gl. (2.12) bestimmt. Beim Überschreiten von  $H_{IT}/Y_{ECM_i} = 3$  wird  $Y_{ECM_i}$  dann aufgrund der Annahme der Gültigkeit der TABOR-Relation auf  $Y_{ECM_i} = H_{IT}/3$  gesetzt. Die Optimierungsprobleme für das unbeschränkte idealplastische ECM, Gl. (2.12), und das ECM für verfestigende Materialien, Gl. (2.13), werden von Hand ausgeführt. Die Fließspannungswerte  $Y_{ECM_i}$ , die so mit dem idealplastischen ECM gewonnen werden, liegen ansatzgemäß für schwach verfestigende Materialien (kleine Verfestigungsexponenten  $n$ ) nah am Eingabewert der Fließspannungen  $Y_{FE}$  (Abb. 6.1a,b). Dabei zeigt sich dort (also in der Nähe von idealplastischem Verhalten) bei niedrigen  $E/Y$ -Verhältnissen eine Überschätzung und bei großen  $E/Y$ -Werten eine Unterschätzung von  $Y_{FE}$  (Abb. 6.1a,b). Für stark ausgeprägte Verfestigung werden die Fließspannungswerte dann überall deutlich überschätzt (Abb. 6.1c), da dort die Spannungswerte bei der repräsentativen Verzerrung einer Berkovichpyramide  $\sigma(\varepsilon_r)$  durch die starke Verfestigung deutlich über den Spannungen bei der Fließdehnung  $\sigma(\varepsilon_Y)$  liegen, aber aufgrund der Annahme von idealplastischem Verhalten die  $\sigma(\varepsilon_r)$  dennoch als repräsentativ für  $\sigma(\varepsilon_Y)$  gedeutet werden. Die Begrenzung von  $H_{IT}/Y_{ECM_i} \leq 3$  wird nur für große  $E/Y$ -Werte wirksam, da für kleiner werdende  $E/Y$  der *Constraint factor*  $H/Y$  (Kap. 2.1.3ii) gegen 1 strebt (Abb. 6.7). Für nicht verfestigende Materialien bringt diese Begrenzung auf 3 eine Verbesserung der ermittelten Fließspannungswerte mit sich (Abb. 6.1a). Bei verfestigenden Materialien liegen jedoch tatsächlich Werte von  $H/Y > 3$  vor (Abb. 6.7) und die Begrenzung auf  $H_{IT}/Y_{ECM_i} \leq 3$  führt zu einer Überschätzung der  $Y_{FE}$ -Werte (Abb. 6.1b,c). Das hier verwendete idealplastische ECM von BUSHBY und SWAIN nutzt den Faktor  $K=1,15$ , Gl. (2.12). Beim ursprünglichen Modell von JOHNSON (Kap. 2.1.4) ist  $K=4/3$  und lie-

fert damit leicht höhere Werte in  $Y_{ECMi}$ . Die Verschiebung zu kleineren  $Y_{ECMi}$ -Werten bei Nutzung von  $K=1,15$  ist vermutlich der besseren Anpassung an reale verfestigende Materialien geschuldet. Für beide ECM-Modelle gilt, dass die effektive *Pile up*-Korrektur (Ermittlung des *PUF* über die Anpassung von  $E_{IT}$  an  $E_{FE}$ ) zu niedrigeren, und speziell für kleine  $n$  und große  $E/Y$  zu deutlich zu kleinen  $Y_{ECMi}$ -Werten führt (Abb. 6.1a,b,d und e). Bei zusätzlicher Kenntnis des Verfestigungsverhaltens liefert das ECM für verfestigende Materialien bei hohen Werten in  $n$  deutlich bessere Fließspannungswerte  $Y_{ECMv}$  als sein idealplastisches Pendant (Abb. 6.1f). Bestehen bleibt jedoch die Überschätzung der Fließspannungen bei kleinen  $E/Y$ -Verhältnissen. Eine Entscheidung, welche Variante der ECM im Rahmen dieser Arbeit genutzt werden soll, wird erst anhand der Auswertung der Experimentaldaten getroffen (Kap. 7.3.2).

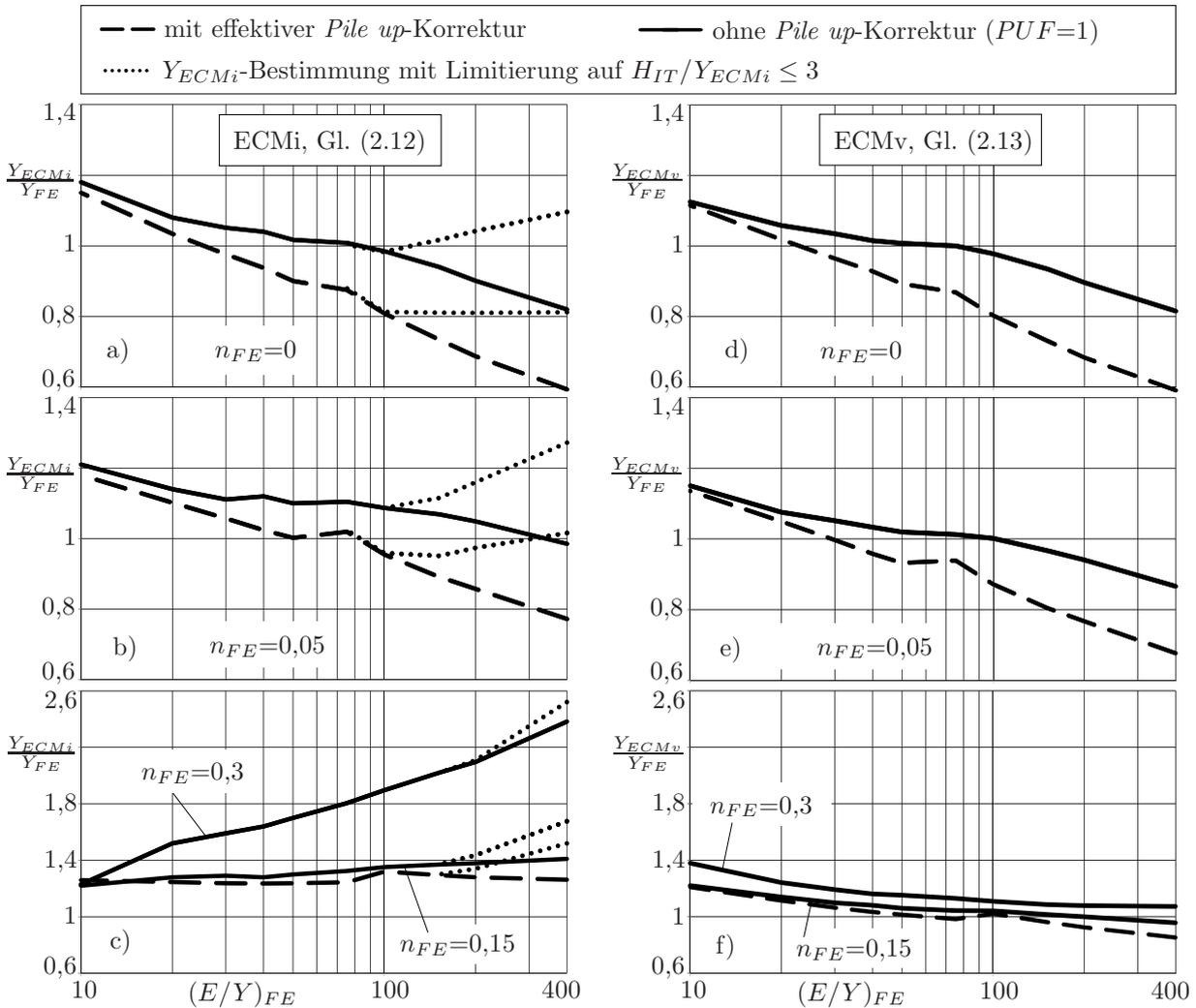


Abb. 6.1: **Bewertung der *Expanding cavity*-Modelle über die Verhältnisse von  $Y_{ECMi,v}$  zum Eingabewert  $Y_{FE}$  in Abhängigkeit von  $E/Y$  und  $n$ :**  
**links:** das ECM für idealplastisches Materialverhalten (ECMi), Gl. (2.12),  
**rechts:** das ECM für exponentiell verfestigende Materialien (ECMv), Gl. (2.13),  
 angewandt auf verschieden stark verfestigende FE-Materialien mit a), d)  $n_{FE}=0$ ,  
 b), e)  $n_{FE}=0,05$  und c), f)  $n_{FE}=0,15$  sowie  $n_{FE}=0,3$ ,  
 (FE-Parametervariation mittels Berkovichpyramidengeometrie (Kap. 5.3.1, 5.3.2, Tab. 5.1),  $E_{FE}=100\text{GPa}$ , Verwendung von  $E_{IT}$  anstelle von  $E^*$ ).

Die Software *IndentAnalyzer* nutzt für das ECMi anstatt des reduzierten E-Moduls  $E^*$ ,  $E_{IT}$  in Gl. (2.12) und (2.13). Da damit die Indentersteifigkeit vernachlässigt wird, wirkt sich eine Variation der Probensteifigkeit auf die Ergebnisse des ECM aus. Ist das Verhältnis von  $E/E_{Indenter}$  klein, wie im Fall der Parameterreihe 1 ( $E_{FE}=100\text{GPa}$ ,  $E_{FE}/E_{Indenter}=0,088$ , Tab. 5.1), ist der Unterschied von  $E_{IT}$  zu  $E^*$  vernachlässigbar. Bei steiferen Proben liegt  $E^*$  dann aber deutlich unter  $E_{IT}$ , was beim ECM zu kleineren Fließspannungswerten führt. Dieser Zusammenhang sorgt unter anderem dafür, dass für die Parameterreihe 2 ( $E_{FE}=400\text{GPa}$  und  $E_{FE}/E_{Indenter}=0,35$ , Tab. 5.1) stets niedrigere  $Y_{ECMi}$ -Werte als in Parameterreihe 1 erhalten werden (exemplarisch in Abb. 6.2a dargestellt). Wird die Indentersteifigkeit über  $E^*$  mit einbezogen, liegen die Werte für hohe Proben-E-Moduln wieder in der Nähe der Werte für kleine  $E_{FE}/E_{Indenter}$  (Abb. 6.2a). Aufgrund dieser Erkenntnis werden im weiteren Verlauf der Arbeit die ECM stets unter Nutzung von  $E^*$  verwendet. Die Unterschiede in den  $Y_{ECM}$ -Werten bei Verwendung der Berkovichgeometrie oder des äquivalenten Kegels ist relativ klein, wobei die Werte für die Kegelgeometrie stets leicht über denen der Pyramidengeometrie liegen (exemplarisch in Abb. 6.2b dargestellt).

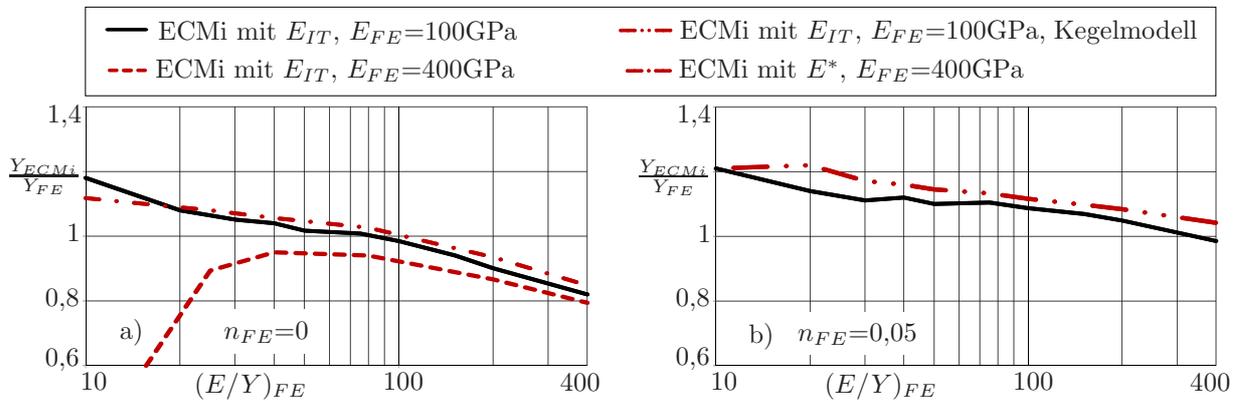


Abb. 6.2: a)  $E^*$ - und b) Indentergeometrieinfluss auf das ECMi, Parameterreihen für Berkovichindenter (Tab. 5.1), ohne *Pile up*-Korrektur und  $H_{IT}/Y_{ECMi} \leq 3$ -Begrenzung.

## 6.2 Eigenschaften des LPU-Verfahrens

Dem LPU-Verfahren (Kap. 2.2.1) liegt die Detektion des Fließbeginns bei Kugelkontakt zu Grunde. Um die Einflüsse des Materials ( $E/Y$ ,  $n$ ) und des Kugelradius  $R$  auf diesen Prozess zu untersuchen, wurden Simulationen von Diamantkugeleindrücken (Kap. 5.2,  $R=30\mu\text{m}$  und  $5\mu\text{m}$ ) mit an reale Materialien angelehnten FE-Materialien (FS:  $E=72\text{GPa}$ ,  $\nu=0,17$ ,  $Y_{FE}=8\text{GPa}$ ,  $n = 0,04$ ; Stahl:  $E=210\text{GPa}$ ,  $\nu=0,3$ ,  $Y_{FE}=3\text{GPa}$ ,  $n = 0,1$ ) durchgeführt. Die Fließzone bei Kugelkontakt entsteht entsprechend des räumlichen Maximums der VON-MISES-Spannung (Abb. 2.16b) un-

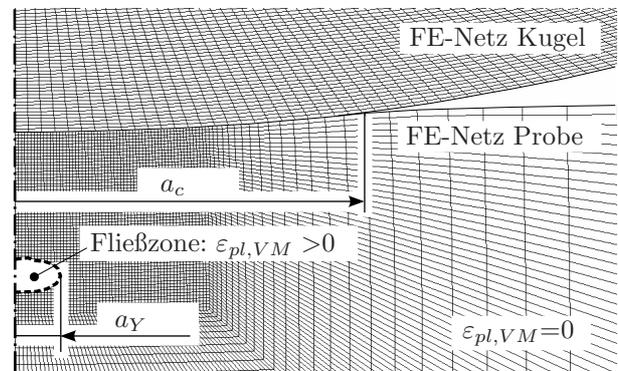


Abb. 6.3: Fließbeginn bei Kugelkontakt (FEM):  $\varepsilon_{pl,VM}$ -Feld für eine Stahlprobe.

terhalb der Oberfläche und ist zu Beginn sehr viel kleiner als der Kontaktradius  $a_c$  (Abb. 6.3). Nach dem Entlasten solcher frühen Stadien des plastischen Kugelkontakts erzeugt die Fließzone Zugeigenspannungen im Material. Diese sind dann indirekt über Verschiebungen  $\hat{u}_{z,z=0}^{entlast}$  an der entlasteten Oberfläche wahrnehmbar, deren absolute Größe stark mit  $E/Y$ ,  $R$  und der Fließzonengröße  $a_Y$  variiert (Abb. 6.4a). Dies macht das Verfahren abhängig von

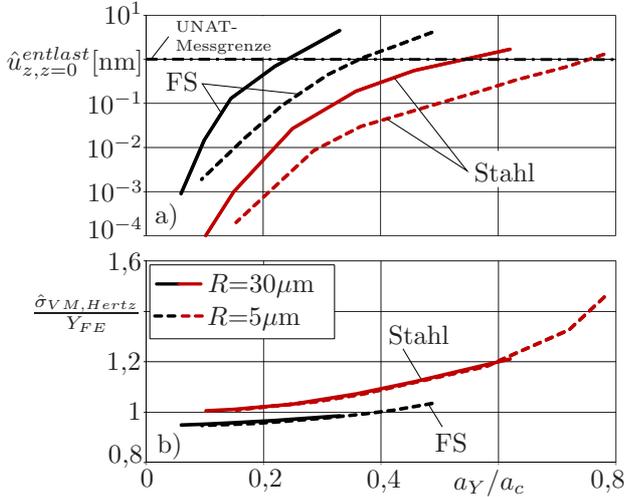


Abb. 6.4: **Fließbeginn bei Kugelkontakt:**

- a) maximale verbleibende Oberflächenverschiebung  $\hat{u}_{z,z=0}^{entlast}$ ,
- b) Quotient aus räumlichem Maximum der VM-Spannung des äquivalenten HERTZ-Kontakts  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}$  und  $Y_{FE}$ , für FS- und Stahl-ähnliche FE-Proben in Abhängigkeit von  $a_Y$  und  $R$ .

Absolut wird die Fließgrenze für den Kontakt mit der  $5\mu\text{m}$ -Kugel sogar um ca. 40% überschätzt. Dieser Effekt verstärkt sich noch, wenn die Messgenauigkeit geringer wird und die begrenzte Kraftauflösung an Bedeutung gewinnt. Die Verschiebung von  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}$  bei FS auf circa 5% unter den Eingabewert  $Y_{FE}$  ist durch die hohen Verzerrungen dieses Kontakts ( $h \approx 2\mu\text{m}$  bei  $R=30\mu\text{m}$ ) zu erklären, was gegen die Forderung nach kleinen Verzerrungen der HERTZschen Kontakttheorie verstößt.

### 6.3 Zusammenwirken der Materialparameter

Im folgenden Abschnitt werden die aus der FE-Parametervariation (Kap. 5.3.2) gewonnenen Erkenntnisse über die zusammengesetzten Materialparameter (Kap. 2.1.3) vorgestellt. Als Vorbetrachtung wird kurz auf die  $E_{IT}$ - und  $H_{IT}$ -Ermittlung (Kap. 2.2.1) eingegangen. Dies wird jedoch nicht weiter ausgebaut, da es sich um bekannte Zusammenhänge handelt. So erweist sich die Härte  $H_{IT}$  als abhängig von der Probenfließspannung  $Y$  und dem Verfestigungsexponenten  $n$ . Bei konstanten Randbedingungen steigt bei höheren Werten in  $Y$  oder  $n$  die Härte an. Wird das *Pile up* über den effektiven  $PUF$  (Kap. 3.1.1) korrigiert, ergibt sich die Härte unabhängig vom Verhältnis  $E/E_{Indenter}$ . Die Indenterdeformation (z.B. Abb. 3.6b) ist dann für die  $H_{IT}$ -Ermittlung vernachlässigbar. Im Gegensatz dazu

der Messgenauigkeit des genutzten Gerätes, da die LPU-Detektion des Fließbeginns für jedes Material und für jeden Kugelradius bei konstanter Auflösungsgrenze des Messsystems (z.B. UNAT-Wegauflösung: 1nm) auf ein anderes Stadium der Fließzonenentwicklung ( $a_Y/a_c$ ) verweist (Abb. 6.4a). Damit variiert auch die maximale VM-Spannung  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}$  des äquivalenten HERTZ-Kontakts (Abb. 6.4b). Bei kleinen  $E/Y$ -Werten und großen Kugelradien lässt sich so der Fließbeginn früher wahrnehmen. Umgedreht bedeutet das aber auch, dass bei steigenden  $E/Y$  und bei kleiner werdenden  $R$  die Fließgrenzen immer weiter überschätzt werden. Für das Stahl-ähnliche Material führt das zum Beispiel bei einer Wegauflösung von 1nm, rein durch die Verschiebung der Wahrnehmungsgrenze vom großen zum kleineren Kugelradius, zu einem Anstieg von  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}$  um ca. 25%.

ist  $W_{el}/W_{tot}$  und, damit eng verbunden, die Kontaktsteifigkeit  $S$  (Gl. 2.16) abhängig von  $E/E_{Indenter}$  (Abb. 6.5a). Dieser Effekt wird aber durch die Abhängigkeit der Kontakttiefe  $h_c$  (Gl. 2.17) von  $E/E_{Indenter}$  und der Verwendung von  $E^*$  soweit kompensiert, dass die Bestimmung von  $E_{IT}$  mittels  $S$  nicht durch  $E/E_{Indenter}$  beeinflusst wird.

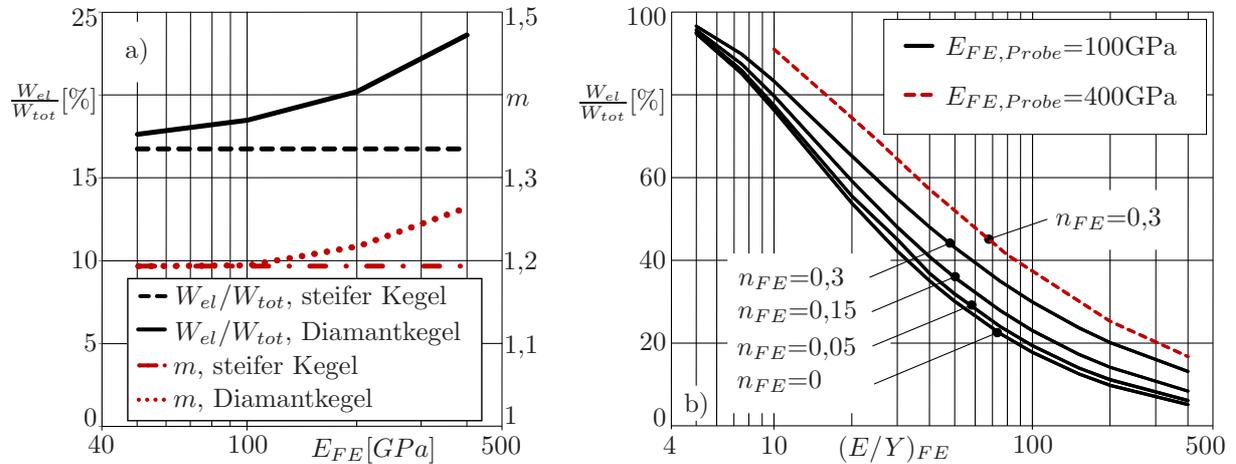


Abb. 6.5: **Einflussfaktoren auf  $W_{el}/W_{tot}$** : (FE-Parametervariationsreihen nach Tab. 5.1)

- a) Abhängigkeit vom Proben-E-Modul bei Kontakt mit Diamantkegeln und steifen Kegeln inkl. der Abhängigkeiten der Entlastungsexponenten  $m$  ( $(E/Y)_{FE}=100$ ,  $n_{FE}=0$ ),  
 b)  $E/Y$ -Abhängigkeiten bei variierenden  $n$  und  $E_{FE,Probe}$  (für Berkovichpyramiden).

Die zusammengesetzten Parameter  $E/Y$  und  $W_{el}/W_{tot}$  (Kap. 2.1.3) spielen in der vorliegenden Arbeit eine zentrale Rolle zur Beschreibung des Materialverhaltens.  $W_{el}/W_{tot}$  stellt dabei ein Alternative zur logarithmischen Auftragung von  $E/Y$  dar, da beide Kennwerte bei konstantem Proben-E-Modul  $E$  und Verfestigungsverhalten  $n$  eine eindeutige Zuordnung besitzen (Abb. 6.5b). Gegenüber  $E/Y$  besitzt  $W_{el}/W_{tot}$  zudem den Vorteil, direkt aus der Kraft-Verschiebungs-Kurve ablesbar zu sein und damit zusätzlich den Einfluss von  $n$  zu beinhalten. Dies führt unter anderem dazu, dass bei konstantem  $E$  die Härte  $H_{IT}$ , die abhängig von  $Y$  und  $n$  ist, selbst bei Variation von  $n$  einen eindeutigen Verlauf über  $W_{el}/W_{tot}$  behält. Dies ist bei der Darstellung von  $H_{IT}$  über  $E/Y$  nicht der Fall. Im Gegensatz zu  $E/Y$  ist  $W_{el}/W_{tot}$  aber stark abhängig vom Verhältnis  $E/E_{Indenter}$ , da ein höherer Proben-E-Modul zu einem größeren Anteil der Indenterdeformation an der Gesamtdeformation führt (Abb. 6.5a). Für den Verlauf von  $W_{el}/W_{tot}$  über  $E/Y$  bedeutet dies eine Verschiebung der Verläufe zu höheren Werten (Abb. 6.5b). Gut zu erkennen ist auch das Ausbleiben dieser Abhängigkeit für einen steifen Indenter (Abb. 6.5a). Mit  $W_{el}/W_{tot}$  ist dann auch die Kontaktsteifigkeit  $S$  abhängig von  $E/E_{Indenter}$ . Dazu ist zu erwähnen, dass sich bei konstantem  $E/Y$  und  $n$  neben  $S$  auch der Entlastungsexponent  $m$  über  $E/E_{Indenter}$  ändert (Abb. 6.5a). Diese  $E/E_{Indenter}$ -Abhängigkeiten von  $S$  und  $m$  sind für das Konzept des effektiv geformten Indenters (Kap. 4) von Bedeutung (Kap. 6.4.2). In der vorliegenden Arbeit wird  $W_{el}/W_{tot}$  trotz des Vorteils der direkten Ablesbarkeit wegen dessen E-Modul-Abhängigkeit nicht zur Beschreibung des Probenverhaltens verwendet. Stattdessen wird dafür  $E/Y$  verwendet, da damit die verschiedenen Ergebnisse über  $E/Y$  aufgetragen werden können, ohne diese zusätzlich mit  $E/E_{Indenter}$  wichten zu müssen.

Problematisch bei der gleichzeitigen Darstellung von Experimental- und Simulationsdaten über  $E/Y$  ist jedoch, dass bei realen Messdaten nur mit Fehlern behaftete  $Y$ -Werte und

keine Eingabewerte, wie bei den Simulationen, vorliegen. Deshalb wird sich im Folgenden mit dem Fehler bei der Verwendung von  $Y_{ECM}$  in  $E/Y$  beschäftigt. Der benötigte E-Modul wird dabei als relativ genau bekannt vorausgesetzt. Abweichungen in  $Y_{ECM}$  ergeben sich,

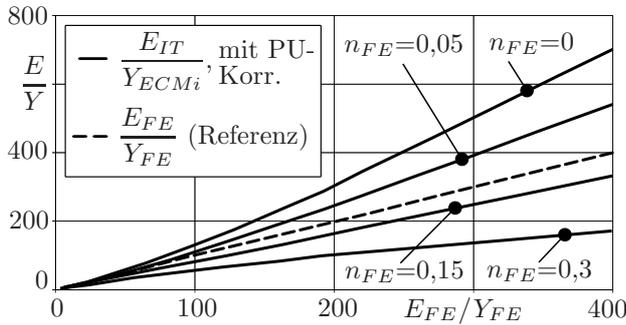


Abb. 6.6: Verzerrung der  $E/Y$ -Abbildung bei Nutzung von  $Y_{ECM_i}$ -Werten (FEM).

da die verwendeten ECM systematische Abweichungen von der Referenzfließspannung zeigen (z.B. mit oder ohne *Pile up*-Korrektur und in Abhängigkeit von  $n$ , Abb. 6.1). Je nach verwendetem ECM entstehen somit bei Experimentaldaten Verzerrungen der  $E/Y$ -Achsen gegenüber den FE-Daten mit bekannten Eingabewerten. Diese Verzerrungen werden hier für das idealplastische ECM betrachtet, da dieses in der Praxis das am häufigsten eingesetzte ECM sein dürfte. Es ist gut zu erkennen, dass aufgrund

der starken Unterschätzung der  $Y$ -Werte mittels des  $ECM_i$  für kleine Verfestigungsexponenten  $n$  bei hohen  $E/Y$  (Abb. 6.1) eine  $E/Y_{ECM_i}$ -Achse dort gegenüber einer Referenzachse gestreckt wird (Abb. 6.6). Umgedreht werden für Materialien mit hohen  $n$  die  $E/Y_{ECM_i}$ -Achsen gestaucht. Da jedoch das hier verwendete  $ECM_i$  (Kap. 2.1.4) sehr gut an reale Materialien angepasst ist, liegen bei den am häufigsten vorkommenden mittleren Verfestigungspotentialen ( $0,05 < n < 0,15$ , siehe Abb. 9.1) die geringsten  $E/Y$ -Verzerrungen zur Referenzachse vor (Abb. 6.6). Die leichte Überschätzung der Fließspannung mit dem ECM für kleine  $E/Y$  (Abb. 6.1) hat keinen erheblichen Einfluss. Eine  $E/Y_{ECM}$ -Achse lässt sich also im Rahmen der Messgenauigkeit für mittlere Verfestigungscharakteristika ( $0,05 < n < 0,15$ ) gut mit einer  $E_{FE}/Y_{FE}$ -Achse vergleichen.

Der *Constraint factor*  $H/Y$  (Kap. 2.1.3ii) ist ein wichtiger Einflussfaktor auf die *Expanding cavity*-Modelle und das *Pile up*-Verhalten. Für das vorliegende Materialmodell,

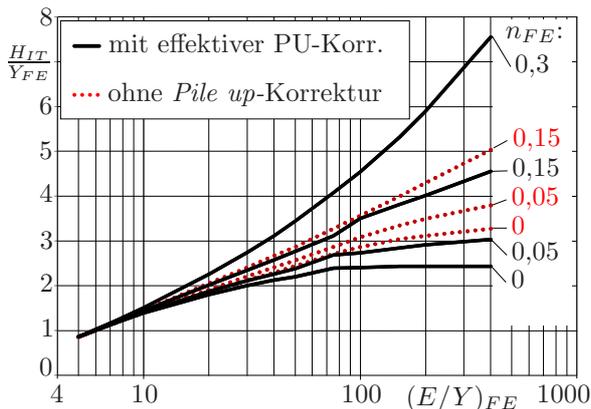


Abb. 6.7: *Constraint factor* für variierende  $n$  (Berkovichpyramide,  $E_{FE}=100\text{GPa}$ ).

Gl. (2.5), zeigt sich  $H/Y$  abhängig von  $E/Y$ , vom Verfestigungsverhalten und (durch  $H$ ) vom *Pile up* (Abb. 6.7). Zu erkennen ist, dass die so genannte TABOR-Relation ( $H/Y \rightarrow 3$  für große  $E/Y$ , [TABOR 1951]) für das vorliegende Materialmodell nur für Verfestigungsexponenten von  $n \approx 0,05$  mit geeigneter *Pile up*-Korrektur gefunden werden kann. Für höhere  $n$  liegen schnell größere  $H/Y$  vor, was auch den dortigen starken Rückgang des *Pile up*, bis hin zu dessen völligem Verschwinden bei  $n=0,3$ , erklärt (Kap. 2.1.3ii).

Ähnliche Ergebnisse, auch im Vergleich zu weiteren Materialmodellen, werden unter anderem in [GAO et al. 2005] vorgestellt. Zu erwähnen ist, dass  $H/Y$  bei Auftragung über  $W_{el}/W_{tot}$ , trotz der beobachteten Invarianz von  $H$  gegenüber  $n$  in dieser Darstellung, bei  $n$ -Variation nicht konstant bleibt.

## 6.4 Ergebnisse zum Konzept des effektiv geformten Indenters

### 6.4.1 Bewertung der Fitprozeduren

Im folgenden Abschnitt sollen die in Kapitel 4.2 vorgestellten fünf Fitprozeduren für das Konzept des effektiv geformten Indenters anhand der FEM-Parametervariationsreihen (Kap. 5.3.2) verglichen werden. Das Ziel dieser Untersuchung soll ein Standardverfahren sein, das bei vertretbarem Aufwand die beste Form für den effektiv geformten Indenter liefert. Die Bewertungsgrundlage ist dabei das räumliche Maximum der VON-MISES-Spannung  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ , die der effektiv geformte Indenter für jede der nach Tab. 5.1 simulierten  $F-h$ -Kurven erzeugt. Die Verhältnisse von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  zu den vorgegebenen Fließspannungen  $Y_{FE}$  sind der Übersichtlichkeit wegen nur für  $n=0$  und  $n=0,3$  dargestellt (Abb. 6.8, 6.9). Bei je  $n=0,05$  und  $n=0,15$  ähneln deren relative Lagen untereinander, also zum Beispiel in Bezug auf die  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fits, stark den dargestellten Verläufen bei  $n=0$  und  $n=0,3$ . Es ergeben sich somit für  $n=0,05$  und  $n=0,15$  qualitativ keine neuen Aussagen und die Lagen der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Verläufe für die verschiedenen Fitprozeduren können anhand des Vergleichs der Verläufe für die  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fits in Abb. 6.10 mit Abb. 6.8 abgeschätzt werden.

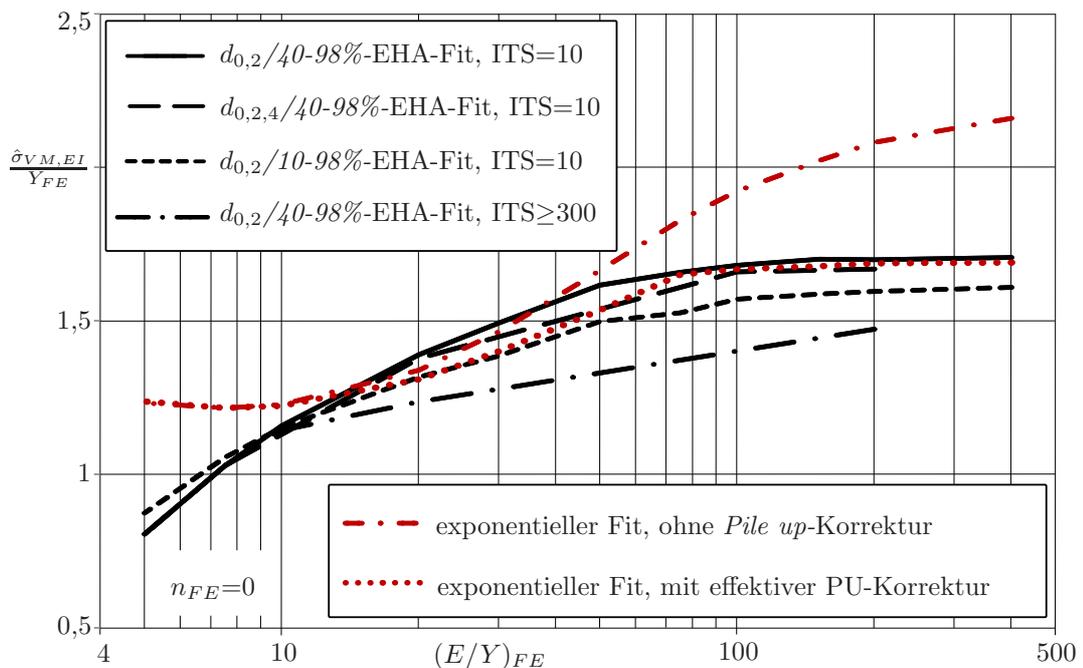


Abb. 6.8: Unterschiede in den  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y_{FE}$ -Werten für verschiedene Fitprozeduren des Konzepts des effektiv geformten Indenters (Kap. 4.2) bei  $E/Y$ -Variation und  $n_{FE}=0$  (Parametervariation nach Tab. 5.1, Berkovichindenterkontakt,  $E_{FE} = 100GPa$ ).

Der erste betrachtete Einflussfaktor auf die Fits mit dem erweiterten HERTZschen Ansatz (EHA) ist die Anzahl der verwendeten  $d_i$ -Parameter und damit der Grad des verwendeten Polynoms des Formansatzes, Gl. (4.2). Es zeigt sich, dass bei Verwendung von  $d_0$ ,  $d_2$  und  $d_4$  im  $d_{0,2,4}/40-98\%$ -Fit keine erhebliche Verbesserung der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte gegenüber der Verwendung von nur  $d_0$  und  $d_2$  im  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit erreicht werden kann (Abb. 6.8). Der effektiv geformte Indenter ist dementsprechend mit einem Polynom 4. Grades ausreichend genau beschrieben und der erhebliche Mehraufwand für weitere Polynomterme ist unnötig. Des Weiteren ist der EHA abhängig von dem für den Fit verwendeten Be-

reich der Entlastungskurve. Dabei ist zu erkennen, dass für den EHA-Fit mittels  $d_0$  und  $d_2$  eine Vergrößerung des Fitbereichs von 40-98% ( $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit) auf 10-98% ( $d_{0,2}/10-98\%$ -Fit) eine Verbesserung der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte nach sich zieht. Die Ursache dafür ist, dass bei Verwendung eines größeren Fitbereichs der Fitprozess für den Formansatz schneller in Richtung des Minimums von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  voranschreitet. Bekräftigt wird dies durch einen versuchsweise unter Verwendung von 1-98% der Entlastungskurve durchgeführten Fitprozess, bei dem die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte noch etwas niedriger liegen. An dieser Stelle ist es wichtig zu erwähnen, dass trotz der stetigen Verbesserung der Ergebnisse bei Vergrößerung des Fitbereichs an simulierten Kraft-Verschiebungs-Kurven, bei realen Materialien für den kleineren Fitbereich (40-98%) bessere Ergebnisse für  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  erhalten werden (Kap. 9.2.1), da kleine Abweichungen von der idealen Kontaktgeometrie den unteren Teil der Entlastungskurve besonders stark beeinflussen. Für den speziellen Fall des Einflusses des Fitbereichs sind

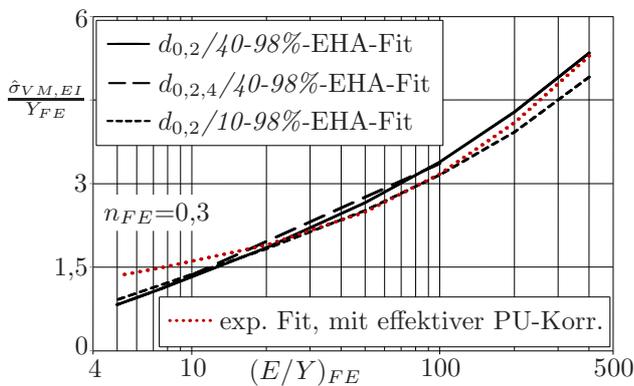


Abb. 6.9:  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y_{FE}$  für versch. Fitprozeduren,  $n_{FE}=0,3$ , vgl. Abb 6.8 (Parametervariation nach Tab. 5.1 für Berkovichindenter,  $E_{FE}=100\text{GPa}$ ,  $\text{ITS}=10$ ).

deshalb die Aussagen aus den geometrisch perfekten FE-Simulationen nicht auf reale Messungen anwendbar. Die Aussagen zum Polynomgrad betrifft dies jedoch nicht. Des Weiteren führen sehr hohe Iterationsanzahl bei dem EHA-Fitprozess zu niedrigeren  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werten (Abb. 6.8, 4.2, A.2), wobei der Unterschied zu den Standardfits mit  $\text{ITS}=10$  im Bereich niedriger  $E/Y$  verschwindet. Die qualitative Aussage des stetigen Anstiegs der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte mit steigenden  $E/Y$ -Verhältnissen, ab  $E/Y \approx 7$  über  $Y_{FE}$  hinaus, bleibt somit erhalten (Abb. 6.8). Die zusätzlich durchgeführten Fitprozeduren mit dem exponentiellen Formansatz, Gl. (4.1), zeigen gegenüber dem EHA keinen Vorteil in den  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werten. Da für diese Fits der Kontaktradius vorgegeben werden muss, sind sie zudem abhängig vom *Pile up*. Wird der Kontaktradius ohne *Pile up*-Korrektur verwendet, ergeben sich speziell für große  $E/Y$  deutlich schlechtere Werte für  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  (Abb. 6.8). Bei Korrektur des *Pile up* mittels des effektiven *PUF* (Kap. 5.3.1) pendeln sich die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte dann zwischen denen der EHA-Fits ein. Dies ist umso erstaunlicher, da die EHA-Fits aufgrund ihres nach 10 Iterationsschritten abgebrochenen Fitprozesses noch ein deutliches Verbesserungspotential besitzen (Abb. 4.2) und die exponentiellen Fits eine optimale Geometrie erreichen. Eine Vergrößerung des Fitbereichs auf der Entlastungskurve führt bei den exponentiellen Fits zu keiner deutlichen Verbesserung, da die Anpassung an die Entlastungskurve schon optimal ist. Zudem ist für diese Fits zu erkennen, dass deren  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte für kleine  $E/Y$ -Werte weniger stark in Richtung des Fließspannungswertes  $Y_{FE}$  streben (Abb. 6.8, 6.9).

Zusammenfassend und unter Vorwegnahme der Ergebnisse für die Experimentaldaten (Kap. 9.2.1) lässt sich im Rahmen der in der vorliegenden Arbeit untersuchten Fitprozeduren der  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit als die beste Wahl für das Konzept des effektiv geformten Indenters bestimmen. Die analog für die Kegelgeometrie durchgeführten Untersuchungen zeigen zur Berkovichgeometrie vergleichbare Ergebnisse.

### 6.4.2 Bewertung der Fließspannungsbestimmung

Im Vordergrund dieses Abschnittes steht die Bewertung des räumlichen Maximums der VON-MISES-Spannung  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  aus dem Konzept des effektiv geformten Indenters als Maß für die Fließspannung eines Massivmaterials bei Kontakt mit einem Berkovichindenter. Dazu werden die FE-Parameterreihen (Kap. 5.3) nach dem Verhältnis von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  zum Eingabewert  $Y_{FE}$  ausgewertet. Aufgrund der Ergebnisse der Fitprozessbewertung (Kap. 6.4.1) wird hier nur der  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit genutzt. Dessen Fitbereich von 40-98% auf der Entlastungskurve entspricht auch dem bei der OLIVER-PHARR-Methode (Kap. 3.1.1) genutzten Bereich, was unter anderem die Vergleichbarkeit der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Ergebnisse gegenüber den *Expanding cavity*-Modellen erhöht.

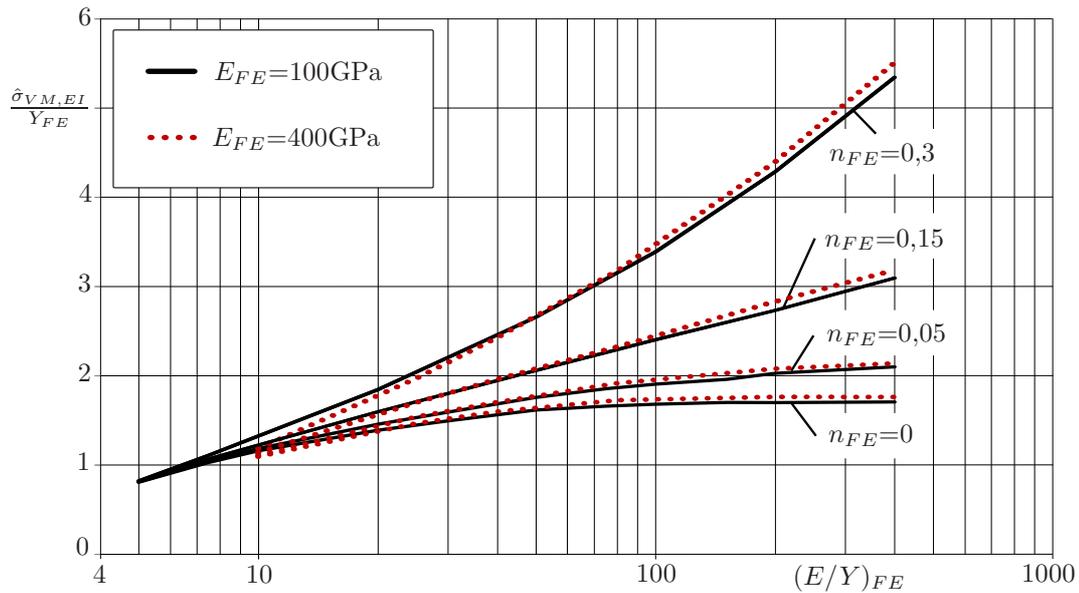
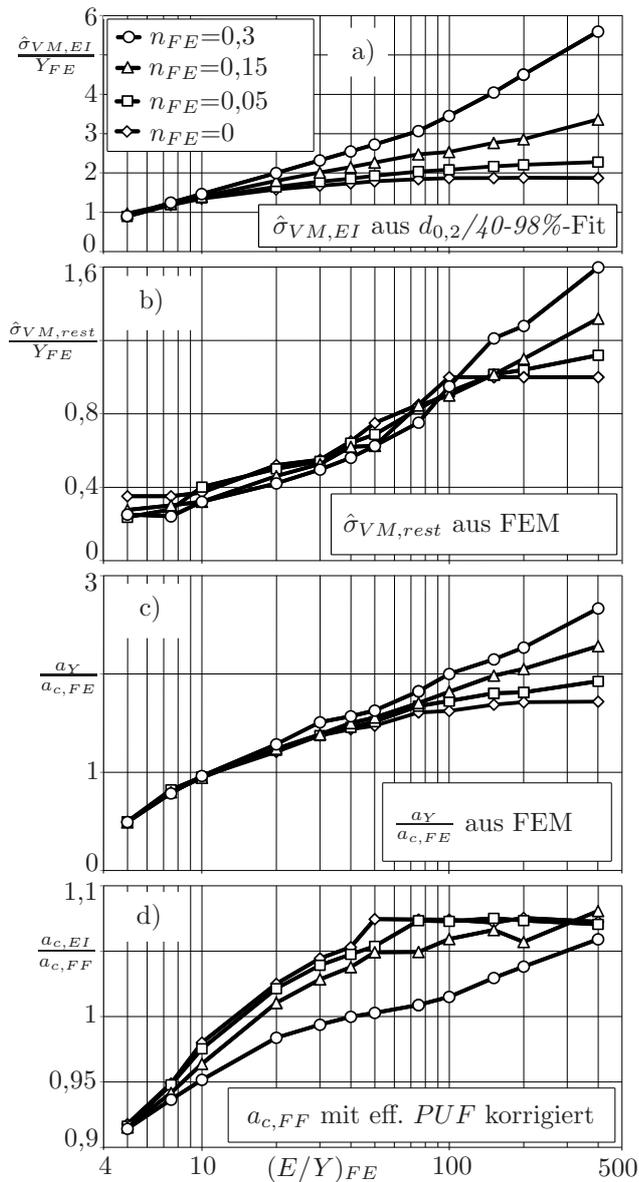


Abb. 6.10: Fließspannungsbestimmung mit dem Konzept des effektiv geformten Indenters: Verhältnis von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  ( $d_{0,2}/40-98\%$ -EHA-Fit) zum Eingabewert  $Y_{FE}$  in Abhängigkeit von  $E/Y$ ,  $n$  und  $E_{FE}$  (Parametervariation nach Tab. 5.1, Berkovichindenterkontakt).

Zu erkennen ist, dass das Verhältnis  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y_{FE}$  abhängig vom Materialverhalten (in Form von  $E/Y$ ) und vom Verfestigungsverhalten ist (Abb 6.10). Erst für sehr kleine Werte in  $E/Y$  strebt  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y_{FE}$  gegen eins. Es wird aber kein Plateau in  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y_{FE}$  für elastisch dominierte Materialien erreicht, so dass auch kein Bereich in  $E/Y$  spezifiziert werden kann, in dem  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  ungefähr  $Y_{FE}$  entspricht. Durch die Abhängigkeit von  $n$  lässt sich auch keine allgemeingültige Korrekturfunktion finden, die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  direkt auf  $Y$  abbildet. Da die Entlastungssteifigkeit  $S$  und der Entlastungsexponent  $m$  abhängig vom Verhältnis  $E/E_{Indenter}$  sind (Kap. 6.3), wird auch das Konzept des effektiv geformten Indenters von  $E/E_{Indenter}$  beeinflusst. So zeigt sich bei einer  $E$ -Variation der Parameterverläufe, dass bei  $E_{FE}=400\text{GPa}$  die Werte in  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  für plastische Materialien etwas über, und für elastisch dominierte Materialien etwas unter den Verläufen für  $E_{FE}=100\text{GPa}$  liegen (Abb. 6.10). Zusammenfassend lässt sich also für die simulierten Eindringversuche nach Tab. 5.1 sagen, dass  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  nicht als Maß für die Probenfließspannung  $Y$  genutzt werden kann. Ebenso bildet  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  nicht die repräsentative Spannung  $\sigma_r(\varepsilon_r)$  eines Berkovichindenterkontakts (Kap. 2.1.2iv) ab, da sich  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/\sigma_r$  maximal bis zum  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$ -Verlauf für  $n = 0$  in Richtung 1 verschieben kann.

## 6.4.3 Innere Einflussparameter

Abb. 6.11: Einflussfaktoren auf  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ :

- $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y_{FE}$  für Kegelindeuter (vgl. mit Abb. 6.10 für Berkovichindeuter),
- $\hat{\sigma}_{VM,rest}$  nach Entlasten zu  $Y_{FE}$ ,
- Fließzonenradius  $a_Y$  im Verhältnis zum Kontaktradius  $a_{c,FF}$ ,
- EHA-Kontaktradius  $a_{c,EI}$  im Verhältnis zum Kontaktradius  $a_{c,FF}$ , (für Kegelindeuter,  $E_{FE}=100\text{GPa}$ ).

hand der Wiederbelastung einer plastisch verformten Oberfläche (Abb. 4.1c). Diese erzeugt kein unabhängiges neues Spannungsfeld, sondern kompensiert zu einem erheblichen Teil die vorhandenen Restspannungen. Die elastisch-plastischen  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Felder, die den Entlastungs- und Wiederbelastungskurven zu Grunde liegen, unterscheiden sich also grundlegend von

Im Folgenden sollen die Ursachen für die Abweichungen von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  von der Fließspannung  $Y_{FE}$  betrachtet werden. Untersucht werden hierzu die Ergebnisse für die Parametervariationsreihen (Kap. 5.3.2) an der Kegelgeometrie (Abb. 6.11). Deren Vergleichbarkeit mit der Berkovichgeometrie lässt sich gut anhand der qualitativ und quantitativ sehr ähnlichen  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y_{FE}$ -Ergebnisse für die Pyramidengeometrie (Abb. 6.10) erkennen. Begonnen wird mit den Einflüssen der räumlichen Maxima der Restspannungen im plastisch verformten Material  $\hat{\sigma}_{VM,rest}$  (Abb. 4.1b) und den Fließzonenradien  $a_Y$  (Abb. 4.1a). Beide Größen werden aus den FE-Lösungen ausgelesen (Kap. 5.3.1). Für eine dimensionslose Darstellung wird  $\hat{\sigma}_{VM,rest}$  auf die Fließspannung  $Y_{FE}$  und  $a_Y$  auf den über das FE-Verschiebungsfeld ausgelesenen Kontaktradius  $a_c$  bezogen (Abb. 6.11b,c). Ursächlich für die Wahl dieser Parameter sind die Randbedingungen des Konzeptes des effektiv geformten Indenters. Dieses geht unter anderem vom Kontakt des effektiv geformten Indenters mit einem spannungsfreien elastischen, also mit einem von der Verformungsgeschichte unabhängigen Halbraum aus. Das echte plastisch verformte Material besitzt jedoch durch die Interaktion zwischen Fließzone und umgebendem elastisch verspannten Material erhebliche Eigenspannungen (Abb. 4.1b). Die Entlastungskurve eines Indenters in Kontakt mit einem zuvor plastisch verformten Halbraum ist demnach, im Gegensatz zum elastischen Kontakt, auch abhängig von dem durch dessen Verformungsvorgeschichte erzeugten Restspannungsfeld. Deutlich wird dies anhand

denen des elastischen Kontakts, wie sie beim Konzept des effektiv geformten Indenters vorliegen. Je größer die Restspannungen sind, desto ausgeprägter wird somit auch die Abweichung von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  gegenüber  $Y_{FE}$  (Abb. 6.11a↔b). Des Weiteren kann bei elastischem Kontakt nur innerhalb des Kontaktradius  $a_c$  die VON-MISES-Spannung maximal werden (Abb. 4.1d). Damit ist über den rein elastischen Kontakt des effektiv geformten Indenters die Position von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  an  $a_c$  gekoppelt. Bei einem elastisch-plastischen Kontakt reicht jedoch die Fließzone für Materialien mit  $E/Y > 10$  über den Kontaktradius hinaus (Abb. 6.11c). Diese größere Fließzone führt zu einer geringeren örtlichen Konzentration des Spannungsfeldes und damit im Vergleich zu elastischen Kontakten zu kleineren VON-MISES-Spannungen in plastisch verformten Materialien (Abb. 4.1a↔d). Dementsprechend besteht erst, wenn die Fließzone kleiner als der Kontaktbereich wird, überhaupt die Möglichkeit, dass  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  mit der Fließspannung korreliert (Abb. 6.11c). Ein weiterer Einflussfaktor auf das Konzept des effektiv geformten Indenters ist der sich aus den EHA-Fits ergebende Kontaktradius  $a_{c,EI}$ . Dieser erweist sich in weiten Bereichen des Materialverhaltens als etwas zu groß gegenüber dem unter Korrektur des effektiven *Pile up* aus der Flächenfunktion bestimmten  $a_{c,FF}$  (Abb. 6.11d). Dies führt wegen der damit größeren Kontaktfläche zu etwas zu kleinen Werten in  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ , wobei dieser Einfluss vernachlässigbar klein ist. Die Ursache für diese  $a_{c,EI}$ -Abweichung liegt in dem standardmäßig nach 10 ITS abgebrochenen Fitprozess (Kap. 4.2). Im weiteren Optimierungsverlauf tendiert  $a_{c,EI}$  dann in Richtung  $a_{c,FF}$  (Abb. 4.2). Von Einfluss auf  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  ist auch das Verhältnis  $E/E_{Indenter}$  (Abb. 6.12). Diese Abhängigkeit spiegelt sich jedoch nicht in den anderen oben beschriebenen Einflussparametern wider (Abb. 6.12). Dies bedeutet zum einen, dass diese Einflussparameter unabhängig von einer Variation in  $E/E_{Indenter}$  sind und zum anderen, dass die  $E/E_{Indenter}$ -Abhängigkeit von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  andere Ursachen hat. Vermutlich sind diese Ursachen in den  $E/E_{Indenter}$ -Abhängigkeiten des Entlastungsexponenten  $m$  und des Verhältnisses  $W_{el}/W_{tot}$  (und damit von  $S$ ) zu finden (Abb. 6.5a). Über die Entlastungskurven hängen diese Größen dann direkt mit dem Konzept des effektiv geformten Indenters zusammen.

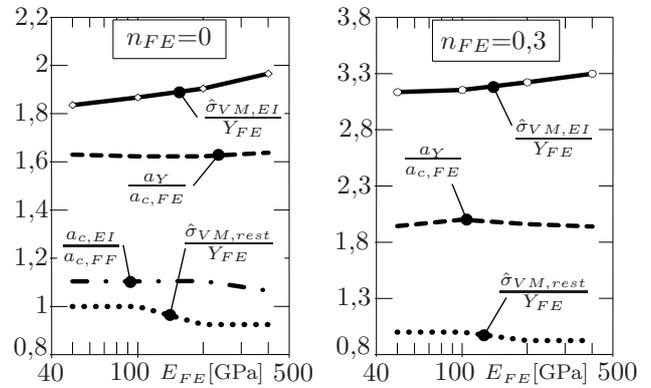


Abb. 6.12: Einfluss des Proben-E-Moduls  $E_{FE}$  auf  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  und weitere Parameter (Pyramidenmodell,  $(E/Y)_{FE}=100$ ).

Abb. 6.12). Diese Abhängigkeit spiegelt sich jedoch nicht in den anderen oben beschriebenen Einflussparametern wider (Abb. 6.12). Dies bedeutet zum einen, dass diese Einflussparameter unabhängig von einer Variation in  $E/E_{Indenter}$  sind und zum anderen, dass die  $E/E_{Indenter}$ -Abhängigkeit von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  andere Ursachen hat. Vermutlich sind diese Ursachen in den  $E/E_{Indenter}$ -Abhängigkeiten des Entlastungsexponenten  $m$  und des Verhältnisses  $W_{el}/W_{tot}$  (und damit von  $S$ ) zu finden (Abb. 6.5a). Über die Entlastungskurven hängen diese Größen dann direkt mit dem Konzept des effektiv geformten Indenters zusammen.



## 7 Experimentelle Beurteilung der Fließspannungsbestimmung: Materialauswahl, durchgeführte Experimente und erste Ergebnisse

In den folgenden Kapiteln soll die Fließspannungsbestimmung anhand von Nanoindentationsdaten an einer breiten Materialauswahl untersucht werden. Im aktuellen Kapitel werden dazu am Anfang die Auswahlkriterien und die durchgeführten Experimente für die untersuchten Probenmaterialien vorgestellt. Im weiteren Verlauf steht dann die Beurteilung der Referenzverfahren zur Fließspannungsbestimmung im Vordergrund, die später zur Bewertung des Konzepts des effektiv geformten Indenters herangezogen werden.

### 7.1 Auswahlkriterien für die untersuchten Materialien

Im Zentrum der folgenden Betrachtungen soll die Probenmaterialauswahl für die Untersuchungen zur Fließspannungsbestimmung mittels Nanoindentationsversuchen an Massivmaterialien stehen. Das Leitmotiv dieser Auswahl ist eine möglichst breite Abdeckung vieler Anwendungsgebiete und Materialeigenschaften. Neben grundlegenden Auswahlkriterien wie Verfügbarkeit, Vorliegen des Materials als massiver und dichter Festkörper, homogener Mikrostruktur und chemischer Beständigkeit kommen weitere Kriterien hinzu.

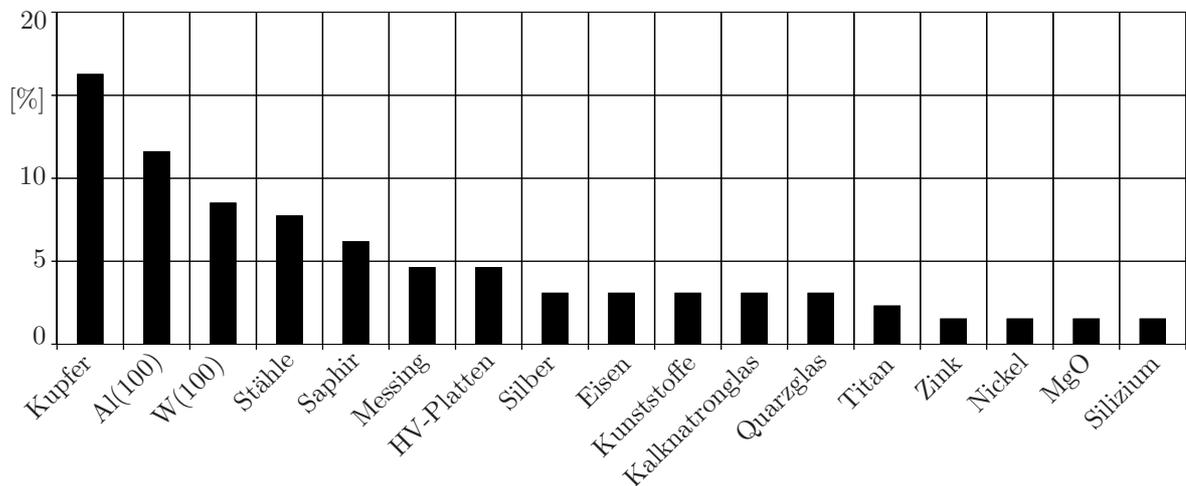


Abb. 7.1: Häufigkeiten von speziellen Probenmaterialien in der Nanoindentationsliteratur.

Um die Ergebnisse der eigenen Untersuchungen mit der existierenden Fachliteratur vergleichen zu können, wurde eine Literaturrecherche durchgeführt, um die in der Nanoindentationsliteratur am häufigsten herangezogenen Probenmaterialien zu spezifizieren. Die Gedanken hinter diesem Vorgehen sind zum einen die Nutzung einer breiten Erfahrungsbasis über die Eignung von Materialien für Nanoindentationsuntersuchungen und zum anderen die Vermeidung von gestörter Akzeptanz der eigenen Ergebnisse durch materialspezifische

Eigenheiten. Zu diesem Zweck wurde eine große Anzahl an veröffentlichten Artikeln zu den Themengebieten 'Auswertemethoden in der Nanoindentation' und 'Fließspannungsbestimmung mittels Nanoindentation' durchgearbeitet. Dabei wurden 61 Artikel gefunden, die auf diese Themengebiete passen und in denen mittels eines Experimentalteils die theoretischen Ansätze untermauert werden. Die dafür verwendeten Probenmaterialien wurden in einer Datenbank gesammelt, mit deren Hilfe die Nutzungshäufigkeit spezieller Materialien bestimmt wurde (Abb. 7.1). Soweit sie verfügbar waren, wurden die Materialien mit der größten Nutzungshäufigkeit auch in die eigene Materialauswahl übernommen.

Da die Fließspannungsbestimmung mittels Nanoindentation ein allgemeingültiges Verfahren sein soll, muss es auch an verschiedenen Festkörpertypen überprüft werden. Ungeachtet der Fülle an existierenden Materialien, die nie im Rahmen einer Untersuchung abgedeckt werden können, sollen aus möglichst vielen Kategorien Vertreter in die Materialauswahl aufgenommen werden. Als Vertreter für amorphe Materialien werden mineralische Gläser, metallische Gläser und Glaskohlenstoff sowie für die kristallinen Materialien Metalle, Keramiken und Saphir untersucht. Außerdem wurden noch Hartmetalle und Materialien mit einem Mischgefüge aus kristallinen und amorphen Bestandteilen analysiert. Trotz des starken viskoelastischen Verhaltens und der damit verbundenen Schwierigkeiten bei Eindringversuchen werden auch Polymere in die Datenbasis aufgenommen. Für einen Überblick über die ausgewählten Materialien siehe Abb. 7.2.

Des Weiteren ist anhand der FE-Ergebnisse (Kap. 6) zu erkennen, dass die verschiedenen Fließspannungsbestimmungsverfahren unter anderem vom Verhältnis  $E/Y$  der Proben abhängig sind. Deshalb soll die Materialauswahl lückenlos den kompletten  $E/Y$ -Raum überspannen. Unter anderem aus einer weiteren Auswertung der Literaturrecherche heraus wurden dann Materialien ausgewählt, die eine gute Abdeckung der real vorkommenden  $E/Y$ -Verhältnisse sicherstellen (Abb. 7.2).

Die Materialauswahl soll auch technisch relevanten Materialien Rechnung tragen. So werden zum Beispiel mehrere technische Keramiken, Hartmetalle und eine Auswahl an Stählen untersucht. Um die Auswirkungen von Wärmebehandlung auf Stähle einzubeziehen, wurden Härtevergleichsplatten (HV) aus 90MnCrV8-Stahl mit verschiedenen Wärmebehandlungsstufen untersucht [RICHTER 2010]. Diese besitzen Gefüge, die in 9 Stufen von weich und perlitisch (kfz) bis hin zu hart und martensitisch (krz) eingestellt sind.

Die Liste der unter obigen Kriterien ausgewählten Materialien ist in Kap. A.1 hinterlegt sowie in Abb. 7.2 dargestellt.

## 7.2 Durchgeführte Experimente

Anhand umfangreicher experimenteller Untersuchungen an den ausgewählten Materialien (Tab. A.1, A.2) soll jetzt eine Bewertung der untersuchten Fließspannungsbestimmungsverfahren ermöglicht werden. Für die Messdaten aus [CHUDOBA und GRIEPENTROG 2005], die von CHUDOBA neu aufbereitet und zu Verfügung gestellt wurden (siehe Kap. A.1), stehen dabei nur die elastisch-plastischen Kraft-Eindring-Kurven aus Nanoindentationsexperimenten mit Berkovichspitzen zur Verfügung. Die anderen Probenmaterialien liegen tatsächlich physisch vor und wurden sämtlich im eigenen Labor bzw. im Rahmen von Auftragsmessungen untersucht. Deshalb konnten an diesen Proben zusätzliche Untersuchungen

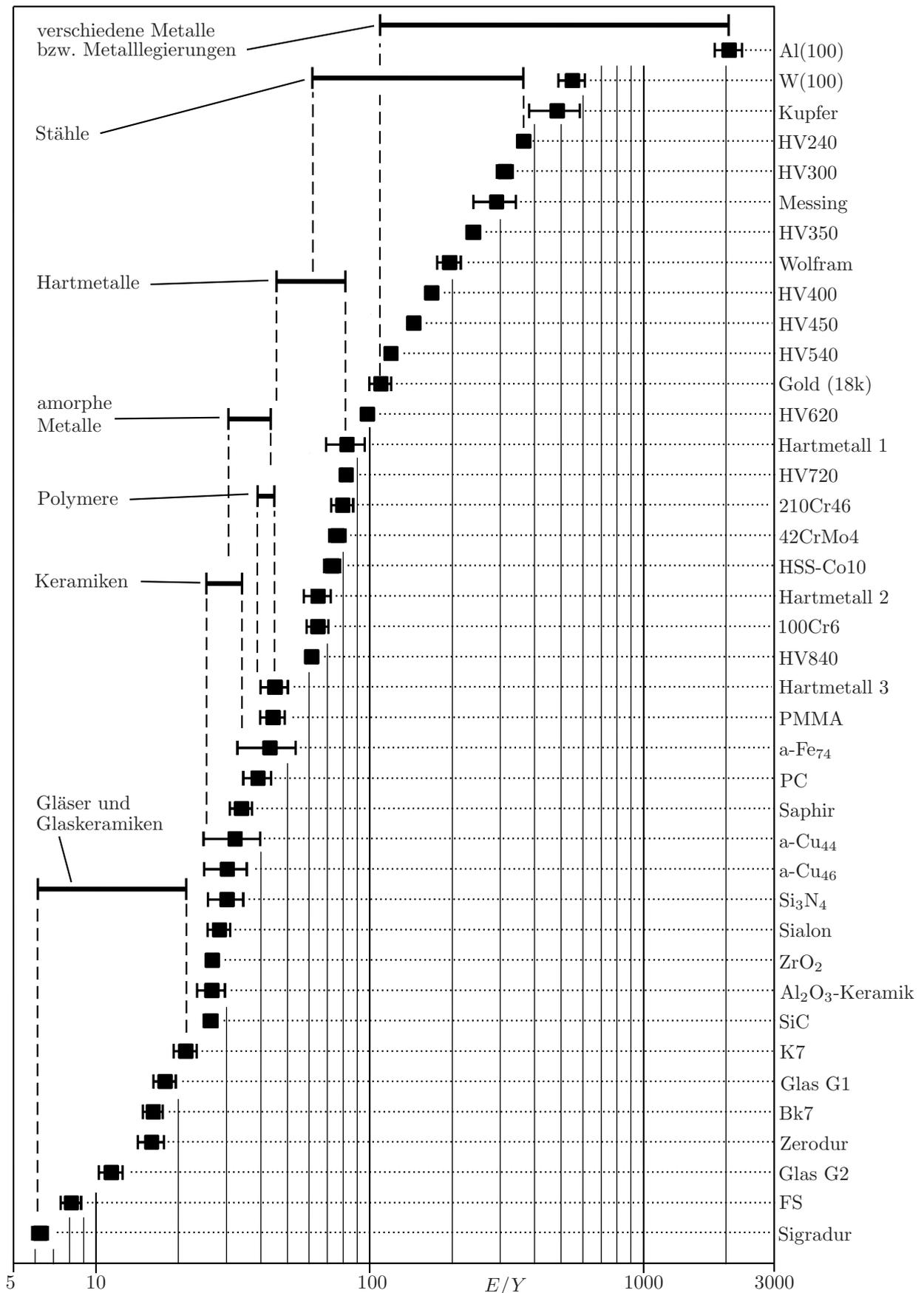


Abb. 7.2: Charakterisierung der untersuchten Materialien (Tab. A.1, A.2) mittels des Verhältnisses  $E/Y$  und Zuordnung zu den Materialklassen,  $E$ - und  $Y$ -Ermittlung jeweils mit den für das spezielle Material angemessenen Referenzverfahren (Tab. A.3).

vorgenommen werden, um einen tieferen Einblick in deren mechanisches Verhalten und in die Eigenschaften der unterschiedlichen Auswerteverfahren zu erlangen. Da somit für alle Proben mindestens Berkovich-Nanoindentationsdaten vorliegen, dienen diese als Basis für die weiteren Untersuchungen. Anhand dieser wird dann unter anderem  $H_{IT}$ ,  $E_{IT}$  und  $Y_{ECM_i}$  (Gl. 2.12) bestimmt. Zudem dienen sie als Eingangsdaten für das Konzept des effektiv geformten Indenters und dessen Anwendung zur Bestimmung von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  als potentiell Maß für die Fließspannung. Um einen Referenzwert für den E-Modul zu erhalten, wurden viele Proben mittels der SAW-Methode untersucht (Kap. 2.2.2). Außer bei den Hartmetallen, bei denen durch die starke innere Dämpfung der inhomogenen Mikrostruktur die Methode keine guten Ergebnisse liefert, wurden die erhaltenen  $E_{SAW}$ -Werte als Referenzwerte verwendet. Für harte Materialien konnten zusätzlich elastische Kugelmessungen (Kap. 2.2.1) durchgeführt werden, deren Ergebnisse  $E_K$  dann in einigen Fällen, bei denen die SAW-Ergebnisse fehlen, als Referenz dienen. Liegt weder  $E_{SAW}$  noch  $E_K$  vor, wird  $E_{IT}$  verwendet. Um für die Fließspannungen Vergleichswerte zu erhalten, wurden für harte Materialien LPU-Messungen (Kap. 2.2.1) durchgeführt. Für metallische Proben, die einer funkenerosiven Probenpräparation zugänglich sind, wurden einachsige Minidruckexperimente realisiert (Kap. 2.2.3), mittels derer die vollständigen Spannungs-Verzerrungskurven bestimmt wurden. Die unter anderem somit erhaltenen, vereinfachend in  $n$  zusammengefassten Informationen über das Verfestigungsverhalten, werden dann weiterführend beim ECM für verfestigende Materialien, Gl. (2.13), verwendet. Zusätzlich wurden zur *Pile up*-Charakterisierung AFM-Aufnahmen für alle Berkovicheindrücke aufgenommen sowie mikroskopische Untersuchungen zur Gefügecharakterisierung durchgeführt. Für einen Überblick über alle durchgeführten Messungen siehe Tab. A.3.

## 7.3 Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen

Auf eine detaillierte Darstellung der Ergebnisse für den Eindringmodul  $E_{IT}$  und die Eindringhärten  $H_{IT}$  wird aus Platzgründen verzichtet (für exemplarische  $H_{IT}$ -Verläufe siehe Abb. 3.11, 3.7). Aussagen über zum Beispiel den *Size effect* gehen dadurch aber nicht verloren, da die Werte für  $Y_{ECM}$  auf  $E_{IT}$  und  $H_{IT}$  beruhen und diese Informationen enthalten. Das für das jeweilige Material genutzte Referenzverfahren zur Bestimmung des E-Moduls kann mittels Tab. A.3 nachvollzogen werden. Die mikroskopischen Untersuchungen (Kap. 3.4) werden hier ebenso nicht ausführlich dokumentiert. Sie dienen jedoch, neben der Ermittlung des *Pile up*-Faktors  $PUF$ , unter anderem dazu, die untersuchten Materialien nach ihrer Eignung für Nanoindentationsversuche zu bewerten und gegebenenfalls auszusortieren. Für eine vollständige Sammlung aller Daten siehe [LABORBERICHT1 2012] sowie für ausgewählte Ergebnisse Tab. A.4.

### 7.3.1 Fließspannungsbestimmung mittels Druckversuchen

Druckversuche (Kap. 2.2.3) bieten die Möglichkeit das vollständige einachsige Spannungs-Verzerrungs-Verhalten der untersuchten Proben zu bestimmen (Abb. 7.3). Beim Vergleich der hier durchgeführten Minidruckversuche (Tab. A.3) mit den Nanoindentationsmessungen muss jedoch auf einige Dinge geachtet werden. So liegen zum Beispiel die Druckproben mit ihren Größen von wenigen Millimetern deutlich über den Größendimensionen der unter-

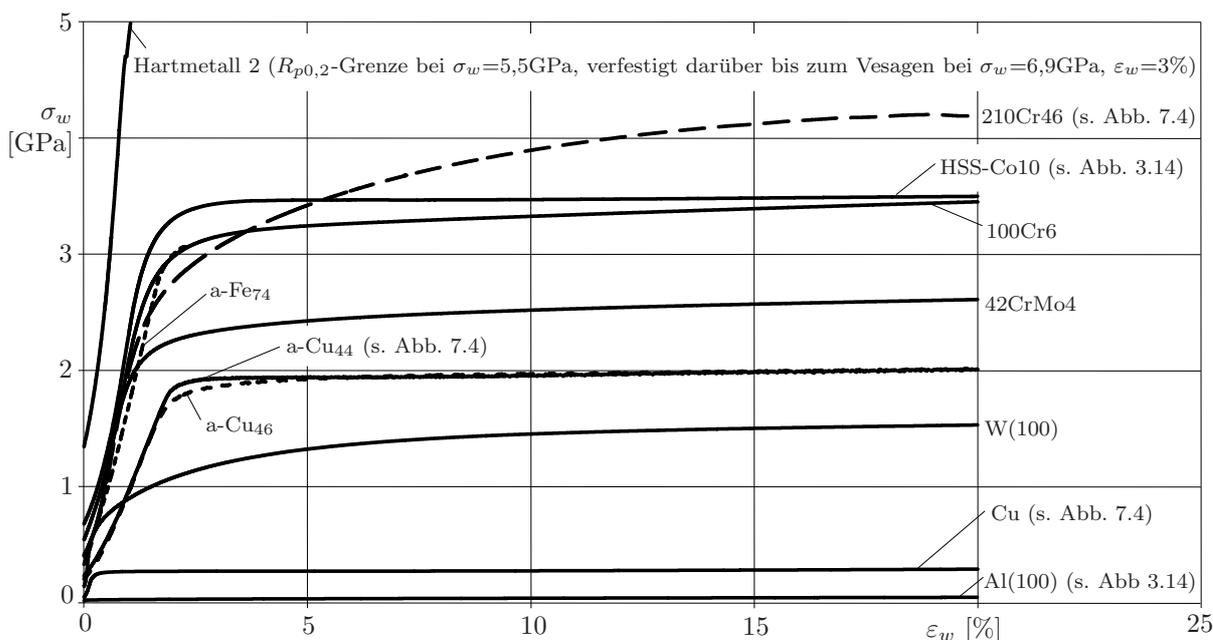


Abb. 7.3: Wahre Spannungs-Verzerrungs-Verläufe aus den Minidruckversuchen: pro Material ist eine Einzelmessung dargestellt, Einzelmessungsstreuung in den Fehlern von  $Y_{DV}$  und  $n_{DV}$  hinterlegt (Tab. A.4), für die Verläufe der Härtevergleichsplatten siehe Abb. 3.14.

suchten Eindringexperimente, weswegen deren Vergleich vom *Size effect* beeinflusst wird. Des Weiteren unterscheidet sich der einachsige Spannungszustand der Zylinderproben von den komplexen Spannungszuständen eines Berkovich- oder Kugeleindrucks. Für die Übertragung der einachsigen Ergebnisse aus den Druckversuchen auf die der Eindringversuche wird deshalb in der vorliegenden Arbeit die Gestaltänderungsenergiehypothese (Kap. 2.1.2ii) als für die untersuchten Materialien gültige Vergleichsspannungshypothese vorausgesetzt und verwendet.

Weiterhin offenbart sich anhand des Vergleichs der ermittelten  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurven mit dem verwendeten Materialmodell, Gl. (2.5), die oft unangemessene, da zu stark vereinfachende Beschreibung des Verfestigungsverhaltens mittels dieses Materialmodells (Abb. 3.14, Kap. 3.3). Dazu sollte aber auch erwähnt werden, dass einige der ermittelten  $\sigma$ - $\epsilon$ -Charakteristika sehr gut mit dem einfachen Materialmodell vereinbar sind, wie exemplarisch für Kupfer und die amorphe Kupferlegierung a-Cu<sub>44</sub> mit schwachen Verfestigungen sowie für den Stahl 210Cr46 mit einer ausgeprägten Verfestigung dargestellt ist (Abb. 7.4).

Werden alle oben erwähnten Eigenschaften bei einem Vergleich zwischen Druckversuchen und Nanoindentationsversuchen beachtet, bieten die Druckversuche, speziell in Kombination mit dem Wissen über die repräsentative Verzerrung eines Berkovichindenter (Kap. 2.1.2iii), einen guten Anhaltspunkt für das Fließverhalten der untersuchten Materialien. Die aus den ermittelten  $\sigma$ - $\epsilon$ -Verläufen (Abb. 7.3, 3.14) erhaltenen Ergebnisse für  $Y_{DV}$  und  $n_{DV}$  sind in Tab. A.4 zusammengefasst.

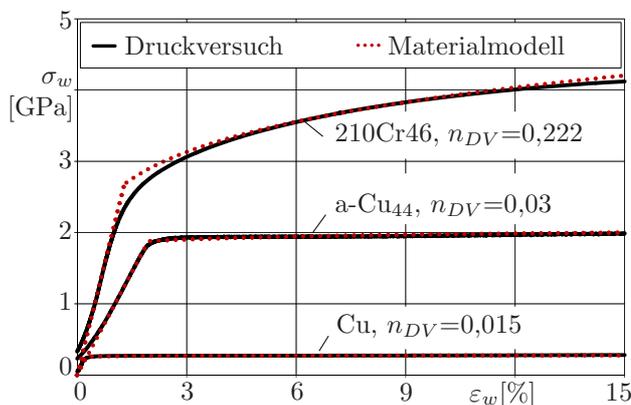


Abb. 7.4: Spannungs-Verzerrungs-Kurven für 210Cr46, a-Cu<sub>44</sub> und Kupfer.

### 7.3.2 Fließspannungsbestimmung mit den *Expanding cavity*-Modellen

Die *Expanding cavity*-Modelle (Kap. 2.1.4) haben den Vorteil, dass sie auf den selben Berkovichexperimenten basieren wie das zu untersuchende Konzept des effektiv geformten Indenters. Deshalb wurden die ECM schon mittels der FEM detailliert untersucht (Kap. 6.1). Dies soll hier anhand experimenteller Daten vertieft werden. Im Gegensatz zu simulierten existiert bei experimentellen Daten jedoch die Schwierigkeit, dass keine sicheren Referenzwerte für die Fließspannungen vorhanden sind. Aus diesem Grund werden in einem ersten Schritt die relativen Unterschiede für mit verschiedenen Eingangsdaten umgesetzte ECM untersucht. Ziel dieser Untersuchungen sind Hinweise darauf, ob sich die reellen Materialien äquivalent zu den simulierten FE-Materialien verhalten. Sollte dies der Fall sein, könnte im Umkehrschluss vermutet werden, dass die mittels der vorgegebenen Fließspannung  $Y_{FE}$  ermittelten Aussagen aus den FE-Untersuchungen auch für die Experimentaldaten anwendbar sind. In einem zweiten Schritt sollen dann die  $Y_{ECM}$ -Werte mit den Fließspannungswerten aus den Druckversuchen abgeglichen werden. Um das Verhalten der ECM deutlicher herauszuarbeiten, werden alle Untersuchungen an Experimentaldaten mit vergleichbaren FE-Ergebnissen hinterlegt. Als Grundlage für die Nutzung der ECM dienen immer  $H_{IT}$  und, wenn nicht anders erwähnt,  $E^* = f(E_{IT}, \nu_P, E_I, \nu_I)$ , Gl. (2.14). Begonnen wird mit dem Einfluss des reduzierten E-Moduls  $E^*$ , Gl. (2.14). Wie schon in Abb. 6.2a gezeigt werden konnte, korrigiert die Nutzung von  $E^*$  den Einfluss der Indenterelastizität, was besonders bei hohen Proben-E-Moduln zu erheblich höheren und damit realistischeren  $Y_{ECM}$ -Werten führt. Dies zeigt sich auch im Verhältnis von  $Y_{ECM}$  mit  $E^*$ -Verwendung zu  $Y_{ECM}$  mit  $E_{IT}$ -Verwendung im ECMi oder ECMv (Abb. 7.5a,b). Die Experimentaldaten bestätigen dabei im Rahmen ihrer Genauigkeit die FE-Simulationsergebnisse. Dabei ist zu erwähnen, dass  $E^*$  auch von der Querkontraktionszahl abhängt und die FE-Daten konstant mit  $\nu_{FE}=0,3$  bestimmt wurden. Ein kleineres  $\nu$  verursacht in dem in Abb. 7.5a,b dargestellten Verhältnis eine Verschiebung hin zu größeren Werten und umgekehrt.

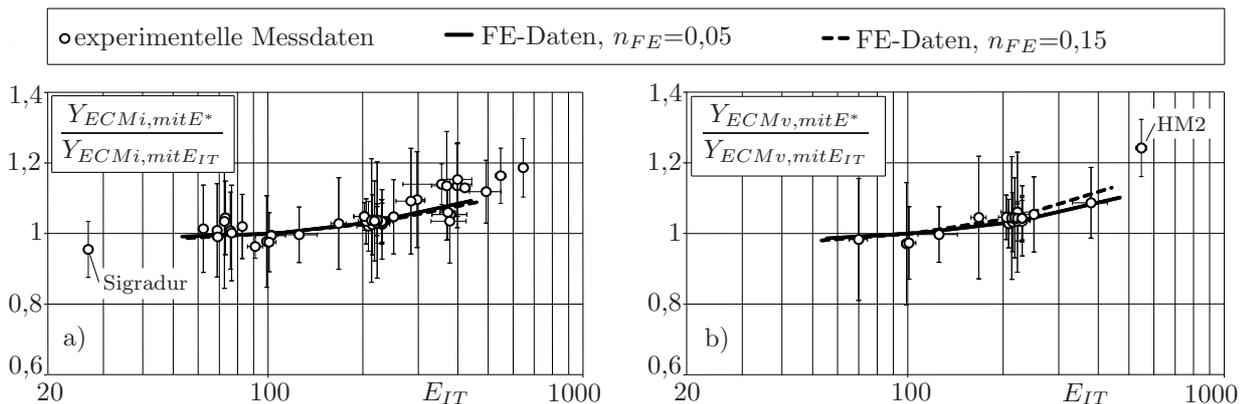


Abb. 7.5: Verhältnis der ECM-Fließspannungen  $Y_{ECM,mitE^*}$  (bestimmt unter Verwendung von  $E^*$ ) zu  $Y_{ECM,mitE_{IT}}$  (bestimmt mit  $E_{IT}$ ) in Abhängigkeit des Proben-E-Moduls  $E_{IT}$ : Vergleich zwischen FE-Daten bei verschiedenen  $n_{FE}$  und Experimentaldaten (alle Werte ohne *Pile up*-Korrektur und ohne die Begrenzung von  $Y_{ECM}$  auf  $H_{IT}/Y_{ECM} \leq 3$ ), **a**: das ECM für idealplastische Materialien (ECMi, Gl. (2.12)) angewandt auf alle untersuchten Materialien, außer PC und PMMA (Tab. A.1, A.2), Sigradur hervorgehoben, **b**: das ECM für verfestigende Materialien (ECMv, Gl. (2.13)) angewandt auf alle Materialien mit Druckversuchergebnissen (Tab. A.3), Hartmetall 2 hervorgehoben.

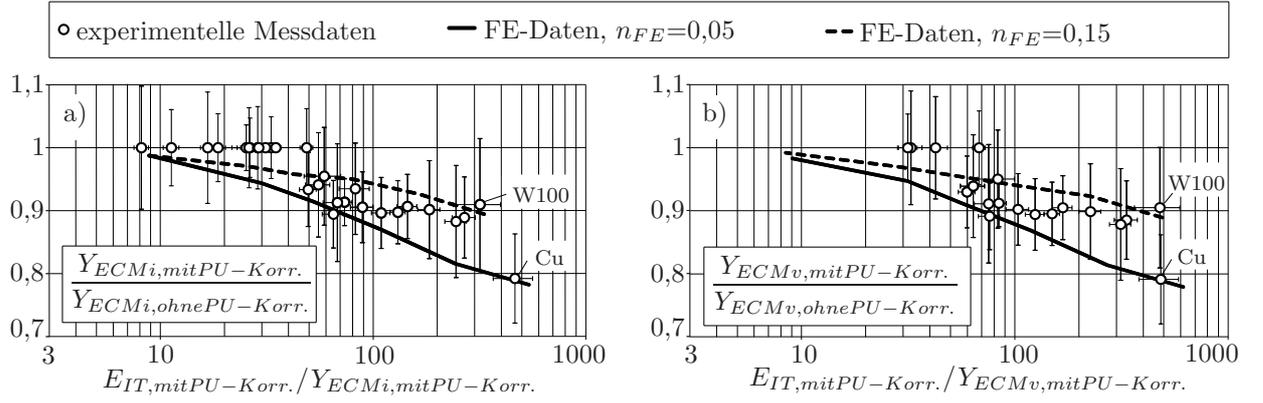


Abb. 7.6: Verhältnis der ECM-Fließspannungen  $Y_{ECM,mitPU-Korr.}$  (bestimmt unter Verwendung der *Pile up*-Korrektur nach Kap. 3.1.1 bzw. des effektiven *PUF* nach Kap. 5.3.1) zu  $Y_{ECM,ohnePU-Korr.}$  (bestimmt ohne *Pile up*-Korrektur) in Abhängigkeit von  $E_{IT,mitPU-Korr.}/Y_{ECM,mitPU-Korr.}$ : Vergleich zwischen FE- und Experimentaldaten (alle Werte ohne die Begrenzung von  $Y_{ECM}$  auf  $H_{IT}/Y_{ECM} \leq 3$ ),  
**a:** das ECMi nach Gl. (2.12) angewandt auf alle Materialien, für die AFM-Untersuchungen vorliegen, außer Al(100) (Tab. A.3), W(100) und Cu hervorgehoben,  
**b:** das ECMv nach Gl. (2.13) angewandt auf alle Materialien mit Druckversuchs- und AFM-Ergebnissen, außer Al(100) (Tab. A.3), W(100) und Cu hervorgehoben.

Abbildung 7.6 zeigt den Unterschied bei der Verwendung von  $H_{IT}$  und  $E_{IT}$  in den ECM mit und ohne *Pile up*-Korrektur. Auch hier ist die gute Übereinstimmung zwischen Mess- und Simulationsdaten zu erkennen. Sogar der Einfluss des Verfestigungsverhaltens ist mit den FE-Daten korrelierbar (Abb. 7.6a,b: W(100) mit  $n=0,165$  und Cu mit  $n=0,015$  sind mit FE-Daten bei entsprechenden  $n_{FE}$  grob vergleichbar). Zu erkennen ist auch die Auswirkung der begrenzten Genauigkeit der experimentellen *PUF*-Bestimmung für Materialien mit  $E/Y < 60$ , für die  $PUF=1$  gesetzt werden musste und die damit einen Sprung in den experimentellen Ergebnissen zeigen (Abb. 7.6). Auf der anderen Seite ist die gute Übereinstimmung der Mess- und Simulationsdaten für diese *Pile up*-Betrachtung bei  $E/Y > 60$  ein Hinweis auf die gute Qualität der *Pile up*-Korrekturen nach Kap. 3.1.1.

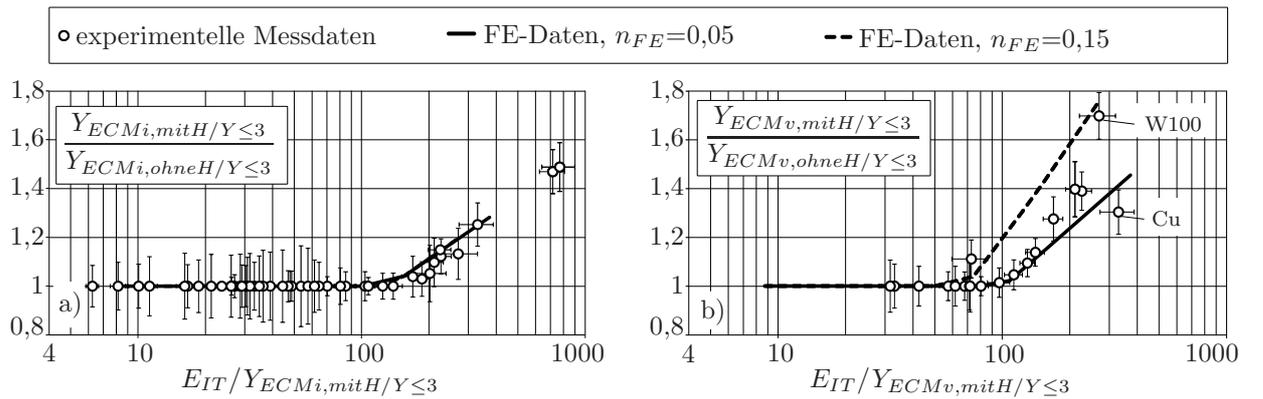


Abb. 7.7: Verhältnis der ECM-Fließspannungen  $Y_{ECM,mitH/Y \leq 3}$  (bestimmt unter Verwendung der Begrenzung von  $Y_{ECM}$  auf  $H_{IT}/Y_{ECM} \leq 3$ , Kap. 6.1) zu  $Y_{ECM,ohneH/Y \leq 3}$  (bestimmt ohne die Begrenzung auf  $H_{IT}/Y_{ECM} \leq 3$ ) in Abhängigkeit von  $E_{IT}/Y_{ECM,mitH/Y \leq 3}$ : Vergleich zwischen FE- und Experimentaldaten (alle Werte ohne *Pile up*-Korrektur),  
**a:** das ECMi nach Gl. (2.12) angewandt auf alle untersuchten Materialien (Tab. A.3),  
**b:** das ECMv nach Gl. (2.13) angewandt auf alle Materialien mit Druckversuchsergebnissen, außer Al(100) (Tab. A.3), W(100) und Cu hervorgehoben.

Der letzte untersuchte Einfluss ist die Begrenzung der  $Y_{ECM}$  auf  $H_{IT}/Y_{ECM} \leq 3$ , wie es in der Software *Indent Analyzer* der *ASMEC GmbH* umgesetzt ist (Kap. 6.1). Auch hier ist das Verhältnis der  $Y_{ECM}$  mit dieser Begrenzung zu solchen ohne diese Begrenzung für die Experimentaldaten vergleichbar mit den Simulationsdaten (Abb. 7.7a,b). Ebenso ist der Einfluss, den die Verfestigung auf die FE-Daten hatte, wieder in ähnlicher Weise in den Experimentaldaten erkennbar (Abb. 7.7b: W(100) mit  $n=0,165$ , Cu mit  $n=0,015$ ).

Aufgrund dieser Übereinstimmungen zwischen Experimental- und Simulationsdaten in den vorgestellten Verhältnissen kann vermutet werden, dass sich die ECM für reale Materialien wie für die FE-Daten verhalten. Damit wären dann die detaillierten, in Abhängigkeit von  $E/Y$ ,  $n$  und  $E/E_{Indenter}$  dargestellten FE-Ergebnisse zu den ECM (Kap. 6.1) auf die Experimentaldaten übertragbar. Dies würde das Verständnis für die mit den ECM erhaltenen Fließspannungen deutlich vertiefen. Zwingend logisch ist dieser Schluss jedoch nicht, da die beobachteten Verläufe, die die Unterschiede der jeweils ins Verhältnis gesetzten Größen darstellen, auch vollständig aus den ECM und nicht aus den Materialeigenschaften herrühren könnten.

Aus diesem Grund sollen im Folgenden die  $Y_{ECM}$  zu absoluten Referenzgrößen, nämlich zu den  $Y_{DV}$  aus Druckversuchen, in Beziehung gesetzt werden (Abb. 7.8). Da für alle Proben mit Druckversuchergebnissen auch AFM-Scans der Eindrücke vorliegen, wird dabei stets das *Pile up* korrigiert. Bei der Darstellung der Messdaten mit und ohne der Begrenzung der  $Y_{ECM}$  auf  $H_{IT}/Y_{ECM} \leq 3$  (Abb. 7.8) ist zu erkennen, dass diese Begrenzung die  $Y_{ECM}$ -Werte stets verschlechtert, das heißt, weiter von der Referenz  $Y_{DV}$  entfernt. Die nachfolgenden Betrachtungen beziehen sich deshalb stets auf die Werte ohne diese Begrenzung. Es zeigt sich dabei die zu erwartende Überschätzung der Fließspannungen bei der Anwendung des ECMi (Abb. 7.8a) auf die realen verfestigenden Materialien. Diese Überschätzung entsteht unter anderem durch das nicht eingebrachte Verfestigungsverhalten, was dazu führt, dass eher die repräsentativen Spannungen bei  $\varepsilon_r \approx 7,5\%$  als die niedriger liegenden Anfangsfließspannungen  $Y$  bestimmt werden (Kap. 2.1.2). Eine zusätzliche und für das ECMi nicht von dem gerade beschriebenen Mechanismus trennbare Ursache für eine Überschätzung der Fließspannungen ist der *Size effect* (Kap. 2.1.7). Da die Fließzonen der Nanoindentationsversuche deutlich kleiner sind als die Druckproben, müssten bei Materialien mit einem ausgeprägtem ISE die  $Y_{ECM}$ -Werte über denen der Druckversuche liegen. Der Anteil des ISE an der Überschätzung der  $Y_{ECM}$  aus dem ECMi lässt sich aber durch die Verwendung des ECMv von der Überschätzung der Fließspannungen aufgrund der Bestimmung der repräsentativen Spannung trennen. Denn unter der Voraussetzung, dass die mit den Druckversuchen ermittelten Verfestigungsexponenten  $n$  im Größenbereich der Nanoindentationsmessungen noch Gültigkeit besitzt, sollte bei Verwendung des ECMv der Einfluss der Verfestigung eliminiert werden und nur noch der ISE als Hauptursache der Überhöhung der  $Y_{ECM}$ - gegenüber den  $Y_{DV}$ -Werten übrig bleiben. Tatsächlich ergeben sich für die meisten untersuchten (metallischen) Materialien mit zur Verfügung stehenden Verfestigungsinformationen sehr gute Übereinstimmungen der  $Y_{ECMv}$  mit den  $Y_{DV}$  (Abb. 7.8b). Dies zeigt unter anderem die Gültigkeit der mittels der Auswahlkriterien der Nanoindentationsmesskräfte (Abb. 3.11) forcierte maximal mögliche Nähe dieser zur makroskopischen Größenskala, die Angemessenheit der  $n_{DV}$ -Bestimmung anhand des Fits des Materialmodells an die repräsentativen Verzerrungen  $\varepsilon_r$  (Kap. 2.2.3) sowie das Verbesse-

rungspotential des ECMv gegenüber dem ECMi (Kap. 2.1.4). Die Materialien, die trotz der Verwendung des ECMv immer noch  $Y_{ECMv}$ -Werte deutlich über den  $Y_{DV}$  zeigen, wie zum Beispiel die untersuchten amorphen Metalle und das Hartmetall 2 (Abb. 7.8b), besitzen dann in Übereinstimmung mit der obigen Annahme auch einen deutlich über den Größenbereich der Nanoindentationsmessungen hinausreichenden Einflussbereich des ISE (Abb. 8.1). Zu erkennen ist auch, dass für Materialien mit großen Verfestigungspotentialen, wie 210Cr46 mit  $n_{DV}=0,222$ , der Übergang vom ECMi zum ECMv eine große Verbesserung der  $Y_{ECM}$ -Werte nach sich zieht und bei schwach verfestigenden Materialien, wie Kupfer mit  $n_{DV}=0,015$ , die  $Y_{ECM}$ -Werte beinahe unverändert bleiben (Abb. 7.8).

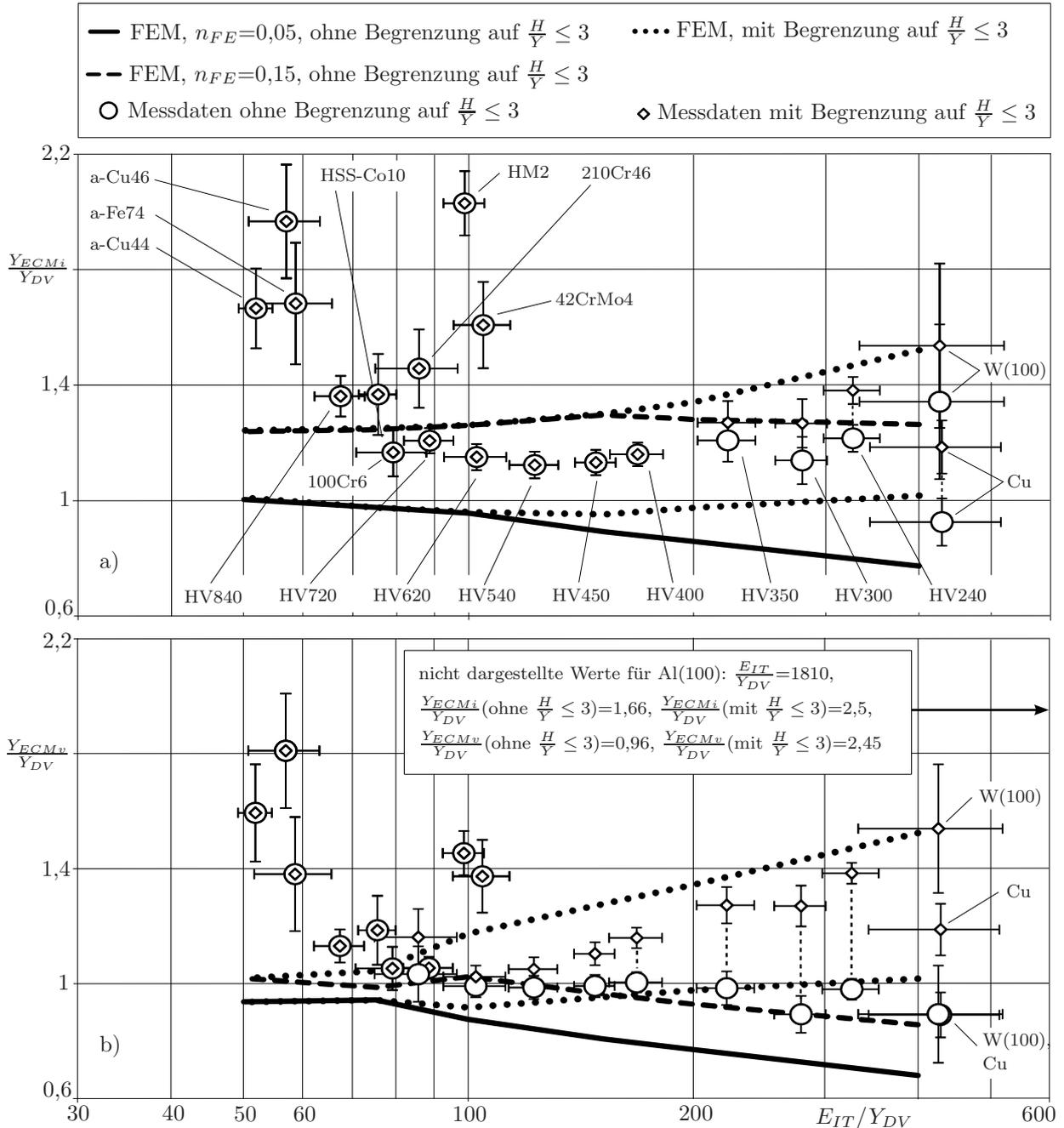


Abb. 7.8: Verhältnisse der  $Y_{ECM}$ - zu den  $Y_{DV}$ -Werten in Abhängigkeit von  $E_{IT}/Y_{DV}$  und der  $Y_{ECM}$ -Begrenzung auf  $\frac{H}{Y} \leq 3$ , Messdaten für alle Proben mit Druckversuchergebnissen (Tab. A.3) im Vergleich mit Simulationsdaten, alle Werte mit *Pile up*-Korrektur, **a**: für das ECMi, Gl. (2.12) und **b**: für das ECMv, Gl. (2.12).

Jetzt kann auf Basis des weiter oben geführten Indiziennachweises der Anwendbarkeit der FE-Ergebnisse (Kap. 6.1) auf die Experimentaldaten sowie des Vergleichs der ECM-Fließspannungen mit denen aus Druckversuchen ein Schema erstellt werden, das für die untersuchten Materialien (Tab. A.1, A.2) die in Abhängigkeit der vorhandenen Eingangsdaten optimale mögliche Konfiguration der *Expanding cavity*-Modelle bereitstellt (Tab. 7.1). Dieses Schema kann auch als Empfehlung für die Umsetzung der ECM außerhalb des Rahmens dieser Arbeit verstanden werden. Zudem werden natürlich alle weiteren Auswertungen mittels der ECM in der vorliegenden Arbeit mit diesem Schema durchgeführt.

Tab. 7.1: Aus den FE- (Kap. 6.1) und Experimentaldaten (Kap. 7.3.2) für die untersuchten Proben (Tab. A.1, A.2) gewonnene Übersicht über eine optimale Konfiguration der *Expanding cavity*-Modelle (Kap. 2.1.4) in Abhängigkeit der zur Verfügung stehenden Informationen über das *Pile up* ( $PUF$ ) und das Verfestigungsverhalten ( $n$ ). Grundsätzlich sollte immer  $E^*$  verwendet und die Begrenzung von  $Y_{ECM}$  auf  $\frac{H}{Y} \leq 3$  vermieden werden.

Informationen verfügbar über:		verwendetes ECM:	
$PUF$	$n$	Modell	<i>Pile up</i> -Korrektur für $H_{IT}$ , $E_{IT}$
nein	nein	ECMi, Gl. (2.12)	nein
ja	nein	ECMi, Gl. (2.12)	ja
nein	ja	ECMv, Gl. (2.13)	nein
ja	ja	ECMv, Gl. (2.13)	ja

Zu erwähnen ist, dass je weniger Informationen vorliegen, die ECM-Fließspannungen immer größer bestimmt werden. Bei Verwendung des idealplastischen Ansatzes ist die Fließspannung ansatzgemäß für verfestigende Materialien zu hoch (Kap. 6.1) und bei Vernachlässigung des  $PUF$  erhöht sie sich aufgrund der damit zu großen Härte. Hinzu kommen die generelle Überschätzung der Fließspannung durch das ECM für kleine  $E/Y$  (Abb. 6.1) und der *Size effect* beim Vergleich mit makroskopischen Fließspannungen. Zudem ist bei genauer Betrachtung kein direkter Nachweis möglich gewesen, ob bei den Keramiken und mineralischen Gläsern, die den Druckversuchen nicht zugänglich waren, aufgrund ihres vom verwendeten (FE-)Materialmodell abweichenden Materialverhaltens (Kap. 2.1.6) doch größere Fehler in den  $Y_{ECM}$ -Werten auftreten (siehe Kap. 7.3.3, 7.3.4).

### 7.3.3 Fließspannungsbestimmung mittels LPU-Messungen

Im Folgenden sollen die Ergebnisse für die Fließspannungen  $Y_{LPU}$  aus dem *Loading partial unloading*-Verfahren (Kap. 2.2.1, 3.1.3) betrachtet werden. Es zeigt sich für die dahingehend untersuchten Proben (Tab. A.3) eine Abhängigkeit der ermittelten  $Y_{LPU}$  vom Radius  $R$  der verwendeten Kugelindenter, wobei die  $Y_{LPU}$  stets in Richtung kleinerer  $R$  ansteigen (Abb. 7.9). Dabei sei auch nochmal darauf hingewiesen, dass der Beginn des Fließprozesses anhand der  $F-h$ -Kurve eines Kugelkontakts nur verspätet in Abhängigkeit von  $R$  wahrgenommen werden kann (Kap. 6.2). Der sich schon rein dadurch ergebende Anstieg der  $Y_{LPU}$  hin zu kleineren  $R$  kann aber die beobachteten Anstiege in Abb. 7.9 noch nicht vollständig erklären. Diese sind deshalb zu einem großen Teil auf die Mechanismen des *Indentation size effect* (Kap. 2.1.7) zurückzuführen, was in Kap. 8.2.2 gesondert diskutiert wird.

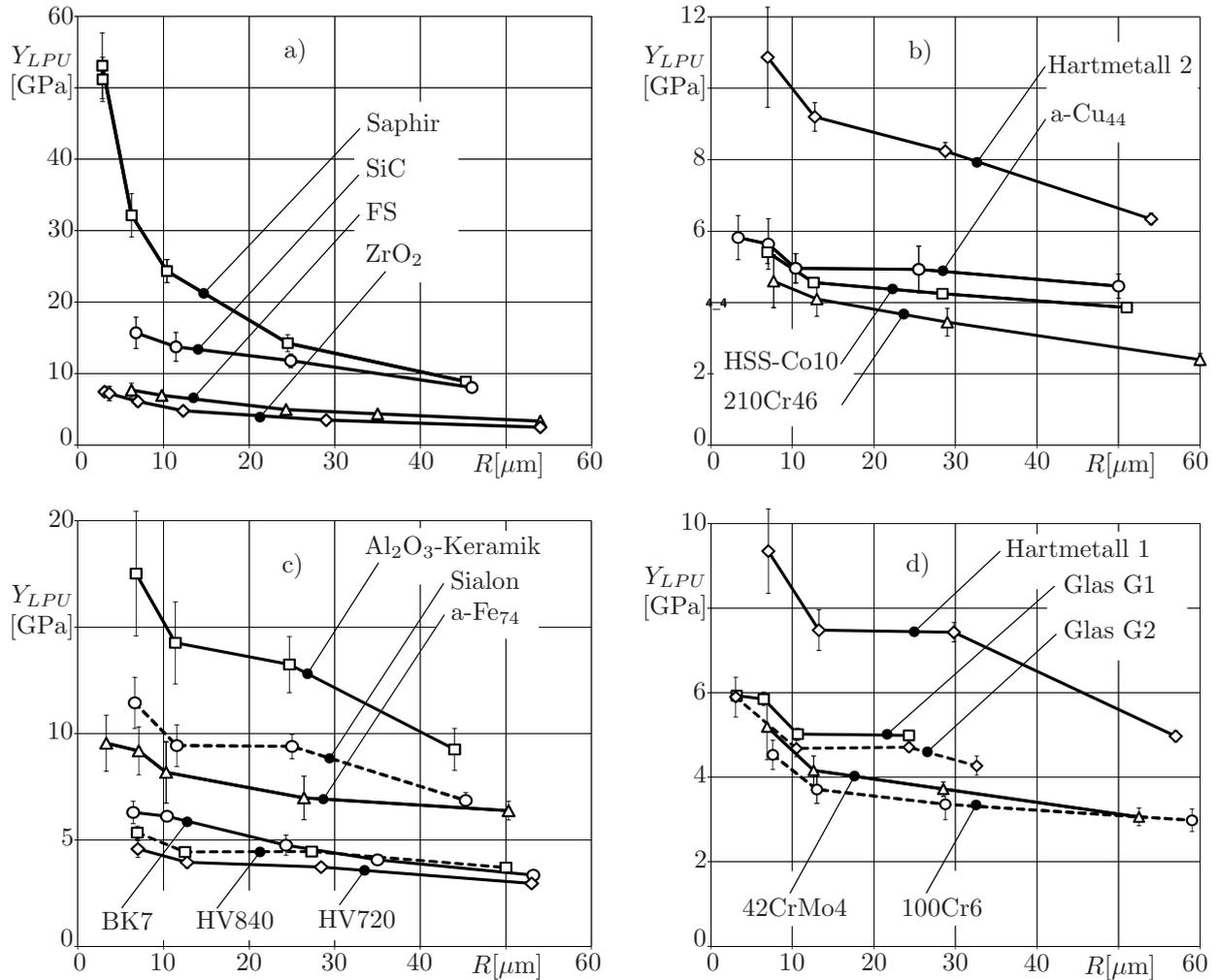


Abb. 7.9: Mittels des LPU-Verfahrens ermittelte Fließspannungen  $Y_{LPU}$  in Abhängigkeit des verwendeten Kugelradius  $R$  für alle Proben, für die LPU-Ergebnisse vorliegen (Tab. A.3), a,c,d: Materialien siehe Beschriftung, b: Materialien mit hohen und niedrigen Verfestigungspotentialen (HM2:  $n_{DV}=0,26$ , 210Cr46:  $n_{DV}=0,222$ , a-Cu<sub>44</sub>:  $n_{DV}=0,03$ , HSS-Co10:  $n_{DV}=0,071$ , siehe auch Abb. 7.3)

Eine weitere wichtige Eigenschaft der LPU-Versuche ist die Tatsache, dass bei diesen nicht unbedingt die Fließgrenze, sondern eigentlich nur eine kritische Kontaktkraft  $F_{krit}^{LPU}$  bestimmt wird, ab der der vorliegende Kugelkontakt keine reversiblen Kraft-Verschiebungskurven mehr zeigt. Diese irreversiblen  $F$ - $h$ -Kurven müssen nicht unbedingt durch plastisches Fließen verursacht sein, sondern können vielfältige Ursachen haben. Beispiele für Prozesse, die nicht an einen Fließprozess gekoppelt sind und trotzdem zu irreversiblen  $F$ - $h$ -Kurven führen, sollen im Folgenden anhand des Kugelkontakts mit Quarzglas gegeben werden (Abb. 7.10). Dort ist zu erkennen, dass, begrenzt durch die von den Spitzenradien der verwendeten Kugelindenter abhängigen, für die Rissbildung kritischen räumlichen Maxima der VON-MISES-Spannungen der HERTZschen Kontakte  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}^{Riss}$ , erst für Kugelindenter mit  $R < 20\mu\text{m}$  überhaupt die Möglichkeit besteht, dass Quarzglas bis zur Fließgrenze (hier festgelegt über  $Y_{ECMi}$ ) rissfrei belastet werden kann. Das heißt, für Indenter mit  $R > 20\mu\text{m}$  bilden sich durch den Kugelkontakt schon vor dem Erreichen der (ECMi-)Fließgrenze HERTZsche Kegelbrüche [HERZL 2006] heraus und verhindern damit prinzipiell die Detektion dieser Fließgrenze mittels des LPU-Verfahrens (Abb. 7.10).

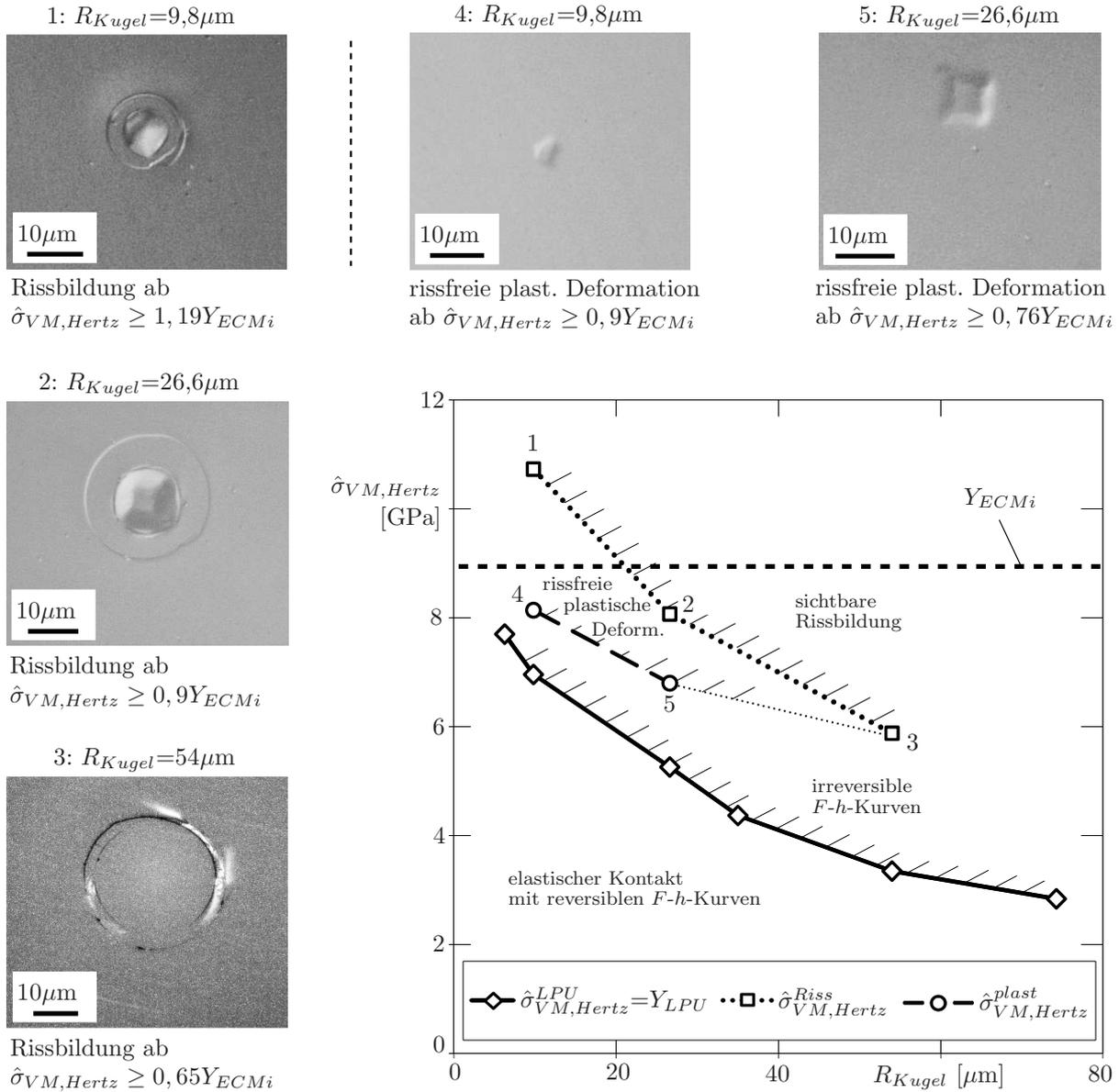


Abb. 7.10: Radiusabhängige inelastische Grenzen beim Kugelkontakt mit Quarzglas im Vergleich mit  $Y_{ECMi}$  aus dem Expanding cavity-Modell nach Gl. (2.12):

$\hat{\sigma}_{VM,Hertz}^{Riss}$ : kritische räumliche Maxima der VON-MISES-Spannungen (des HERTZschen Kontakts), ab denen lichtmikroskopisch sichtbare Rissbildung einsetzt (Bilder 1, 2, 3),  
 $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}^{plast}$ : kritische räumliche Maxima der VON-MISES-Spannungen, ab denen lichtmikroskopisch sichtbare rissfreie plastische Deformation einsetzt (Bilder 4 und 5, für  $R=54\mu\text{m}$  wurde vor der Rissbildung keine plastische Deformation beobachtet),  
 $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}^{LPU}=Y_{LPU}$ : kritische räumliche Maxima der VON-MISES-Spannungen, ab denen irreversible  $F-h$ -Kurven mittels des LPU-Verfahrens ermittelt werden.

Jedoch stellt die Rissbildung im vorliegenden Fall nur eine theoretische obere Grenze dar. Zu erkennen ist nämlich auch, dass die kritischen  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}^{LPU}$  aus dem LPU-Verfahren deutlich niedriger als die kritischen  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}^{Riss}$  bei Rissbildung liegen (Abb. 7.10). Es müssen also noch andere Prozesse deutlich unterhalb der Rissbildungsgrenze wirken, die zu irreversiblen  $F-h$ -Kurven führen. Diese Prozesse müssen auch größendimensionsabhängig sein, da der  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}^{LPU}$ -Verlauf in Richtung kleinerer  $R$  ansteigt (Abb. 7.10). Ein Teil dieser niedrigen  $Y_{LPU}$ -Werte ist eventuell über die sich unterhalb der Oberfläche herausbildenden und

damit später sicht- als detektierbaren Kegelbrüche [HERZL 2006] erklärbar. Weitere potentielle Mechanismen dahingehend könnten größendimensionsabhängige Übergänge von Haft- zu Gleitreibung im Kontaktbereich, *jamming*-Prozesse in Gläsern (Kap. 2.1.6) und anfängliches Kollabieren von Poren in Keramiken sein (siehe auch Kap. 8.2.2).

Es sei an diesem Punkt erwähnt, dass zu Abb. 7.10 vergleichbare  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}^{LPU}$ -Verläufe mit deutlich unterhalb der  $Y_{ECM}$  liegenden  $Y_{LPU}$ -Werten nur für spröde Materialien wie Gläser und Keramiken gefunden wurden (Abb. 8.2). Metallische Proben zeigen diese nicht (Abb. 8.1). Dies und die bemerkenswerte Tatsache, dass unterhalb der ECMi-Fließgrenze rissfreie plastische Eindrücke beobachtet wurden (Abb. 7.10), legt nahe, dass es sich dabei auch um ein Problem mit der für diese spröden Materialien nicht angemessenen Gestaltänderungsenergiehypothese (Kap. 2.1.2) handelt<sup>1</sup>. Das  $Y_{ECMi}$  aus Berkovicheindringversuchen ist dann für das Quarzglas, bei dem die VON-MISES-Spannung vermutlich nicht ausschlaggebend für inelastisches Verhalten ist, nicht mit dem  $Y_{LPU}$  aus Kugelkontakexperimenten vergleichbar (siehe dazu auch den nächsten Abschnitt, Kap. 7.3.4).

### 7.3.4 Vergleichbarkeit der Fließspannungen aus den verschiedenen Verfahren

Die mittels der ECM (Kap. 2.1.4, 7.3.2), des LPU-Verfahrens (Kap. 2.2.1, 3.1.3, 7.3.3) und der Druckversuche (Kap. 2.2.3, 3.3, 7.3.1) ermittelten Fließspannungen sollen hier auf Vergleichbarkeit überprüft werden. Das Ziel dabei ist zum einen die Feststellung der prinzipiellen Eignung der Verfahren zur Ermittlung von Referenzfließspannungen für die mittels des Konzepts des effektiv geformten Indenters ermittelten räumlichen Maxima der VON-MISES-Spannungen  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ . Zum anderen soll auch die Eignung der Verfahren zur Bestimmung von allgemeingültigen Fließspannungen abgeschätzt werden. Dabei ist anhand der Gegenüberstellung der Fließspannungswerte aus den ECM, dem LPU-Verfahren und den Druckversuchen im Rahmen der Betrachtung des ISE (Kap. 8, Abb. 8.1, Abb. 8.2) zu erkennen, dass diese im allgemeinen schlecht vergleichbar sind. Nur für die Stähle werden oft unter den Verfahren vergleichbare Fließspannungen ermittelt. Dieser Mangel an Vergleichbarkeit hat mehrere Ursachen.

Eine erste Erklärung liegt in den unterschiedlichen Spannungs-Verzerrungs-Feldern der den Verfahren zu Grunde liegenden Experimente. Vergleichbar können die Fließspannungen dieser Verfahren deshalb prinzipiell nur sein, wenn die verwendete Vergleichsspannungshypothese (hier die GEH) den untersuchten Materialien angemessen ist. Dies ist zum Beispiel für die Stähle der Fall, weswegen dort die unterschiedlichen Verfahren vergleichbare Ergebnisse zeigen (Abb. 8.1, rechts). Für Materialien bei denen die GEH nicht angemessen ist, sind die Fließspannungswerte aus unterschiedlichen Verfahren nur dann vergleichbar, wenn diese auf der selben Kontaktgeometrie beruhen. Der Vergleich basiert dann nicht mehr auf einer direkt den physikalischen Prozessen zuordenbaren kritischen Fließspannung, sondern nur auf einem Spannungswert (hier  $\hat{\sigma}_{VM}$ ), der mit dem Spannungsfeld und damit (im vorliegenden Fall) in unbestimmter aber konstanter Art und Weise mit den echten kritischen Spannungskomponenten verbunden ist. Da die untersuchte Materialauswahl (Tab. A.1, A.2) aufgrund der Abdeckung des  $E/Y$ -Raumes auch Materialien enthält, die schlecht mit

<sup>1</sup>Die ECM in den vorliegenden Formen (Kap. 2.1.4) bestimmen die skalaren Fließspannungen  $Y_{ECM}$  mittels der Schubspannungshypothese (TRESKA-Kriterium), die vor dem Hintergrund der erreichbaren experimentellen Genauigkeiten als äquivalent zur GEH angenommen wird [JOHNSON 1985].

der GEH beschreibbar sind (z.B. mineralische Gläser und Keramiken, wie in Kap. 7.3.3 für Quarzglas gezeigt wurde), kann für eine Überprüfung eines Verfahrens über allen untersuchten Materialien nicht der Weg über allgemeingültige Fließspannungen als Referenzgrößen gegangen werden. Es bleibt nur die Möglichkeit anhand der  $\hat{\sigma}_{VM}$  Verfahren mit ähnlicher Kontaktgeometrie zu vergleichen. Das Referenzverfahren zur Bewertung der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte des Konzepts des effektiv geformten Indenters muss also wie dieses selbst auf Berkovicheindringversuchen beruhen. Die einzigen dahingehend zur Verfügung stehenden Verfahren sind die ECM (Kap. 2.1.4). Durch die ähnlichen Experimentalgeometrien der beiden Verfahren bleibt damit die Vergleichbarkeit zu den FE-Ergebnissen (Kap. 6.4) und die allgemeine Aussage über die Anwendbarkeit des Konzepts des effektiv geformten Indenters zur Fließspannungsbestimmung (Kap. 9.2) erhalten. Für die Bestimmung von allgemeingültigen Fließspannungswerten aus Nanoindentationsversuchen, die nicht nur im Vergleich mit Werten aus anderen Auswerteverfahren der selben Nanoindentationsexperimente gültig sind, bedeutet das aber auch, dass die betrachteten Verfahren in der vorliegenden Form prinzipiell nur für GEH-kompatible Materialien (z.B. Stähle und andere metallische Materialien) allgemein verwendbare Fließspannungen liefern. Dabei ist das LPU-Verfahren noch am flexibelsten, da für den HERTZschen Kontakt alle Spannungskomponenten bestimmt werden können.

Des Weiteren unterscheiden sich das LPU-Verfahren und die Druckversuche in der Verzerzeugung vom ECM. Die beiden ersteren Verfahren beruhen auf einer zeitaufgelösten Erhöhung der Verzerrungen aus dem elastischen Bereich heraus, über die Fließverzerrung  $\varepsilon_Y$  bis in den plastischen Bereich hinein (Abb. 2.1). Damit ist eine direkte Zuordnung von  $\varepsilon_Y$  auf  $\sigma_Y = Y$  möglich. Im Gegensatz dazu beruhen die ECM auf Eindringversuchen mit spitzen selbstähnlichen Berkovichpyramiden, die sofort nach Kontakt konstant hohe Verzerrungen im Material erzeugen (Abb. 2.13). Diese können als phänomenologischer Mittelwert in der repräsentativen Verzerrung  $\varepsilon_r$  (Kap. 2.1.2iv) zusammengefasst werden. Eine direkte Beobachtung des Fließbeginns  $Y(\varepsilon_Y)$ , wie für die beiden anderen Verfahren, ist also beim ECM nicht möglich. Vielmehr wird die repräsentative Spannung  $\sigma_r(\varepsilon_r)$  bestimmt (Abb. 2.1). Bei Kenntnissen über das Verfestigungsverhalten kann dann mit dem ECM für verfestigende Materialien, Gl. (2.13), nachträglich unter Annahme der Gültigkeit des Materialverhaltens nach Gl. (2.5),  $\sigma_r$  auf  $Y$  abgebildet werden. Da aber meist  $n$  nicht bekannt ist, erhöht sich  $Y_{ECM_i}$  gegenüber der Fließspannung um den unbekanntem Anteil der Verfestigung des untersuchten Materials von  $\varepsilon_Y$  bis mindestens  $\varepsilon_r$  (Abb. 7.8, 6.1). Zusätzlich zur reinen isotropen Verfestigung kann sich aber auch zwischen der Fließdehnung, die vom LPU-Verfahren bestimmt wird, und der repräsentativen Dehnung, die beim ECM mindestens vorliegt, das untersuchte Material noch erheblich verändern. Als Beispiele für solche Veränderungsprozesse seien druckinduzierte Verdichtung von gesinterten Keramiken und anormalen Gläsern, Phasenübergänge oder auch das *Jamming* von STZs in amorphen Netzwerken zu nennen (Kap. 2.1.6). Die Eigenschaften ein und des selben Materials können sich also in den Fließzonen von Kegelkontakten erheblich von denen bei Fließbeginn (LPU-Kugelkontakt) unterscheiden. Auch dies kann zu Unterschieden zwischen ECM- und LPU-Werten beitragen.

Ein weiterer wichtiger Einflussfaktor auf die ermittelten Fließspannungswerte ist der *Indentation size effect* (Kap. 2.1.7), der im folgenden Kapitel (Kap. 8) betrachtet wird.

## 8 Einordnung der experimentellen Ergebnisse im Hinblick auf den ISE

### 8.1 Bestimmung der Fließzonengröße (FEM)

Die Fließzonengrößen werden im Folgenden nicht über das Volumen, sondern über die zur Probenoberfläche parallelen Fließzonenradien  $a_Y$  (z.B. Abb. 4.1) beschrieben. Der damit durch die voneinander abweichenden Fließzonengeometrien entstehende Fehler wird vernachlässigt. Bei den Berkovicheindringexperimenten wird bei der  $a_Y$ -Bestimmung in zwei Varianten unterschieden. Liegt für ein betrachtetes Material die  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Kurve aus Druckversuchen vor, wird diese direkt als Materialmodell in der FE-Kegeleindringsimulation verwendet. Ist der materialspezifische  $\sigma_w$ - $\varepsilon_w$ -Verlauf nicht bekannt, wird in der Simulation das Standardmaterialmodell (Gl. (2.5)) mit  $E_{ref}$ ,  $Y_{ECM}$  (Tab. A.4) und  $n=0,05$  verwendet (siehe Abb. 6.11c). Der Fließzonenradius wird dann in beiden Fällen aus den entstehenden  $\varepsilon_{pl,VM}$ -Feldern (Abb. 2.10) ausgelesen. Für die LPU-Kugelkontaktexperimente wird die Fließzonengröße beim detektierten Fließbeginn ( $F_{krit}^{LPU}$ ) durch die Festlegung eines festen Verhältnisses von  $a_Y$  zum Kontaktradius  $a_c$  bestimmt (Abb. 6.3). Dieses wird mit Hilfe der Kugelkontaktuntersuchungen zum nur verspätet an der Oberfläche messbaren Fließbeginn (Kap. 6.2) für metallische Materialien zu  $a_Y/a_c=0,6$  sowie für Keramiken und Gläser zu  $a_Y/a_c=0,3$  gewählt. Der Einfluss des bei Kugelkontakten nur verspätet beobachtbaren Fließbeginns ist materialspezifisch. Um diesen exemplarisch für ein Material abzuschätzen, wird für Stähle, die ein ähnliches Fließverhalten wie der simulierte Stahl in Kap. 6.2 haben, dieser Einfluss über zwei Fitfunktionen, die die Fließzonengröße und die Fließspannungsüberschätzung in Abhängigkeit des Kugelradius beschreiben, korrigiert:

$$\begin{aligned} a_Y/a_c(R) &= -0,0084 \frac{1}{\mu m} R + 0,802, \quad a_Y \text{ und } a_c \text{ bei } F_{krit}^{LPU}, \\ \frac{Y_{LPU}^{gemessen}}{Y_{LPU}^{korrigiert}} \left( \frac{a_Y}{a_c} \right) &= 1,2405 \left( \frac{a_Y}{a_c} \right)^2 - 0,50863 \left( \frac{a_Y}{a_c} \right) + 1,0721. \end{aligned} \quad (8.1)$$

Mit diesen Festlegungen sind nun für die betrachteten Fließspannungsbestimmungsverfahren die Fließzonenradien in Verbindung mit den ermittelten Fließspannungen bekannt. Die Fließspannungen  $Y_{DV}$  aus den Druckversuchen gelten als makroskopische Referenzen.

### 8.2 Einordnung der Fließspannungswerte nach der Fließzonengröße

Aus Platzgründen werden nicht für alle 40 untersuchten Materialien (Tab. A.1, A.2) die Fließspannungsverläufe abgebildet. Die in Abb. 8.1 und 8.2 dargestellten 24 Materialien stellen jedoch einen vollständigen Überblick über alle gefundenen qualitative Verläufe dar. Die nicht dargestellten Materialien sind entweder vergleichbar mit den dargestellten, wie im Fall der Härtevergleichsplatten, der amorphen Metalle und der Hartmetalle, oder es liegen zu wenig Messpunkte vor, um eine Aussage über den ISE ableiten zu können.

Für die metallischen Materialien (Abb. 8.1) zeigen sich meist Anstiege der Fließspannungen hin zu kleineren Fließzonen, die als ISE interpretiert werden können. Zudem liegen dort die  $Y_{LPU}$  über den  $Y_{ECM}$ , wie das aufgrund der für die LPU-Verfahren tendenziell kleineren Fließzonen und der prinzipiell zu großen Fließspannungswerte (Kap. 6.2) zu erwarten ist. Außerdem ist gut zu erkennen, dass für die Stähle, für die die Korrektur der  $Y_{LPU}$  nach Gl. (8.1) durchgeführt wurde, die korrigierten Werte gut mit den  $Y_{ECM}$ -Verläufen korrelieren. Das bedeutet zum einen, dass dort die Hauptursache für das Abweichen der  $Y_{LPU}$  von den  $Y_{ECM}$  die in Kap. 6.2 beschriebene Überschätzung der  $Y_{LPU}$ -Werte aufgrund des nur verspätet detektierbaren Fließprozesses bei Kugelkontakten ist. Zum anderen bedeutet es, dass für diese Materialien die GEH anwendbar ist, da sonst die beiden Kontaktgeometrien nicht auf die selben Fließspannungswerte führen würden (Kap. 7.3.4). Unterstützend für diese Aussage kommt hinzu, dass für die metallischen Materialien mit bekannter makroskopischer Fließspannung ( $Y_{DV}$ ) die Fließspannungen aus den Nanoindentationsversuchen bei größeren Kontaktkräften meist in Richtung dieser  $Y_{DV}$  tendieren. Dies ist ebenso nur bei Anwendbarkeit der GEH denkbar, da die Druckversuche eine dritte Experimentalgeometrie darstellen, die nur bei einer angemessenen Vergleichsspannungshypothese vergleichbare Fließspannungen liefern kann. Zu erkennen ist zudem, dass für die meisten untersuchten Materialien noch innerhalb des in dieser Arbeit mittels der Nanoindentation abgedeckten Kontaktkraftbereichs (bis 500mN) die meisten Materialien schon makroskopisches Verhalten zeigen. Nur das amorphe  $\alpha$ -Cu<sub>44</sub> und der 42CrMo4-Stahl zeigen noch kleinere  $Y_{DV}$ . Tendenziell ist auch zu erkennen, dass weichere Materialien einen stärkeren ISE zeigen als härtere, wie das für die *Strain gradient theory of plasticity* (Kap. 2.1.7) zu erwarten ist [NIX und GAO 1998]. Eine Ausnahme bei den qualitativen Verläufen der metallischen Werkstoffe stellt das Hartmetall 2 (Abb. 8.1, links, 2.v.u.) dar, das aber aufgrund seiner Mikrostruktur aus überwiegend WC-Kristallen in einer Ni-Matrix eine Ausnahme ist und eventuell besser den Keramiken zuzuordnen ist.

Die Werte für die Keramiken und oxidischen Gläser zeigen oft ebenso Anstiege der Fließspannungen hin zu kleinen  $a_Y$ , jedoch korrelieren dort die Werte für die ECM und das LPU-Verfahren nicht (Abb. 8.2). Meist liegen hier die  $Y_{LPU}$  deutlich unterhalb der  $Y_{ECM}$ , was nicht über die beschriebenen Abweichungen der Kugelkontaktverfahren (Kap. 6.2) erklärbar ist. Eine der Ursachen dieser Unterschiede ist vermutlich die für diese Materialien nicht angemessene GEH (Kap. 7.3.3, 7.3.4). Des Weiteren zeigen einige Keramiken und Gläser trotz eines  $Y_{ECM}$ -Verlaufs ohne Anzeichen einer Größenabhängigkeit (z.B. FS, BK7, ZrO<sub>2</sub>) einen deutlichen  $Y_{LPU}$ -Anstieg hin zu kleineren Dimensionen. Die möglichen Ursachen für diese Eigenschaft des LPU-Verfahrens werden in Kap. 8.2.2 betrachtet. Eine Ausnahme bei den Gläsern ist das Kalknatronglas (Abb. 8.2, rechts, 3.v.u.). Dort liegen bemerkenswerterweise die  $Y_{LPU}$  wie für die Metalle über den  $Y_{ECM}$ , was eventuell auf eine bessere Angemessenheit der GEH hindeutet (die leichte Abnahme der  $Y_{ECM}$  ist auf den Spitzenverrundungseinfluss zurückzuführen).

Die physikalischen Ursachen für die beobachteten Fließspannungsverläufe werden in den folgenden zwei Abschnitten 8.2.1 und 8.2.2 näher betrachtet.

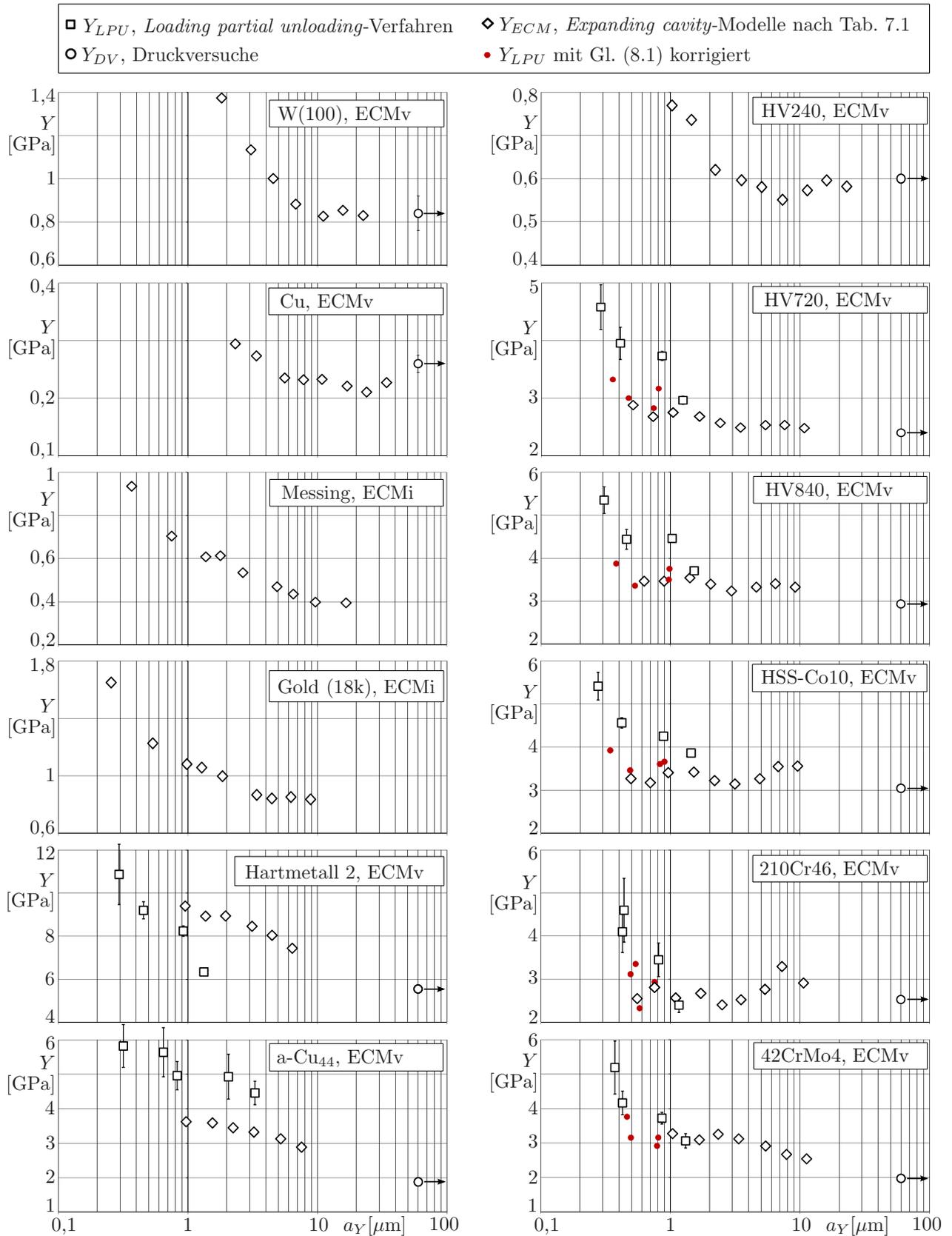


Abb. 8.1: *Indentation size effect*: Abhängigkeit der Fließspannungswerte  $Y$  aus verschiedenen Verfahren von den mittels der FEM abgeschätzten Fließzonendurchmessern  $a_Y$ , *links*: für verschiedene metallische Materialien, *rechts*: für verschiedene Stähle, (das jeweils verwendete ECM wird hinter der Materialbezeichnung angegeben).

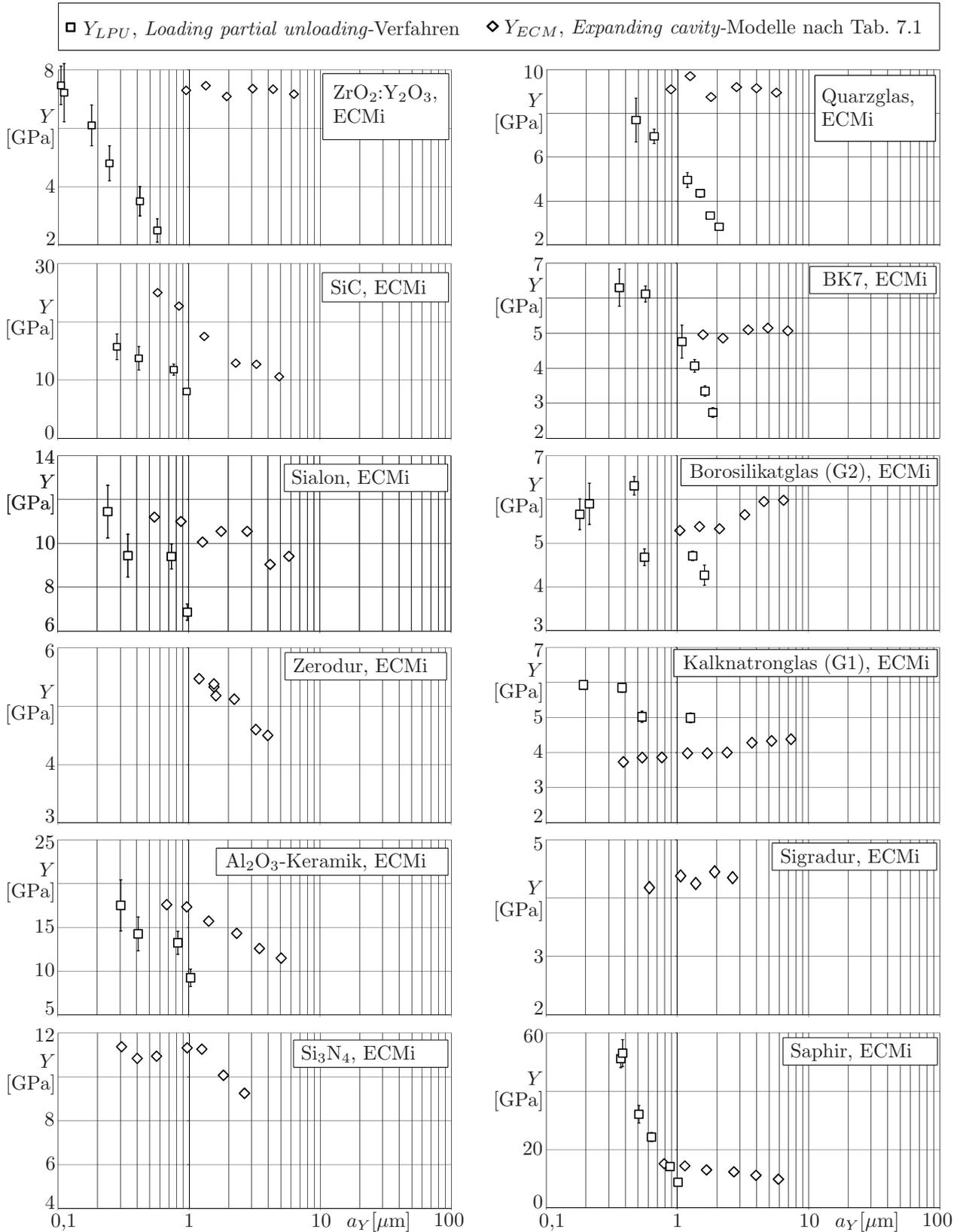


Abb. 8.2: Indentation size effect: Abhängigkeit der Fließspannungswerte  $Y$  aus verschiedenen Verfahren von den mittels der FEM abgeschätzten Fließzonenradien  $a_Y$ , links: für verschiedene Keramiken, rechts: für mineralische Gläser, Sigradur und Saphir, (das jeweils verwendete ECM wird hinter der Materialbezeichnung angegeben).

### 8.2.1 Ursachen der Fließspannungsverläufe für die ECM

Die Bestimmung der Fließspannungen mittels der ECM beruht auf Eindringversuchen mit Berkovichindenter, für die Indenterflächen- und Maschinensteifigkeitsfunktionen benötigt werden. Fehler in diesen Funktionen werden jedoch ausgeschlossen, da für einzelne Proben (z.B. BK7, Abb. 8.2) dimensionsunabhängige  $Y_{ECM}$ -Verläufe gefunden wurden.

**ISE:** In den Dimensionen der durchgeführten Berkovicheindringexperimente ( $a_Y \approx 1-10\mu\text{m}$ ) ist im Hinblick auf die Größenabhängigkeit hauptsächlich der Einfluss der Verzerrungsgradienten von Belang (Kap. 2.1.7). Dabei gewinnen im unteren Mikrometerbereich die über die Verzerrungsgradienten erzeugten Versetzungen (GNDs) gegenüber den dimensionsunabhängig aufgrund der Verzerrungen entstehenden SSD an Einfluss. Damit liegen bei abnehmenden Größenskalen überproportional hohe Versetzungsdichten vor, was im Folgenden die Beweglichkeit neu gebildeter Versetzungen behindert und somit die Fließspannung erhöht. Bei amorphen Netzwerken existieren äquivalente Mechanismen mit den STZs (Kap. 2.1.6, 2.1.7). ISE-Mechanismen aus kleineren Dimensionen sind hier meist noch vernachlässigbar, was das Ausbleiben des ISE bei nicht für Verzerrungsgradienten anfällige Materialien (kleine  $E/Y$ ) wie FS oder  $\text{ZrO}_2$  (Abb. 8.2) erklärt.

**Informationen über das Verfestigungsverhalten:** Für viele der metallischen Materialien (Abb. 8.1) ist über Druckversuche das Verfestigungsverhalten bekannt. Dieses kann somit über die Verwendung des  $ECM_v$ , Gl. (2.13), in die  $Y_{ECM}$ -Bestimmung einfließen. Für die Keramiken und Gläser existieren keine solchen Informationen, weshalb dort das  $ECM_i$ , Gl. (2.12), verwendet wird. Dieses bestimmt die Fließspannung ansatzbedingt bei verfestigenden Materialien zu hoch (Kap. 6.1). Wird also angenommen, dass die Keramiken und Gläser verfestigen, erklärt dies zum Teil den dortigen Versatz zwischen  $Y_{LPU}$  und  $Y_{ECM}$ .

**Oberflächengradienten:** Da die Tiefenausdehnung und der Radius der Kegelfließzonen nahezu gleich sind (Abb. 2.13), können die Festigkeitsanstiege auch zum Teil über Oberflächengradienten, wie zum Beispiel Bearbeitungsrandschichten mit durch die mechanische Politur erhöhten Versetzungsdichten, hervorgerufen werden. Dieser Randschichteneinfluss ist nicht von einem echten ISE trennbar. Jedoch sind Randschichten vermutlich von untergeordnetem Einfluss, da viele Materialien gar nicht das Potential haben, so stark zu verfestigen, wie es für die beobachteten  $Y_{ECM}$ -Anstiege notwendig wäre.

**Einfluss der Oberflächenrauheit:** Je größer die Oberflächenrauheit in Relation zur Eindringtiefe wird, desto kleiner wird durch das verstärkte Aufliegen des Indenters auf den Rauheitsspitzen die reale Kontaktfläche im Gegensatz zur Flächenfunktion. Dieser Effekt führt zu zu kleinen  $H_{IT}$  [BOBJI und BISWAS 1999] und zu unterschätzten  $E_{IT}$ -Werten [WALTER et al. 2007], was im Folgenden die ISE-Darstellung über zu niedrig bestimmte  $Y_{ECM}$ -Anstiege beeinflusst [KIM et al. 2007]. Da jedoch für die vorliegenden Messungen die Oberflächenrauheiten sehr klein sind, ist dieser Einfluss vermutlich vernachlässigbar.

### 8.2.2 Ursachen der Fließspannungsverläufe für das LPU-Verfahren

**ISE:** Die Fließzonengrößen sind für die durchgeführten LPU-Kugelkontakte gegenüber denen der Berkovichkontakte meist kleiner ( $a_Y \approx 0,1-1\mu\text{m}$ ). In diesen Bereichen sind dann neben den Verzerrungsgradienten noch andere ISE-Mechanismen von Bedeutung. So behindern nicht mehr nur hohe Versetzungsdichten die Versetzungsbewegungen und das Wir-

ken von Versetzungsquellen, sondern auch das Fehlen von freier Weglänge (Kap. 2.1.7). Zusätzlich kann eine fast vollständige Abwesenheit von Gitterfehlern oder STZs in kleinen Volumina die plastische Deformation erschweren und die Fließspannung in Richtung der theoretischen Fließgrenze verschieben (Kap. 2.1.7ii), was vermutlich auch die Ursache für den starken Anstieg der  $Y_{LPU}$ -Werte des versetzungsarmen Saphirs (Abb. 8.2, rechts unten) ist. Diese Effekte führen dann bei Kugelkontaktexperimenten zu einer Erhöhung der Anfangsfließspannungen gegenüber Werten, die in größeren Fließzonen vorliegen (Abb. 8.1, 8.2). Für die Gläser und Keramiken liegen die  $Y_{LPU}$  aber teils sehr viel tiefer als die  $Y_{ECMi}$  aus dem ECMi (Abb. 8.2), obwohl die Fließzonen bei Letzteren größer sind. Dies liegt zum Teil an der für diese Materialien nicht angemessenen GEH (siehe Kap. 7.3.3, 7.3.4) und der prinzipiellen Überschätzung der Fließspannungen bei Anwendung des ECMi auf verfestigende Materialien (Kap. 6.1). Davon abgesehen wirken in spröden Materialien aber auch noch andere Mechanismen die zu einem  $Y_{LPU}$ -Abfall führen können. Zu nennen sind dahingehend die größenabhängige Neigung zu Sprödbrüchen (Abb. 2.11, 7.10) und, damit verbunden, größenabhängige Potentiale an ertragbaren plastischen Verzerrungen. Bei Kugelkontakten mit spröden Materialien begrenzt dabei nicht mehr nur die kritische Last beim Erreichen der Fließspannung, sondern überlagernd auch das Erreichen einer kritischen Bruchspannung den Bereich elastischer Deformationen (Abb. 7.10). Die über den Anstieg hin zu kleineren  $R$  zu erkennende Dimensionsabhängigkeit dieser Bruchspannung (Abb. 7.10) lässt sich über die lokale Natur plastischer Deformationen und Oberflächenenergieeffekte erklären. In großen Volumina existieren ausreichend Strukturwachststellen (Versetzungen, STZs, Poren), die als Rissursprung dienen können. Dies ist in kleinen Dimensionen nicht mehr der Fall, so dass dort die Rissbildung erschwert wird. Ebenso wird in kleinen Größendimensionen die Erzeugung von freier Oberfläche (Rissbildung) energetisch ungünstiger gegenüber der Volumendeformation (plastisches Fließen), womit dort das Potenzial an ertragbarer plastischer Verzerrung steigt (Abb. 7.10, Kap. 2.1.7, [KERMOUCHE et al. 2008]). Zusätzlich könnten *Jamming*-Prozesse (leichtes Umlagern und sofortiges Wieder-Blockieren von STZs, Abb. 2.8) sowie noch vor dem globalen Strukturversagen (Fließen) stattfindende Volumenkomprimierung zu den sehr früh detektierten irreversiblen  $F$ - $h$ -Kurven bei größeren  $R$  beitragen (Kap. 7.3.3). Diese Mechanismen wären ebenso dimensionsabhängig, da für kleine Kontakte deutlich weniger STZs und Volumenschwachstellen für solche leichten Umlagerungsprozesse zur Verfügung stehen. Diese beiden Mechanismen würden auch das LPU-Verfahren, das direkt die Anfangsfließspannung detektiert, stärker beeinflussen als die ECM, die auf Berkovicheindringversuchen mit sofort vorliegenden sehr hohen Verzerrungen basieren. Des Weiteren könnten größenabhängige Übergänge von Haft- zu Gleitreibung in den Kontaktflächen zu der Dimensionsabhängigkeit der detektierten kritischen Lasten beitragen. Zusammenfassend stellt sich die Größenabhängigkeit von LPU-Kugelkontakten als wesentlich komplexer als die von Berkovichkontakten heraus.

**Oberflächengradienten:** Auch für Kugeleindringexperimente wird die Tiefenausdehnung der Fließzonen bei kleineren  $R$  geringer. Damit könnten die beobachteten Anstiege hier ebenfalls mit Oberflächengradienten, wie zum Beispiel Bearbeitungsrandschichten erklärbar sein. Jedoch können Randschichten auch hier nur einen Teil der Erklärung liefern, da die meisten Materialien, wie schon erwähnt, gar nicht das Potential besitzen, so stark zu verfestigen, wie dies für die beobachteten  $Y_{LPU}(R)$ -Anstiege (Abb. 7.9) notwendig wäre.

**Messgenauigkeit des Messsystems:** Eine weitere Erklärung der Anstiege der  $Y_{LPU}$  in Richtung kleinerer Kugelradien ist die Interaktion zwischen der Messgenauigkeit des verwendeten Messsystems und der Größe der messbaren Informationen über den Status des Fließprozesses (Kap. 6.2). Für kleinere Kugelradien kann dabei der Fließbeginn erst später detektiert werden, womit dann ein scheinbarer Anstieg der  $Y_{LPU}$ -Werte hin zu kleineren  $a_Y$  gemessen wird. Dieser Effekt kann jedoch die beobachteten Anstiege, speziell für die Keramiken und Gläser, nicht vollständig erklären (siehe auch Kap. 8.2).

**Oberflächenrauheit:** Kugelkontakte sind aufgrund der kleinen Eindringtiefen empfindlicher auf Oberflächenrauheiten als Berkovichexperimente (Kap. 8.2.1). Bei ungünstigen Verhältnissen zwischen Rauheit und Eindringtiefe kann die Einebnung der Rauheitsspitzen die exakte Detektion der kritischen Last stören und zu fehlerhaften  $Y_{LPU}$ -Werten führen. Da die untersuchten Proben aber sehr glatt sind, ist dieser Einfluss hier vermutlich gering.

### 8.3 Vergleichbarkeit der Fließspannungen im Hinblick auf den ISE

Zu den prinzipiellen Unterschieden zwischen den ECM und dem LPU-Verfahren aufgrund der Kontaktgeometrie und der verwendeten Vergleichsspannungshypothese wurde in Kap. 7.3.4 schon einiges gesagt. Hier sollen jetzt Aussagen zur Vergleichbarkeit der Verfahren aufgrund des ISE gegeben werden. Begonnen wird mit der Anwendbarkeit von Fließspannungen aus Nanoindentationsversuchen als Referenzgrößen zur Beurteilung von ebenso auf Nanoindentationsmessungen beruhenden Fließspannungsbestimmungsverfahren, wie dem Konzept des effektiv geformten Indenters. Dabei muss jetzt nicht nur die Kontaktgeometrie der beiden zu vergleichenden Verfahren wegen den unterschiedlichen Fließprozessen in der Materialauswahl gleich sein (Kap. 7.3.4), sondern es müssen zusätzlich die Experimente aufgrund des ISE auch im selben Größenbereich durchgeführt werden. Deshalb werden zur Beurteilung der Fließspannungen aus dem Konzept des effektiv geformten Indenters die Referenzwerte  $Y_{ECM}$  nur exakt für die Kontaktkräfte der Berkovichexperimente herangezogen, auf denen auch die EHA-Fits des effektiv geformten Indenters beruhen. Damit unterliegt die  $Y_{EI}$ - und die  $Y_{ECM}$ -Bestimmung den selben Einflüssen. Diese heben sich somit weitgehend gegenseitig auf und es müssen bei der Nutzung der  $Y_{ECM}$  als Referenzwerte für  $Y_{EI}$  nur noch die bekannten Abweichungen der ECM (Kap. 6.1) beachtet werden.

Weiterhin soll der Einfluss des ISE auf die Bestimmbarkeit einer allgemeingültigen Fließspannung beurteilt werden. Wiederum nur für die Materialien, bei denen die GEH gültig ist, also für die Stähle und die meisten anderen metallischen Materialien, ist zu erkennen, dass im Rahmen der Nanoindentation erst für sehr große Kräfte der makroskopische Fließspannungswert erreicht wird (Abb. 8.1). Zudem ist die Ausprägung des ISE vom Verhältnis  $E/Y$  abhängig. Es kann also keine allgemeingültige Aussage zur Grenze des ISE-Einflusses gemacht werden. Im Einzelfall muss deshalb immer eine Kontaktkraftreihe über einen großen Kraftbereich durchgeführt werden, um zu überprüfen, ob der ISE-Einflussbereich überschritten wurde. Für die Kugelkontaktexperimente in der Nanoindentation ist dieses Vergrößern der Fließzonen zusätzlich zu deren anderen experimentellen und prinzipiellen Problemen auch noch schwieriger als bei Berkovicheindringversuchen. Nichtsdestotrotz sind sie aufgrund ihrer Nicht-Selbstähnlichkeit prinzipiell besser zur Bestimmung des vollständigen  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlaufs eines Probenmaterials geeignet.



## 9 Auswertung der experimentellen Ergebnisse mit Unterstützung der FEM

In diesem Kapitel werden die Möglichkeiten zur Bewertung von Fließspannungsbestimmungsverfahren, basierend auf Berkovicheindringversuchen, anhand der eigenen experimentellen Ergebnisse (Kap. A.1) im Vergleich mit den FE-Simulationsergebnissen (Kap. 6) untersucht. Dies beinhaltet den Abgleich grundlegender Materialparameter (Kap. 2.1.3) aus den Experimentaldaten mit denen aus Simulationen. Das hat zum Ziel, erkennbar zu machen, in wie weit die realen Materialien vergleichbar mit den FE-Materialmodellen sind und, darauf aufbauend, in wie weit damit dann die FE-Simulationsergebnisse für die Bewertung der Fließspannungsbestimmung aus realen Nanoindentationsexperimenten gültig sind. Basierend auf diesen Voruntersuchungen wird dann, mittels paralleler Nutzung von Simulations- und Experimentaldaten, das Konzept des effektiv geformten Indenters auf seine Eignung zur Fließspannungbestimmung hin untersucht.

### 9.1 Zusammenwirken der zusammengesetzten Materialparameter

i) Der *Constraint factor*  $H/Y$

Der *Constraint factor* beschreibt die Erhöhung der Härte gegenüber der Fließspannung aufgrund des unterschiedlichen Anteils an hydrostatischem Druck in der Fließzone, der in die Härte, nicht jedoch in die Fließspannung eingeht (Kap. 2.1.3ii). Eine Betrachtung dieses Parameters an den Experimentaldaten kann also Hinweise darauf geben, in wie weit die Spannungsverteilungen der FE-Simulationen denen der realen Eindringexperimente gleichen. Zudem ist  $H/Y$  empfindlich auf das Verfestigungsverhalten (Abb. 6.7) und eröffnet damit die Möglichkeit der Bewertung der Verfestigungscharakteristikstreuung unter den untersuchten Materialien. Der Verlauf der Experimentaldaten zeigt grundlegend eine sehr gute Übereinstimmung mit den Simulationsdaten (Abb. 9.1), was darauf hindeutet, dass die realen Materialien tatsächlich mit den FE-Simulationen vergleichbare Spannungsfelder besitzen. Dies bildet unter anderem die Grundlage für die Anwendbarkeit der ECM (Kap. 2.1.4). Zudem ist die Streuung der realen Daten aufgrund unterschiedlichen Verfestigungsverhaltens im Vergleich zu der für die simulierten Daten vermuteten Streuung ( $0 \leq n_{FE} \leq 0,3$ ) relativ gering. Die meisten untersuchten Materialien liegen phänomenologisch zwischen  $0,05 < n < 0,15$  (Abb. 9.1), wobei jedes Material natürlich seine eigene  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Charakteristik (z.B. Abb. 3.14) besitzt. Über die in Abb. 9.1 dargestellte Unterscheidung der für die  $H/Y$ -Bestimmung genutzten *Expanding cavity*-Modelle, lässt sich auch deren Einfluss auf die ermittelten Fließspannungen erkennen. So ist die systematische Überschätzung der  $Y_{ECM_i}$  aus dem  $ECM_i$  (7.8a) gut über die Verschiebung der mit diesem ECM ermittelten  $H/Y_{ECM_i}$ -Werte zu kleineren Werten sichtbar (Abb. 9.1). Des Weiteren sollte erwähnt werden, dass das Stabilisieren der  $H/Y$ -Werte bei hohen  $E/Y$  auf 3 (TABOR-Relation) für die untersuchten Materialien nicht gefunden werden konnte.

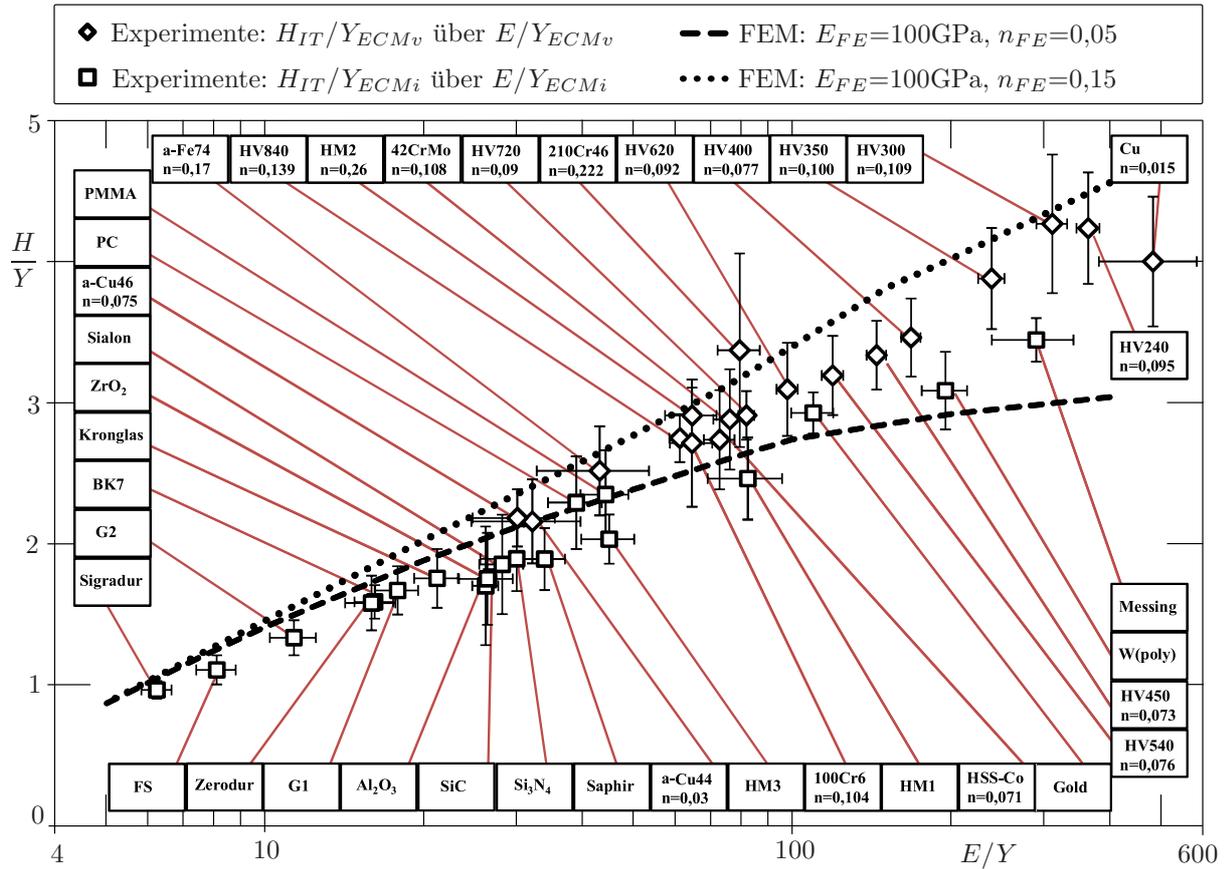


Abb. 9.1: Der *Constraint factor*  $H/Y$  für die Experimentaldaten (Tab. A.1, A.2) im Vergleich mit den FE-Simulationen (vgl. Abb. 6.7), ECM-Parametrierung nach Tab. 7.1, ECMi- oder ECMv-Verwendung bei der Datenauswertung ist kenntlich gemacht.

ii) Das Verhältnis  $W_{el}/W_{tot}$

Das Verhältnis des elastischen Anteils der Eindringarbeit zur gesamten geleisteten Arbeit (Kap. 2.1.3iii) kann zusätzliche Einblicke in das Fließverhalten der untersuchten Materialien liefern. Zu erkennen ist, dass die meisten Messdaten sehr gut mit den Simulationsdaten übereinstimmen (Abb. 9.2). Das lässt vermuten, dass sich die Eindringarbeit meist tatsächlich wie bei den perfekten, mittels der GEH simulierten FE-Materialien in einen elastischen und einen durch isochores Fließen erzeugten plastischen Anteil aufspaltet. Die hohe Anzahl an untersuchten und sich gemäß des vorausgesetzten Materialmodells verhaltenden realen Materialien erzeugt hier zudem eine neue Möglichkeit zur Charakterisierung der Proben mit abweichenden  $W_{el}/W_{tot}$ -Werten. So ist eine Abweichung von den unter Verwendung von  $E_{FE}=100\text{GPa}$  erstellten Simulationsdaten nach rechts über einen deutlich über  $E=100\text{GPa}$  liegenden Proben-E-Modul erklärbar (siehe FE-Daten mit  $E_{FE}=400\text{GPa}$ , Abb. 9.2, 6.5b). Dieses Verhalten lässt sich zum Beispiel in den  $W_{el}/W_{tot}$ -Werten der Hartmetalle (HM2, HM3, Abb. 9.2), die jeweils sehr hohe  $E$  besitzen (Tab. A.4), wiederfinden. Dahingegen ist eine Abweichung von den Simulationsdaten nach links im Rahmen eines isochoren Fließprozesses (z.B. dem der GEH) nicht vorstellbar und deshalb vermutlich auf eine Verletzung der Volumenkonstanz zurückzuführen. Eine solche Volumenverdichtung eines Materials (*sink in*, Verlagerung der Eindruckkontaktfläche zu größeren Eindringtiefen) erzeugt dabei eine scheinbare Verkleinerung von  $W_{el}$  und führt

damit zu zu kleinen  $W_{el}/W_{tot}$ -Werten. Dies zeigt sich anhand der Messdaten zum Beispiel bei den nach links abweichenden  $W_{el}/W_{tot}$  der meisten vermessenen mineralischen Gläser (z.B. FS, G2, BK7, Abb. 9.2). Für diese meist anormalen Gläser gehen bekanntermaßen Anteile der gesamten Eindringarbeit auch in Verdichtungsprozesse ein, wobei FS eines der anormalsten Gläser ist (Kap. 2.1.6), [GADELRAH et al. 2012] und dementsprechend hier auch die größte Abweichung zeigt (Abb. 9.2). Aber auch einige Keramiken und amorphe Metalle zeigen eine, in Relation zu deren E-Moduln, erkennbare Linksverschiebung der  $W_{el}/W_{tot}$ -Werte, was dort ebenso auf einen gewissen Anteil an Volumenkomprimierung während der Berkovicheindringversuche hindeutet (z.B.  $ZrO_2$ , a-Cu<sub>44</sub>, SiC, Abb. 9.2). Abweichungen der  $W_{el}/W_{tot}$ -Werte aufgrund unterschiedlichen Verfestigungsverhaltes (Abb. 6.5b) oder einer  $E/Y$ -Achsenverzerrungen (Abb. 6.6) sind durch die relativ geringe Streuung der realen Verfestigungscharakteristika (Kap. 9.1i) vermutlich vernachlässigbar.

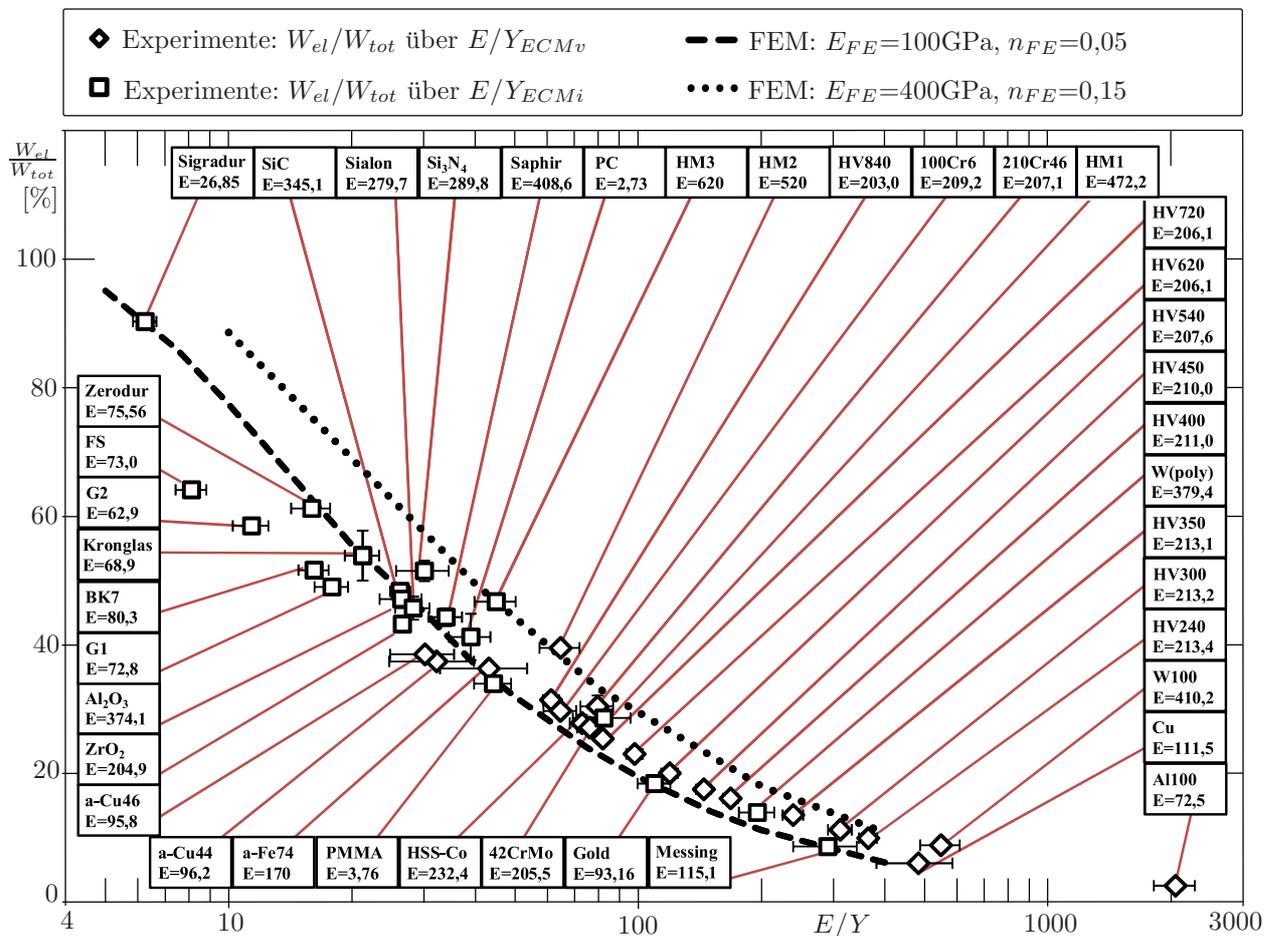


Abb. 9.2: Die  $W_{el}/W_{tot}$ -Werte für die Experimentaldaten (Tab. A.1, A.2) im Vergleich mit FE-Simulationen (Abb. 6.5b),  $E$ -Angaben in [GPa].

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass zum einen anhand der guten Übereinstimmung zwischen Mess- und Simulationsdaten die Aussagekraft der FE-Daten für reale Experimente bekräftigt werden konnte. Zum anderen lassen sich nun über eine Kombination der vorliegenden Experimental- und Simulationsergebnisse die Fließspannungsbestimmungsverfahren mit angemessener Genauigkeit charakterisieren. Dies wird im Folgenden am Beispiel des Konzepts des effektiv geformten Indenters durchgeführt.

## 9.2 Ergebnisse zum Konzept des effektiv geformten Indenters

Das Konzept des effektiv geformten Indenters (Kap. 4) beruht auf dem Anpassen der Belastungskurve eines (fiktiven) effektiv geformten Indenters auf einem elastischen Halbraum an eine reale Entlastungskurve eines elastisch-plastischen Eindringexperiments. Die Form dieses effektiv geformten Indenters wird über den erweiterten HERZT'schen Ansatz oder über einen exponentiellen Formansatz beschrieben (Kap. 4.1). Für beide Formansätze liegt dabei eine vollständige Spannungs-Verzerrungs-Lösung des elastischen Kontaktproblems vor. Die Nutzung dieses Konzepts zur Bestimmung der Probenfließspannung beruht dann auf der Annahme, dass, wenn das mechanische Verhalten der elastisch-plastischen Probe von elastischen Deformationen dominiert wird (niedrige  $E/Y$ ), sich das räumliche Maximum der VON-MISES-Spannung  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  im elastischen Halbraum des effektiv geformten Indenters an die reale Probenfließspannung  $Y$  annähert. Die zur Bewertung dieses Konzepts bereits über FE-Simulationen erreichten Ergebnisse (Kap. 6.4) sollen hier mittels Experimentaldaten (Kap. 7, 8) verifiziert werden. Die dazu verwendeten Kraft-Eindring-Kurven aus Berkovicheindringversuchen sind für jede Kontaktkraft Mittelwertkurven aus 10 Einzelmessungen (Kap. 3.1.1). Die Kontaktkräfte zur Bestimmung der skalaren  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte für jedes Material werden analog zu dem Auswahlverfahren für die Härtebestimmung (Abb. 3.11) so gewählt, dass möglichst makroskopisches Verhalten abgebildet wird.

### 9.2.1 Bewertung der Fitprozeduren

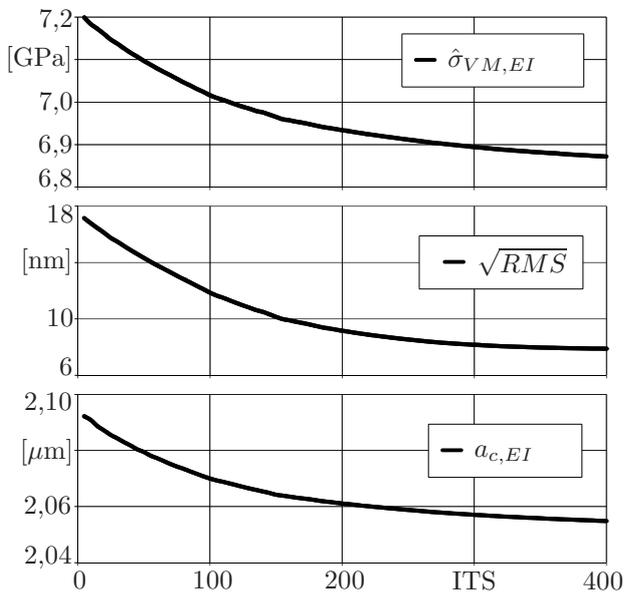


Abb. 9.3:  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -, RMS- und  $a_{c,EI}$ -Verlauf eines  $d_{0,2}/40$ -98%-Fits für BK7,  $\hat{F}=100\text{mN}$ ,  $E/Y=16,1$ ,  $Y_{ECM_i}=4,97\text{GPa}$ .

Zentral für das Konzept des effektiv geformten Indenters ist die Güte der Anpassung der Kraft-Verschiebungs-Kurven. Dazu werden die fünf in Kapitel 4.2 vorgestellten Fitprozeduren verwendet, die eine Betrachtung der Einflüsse des Fitbereichs auf der Entlastungskurve, der Anzahl der verwendeten EHA-Fitparameter und des Formansatzes ermöglichen. Ziel dieser Untersuchung ist zudem das Festlegen eines Standardfitverfahrens, das einen guten Kompromiss zwischen Fitgüte und Aufwand darstellt. Fits mit dem exponentiellen Formansatz wurden aufgrund der FE-Ergebnisse (Kap. 6.4.1) nur stichprobenhaft an den Experimentaldaten umgesetzt. Da dabei ebenso keine Verbesserung<sup>1</sup> zu den EHA-Fits gefunden werden konnte, wird der exponentielle Formansatz hier nicht weiter betrachtet.

Aufgrund des bisherigen Standardvorgehens sowie um den Aufwand der praktischen Umsetzung für die umfangreiche Probendatenbank zu begrenzen, wurde die Anzahl der Iterationsschritte (ITS) bei den EHA-Fits zu 10 gewählt. Analog zu Kap. 4.3 soll hier deshalb

<sup>1</sup>Da  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  stets größer als  $Y$  ist, verweist eine 'bessere'  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  immer auf einen kleineren Wert.

der Einfluss dieser Begrenzung untersucht werden. Dafür wurden für BK7-Glas für einen  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit sehr hohe ITS-Zahlen durchgeführt und dabei die Verläufe von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ , RMS und  $a_{c,EI}$  aufgenommen (Abb. 9.3). Es zeigt sich, dass dabei eine Verbesserung der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte um 4,6% möglich gewesen wäre, was für  $(E/Y)_{BK7}=16,1$  im Einklang mit den FE-Ergebnissen (Abb. 4.2) steht. Die qualitativen Aussagen über das untersuchte Konzept werden durch diese Verbesserungspotentiale jedoch nicht beeinflusst (Kap. 6.4.1). Analog zu den FE-Untersuchungen über hohe ITS-Zahlen (Kap. 4.3) ist zu erkennen, dass für die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Minimierung der RMS-Wert nicht die beste Zielfunktion ist, da trotz der Sättigung des RMS-Wertes für  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  noch Verbesserungspotential besteht (Abb. 9.3). Die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte sind dabei eher an den Kontaktradius  $a_{c,EI}$  gekoppelt, was den großen Einfluss der Kontaktradien und, damit verbunden, der Fließzonenradien auf das betrachtete Konzept vorwegnimmt (Kap. 9.2.3, 9.2.4). Für eine vollständige Dokumentation eines exemplarischen EHA-Fitprozesses an FE-Daten siehe auch Abb. A.2.

Im Folgenden sollen die Ergebnisse der Fitprozeduren an den Experimentaldaten betrachtet werden. Dazu wird vorweg genommen, dass analog zu den FE-Ergebnissen (Kap. 6.4.1) eine Erhöhung der Anzahl der EHA-Fitparameter im  $d_{0,2,4}/40-98\%$ -Fit auf 3 keine erkennbaren Unterschiede in  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  zu einem äquivalenten  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit mit 2 Fitparametern erzeugt. Es wird daher von einer Darstellung der Ergebnisse für die  $d_{0,2,4}/40-98\%$ -Fits abgesehen. Die Untersuchung beschränkt sich hier deshalb auf die EHA-Fits mit unterschiedlichen

Fitbereichen auf den Entlastungskurven (Abb. 9.4). Dabei zeigt sich, dass die bei den FE-Untersuchungen gefundenen besseren  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Ergebnisse bei der Verwendung eines größeren Fitbereichs (Abb. 6.8) von den Experimentaldaten nicht bestätigt werden. Vielmehr zeigen sich hier die Fitprozeduren mit einem kleineren Fitbereich (40-98% gegenüber 10-98%) im Vorteil (Abb. 9.4). Die Ursache dafür liegt in dem störungsanfälligen unteren Teil von experimentellen Entlastungskurven, wo es zum Beispiel durch leichte Verkippungen der Probenebenen zu erheblichen Abweichungen kommen kann (Abb. 5.2). Die Empfindlichkeit des Konzepts auf Störungen der Entlastungskurve wird auch über die Betrachtung der Ergebnisse von Proben ersichtlich, bei denen die Entlastungskurve durch starkes Kriechen beeinflusst wird (z.B. bei den Polymeren PC und PMMA, Abb. 9.4). Dort verschlechtern sich dann die Ergebnisse für das Konzept erheblich (Abb. 9.4), weshalb diese Materialien im Weiteren außen vor gelassen werden. Zusammenfassend ist somit der  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit mit je 10 ITS die beste Wahl für die Bestimmung der Form des effektiv geformten Indenters aus den vorliegenden experimentellen Daten. Alle im Folgenden vorgestellten  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Ergebnisse basieren deshalb auf diesem Fitprozess.

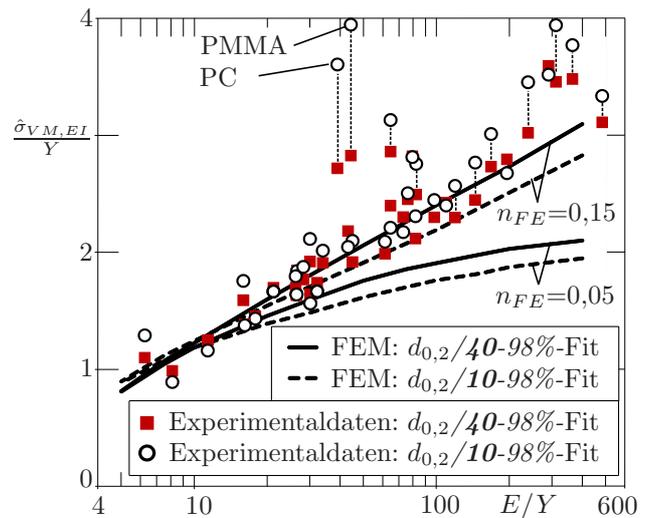


Abb. 9.4: Vergleich von EHA-Fitprozeduren mit unterschiedlichen Fitbereichen auf der Entlastungskurve, Experimentaldaten (Kap. A.1) im Vergleich mit FE-Daten.

### 9.2.2 Bewertung der Fließspannungsbestimmung mittels Experimental- und Simulationsdaten

Die experimentell untersuchten Probenmaterialien verhalten sich mit nur wenigen Ausnahmen vergleichbar mit den simulierten Materialien, weshalb meist auch die Aussagen aus den FE-Untersuchungen (Kap. 6) für die Experimentaldaten ihre Gültigkeit behalten. Dies gilt auch für das Konzept des effektiv geformten Indenters. So zeigt sich, wie für die FE-Daten (Abb. 6.10), dass die räumlichen Maxima der VON-MISES-Spannungen  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  im elastischen Halbraum des effektiv geformten Indenters stets größer als die Probenfließspannungen  $Y$  sind und sich erst bei sehr kleinen  $E/Y$  diesen annähern (Abb. 9.5).

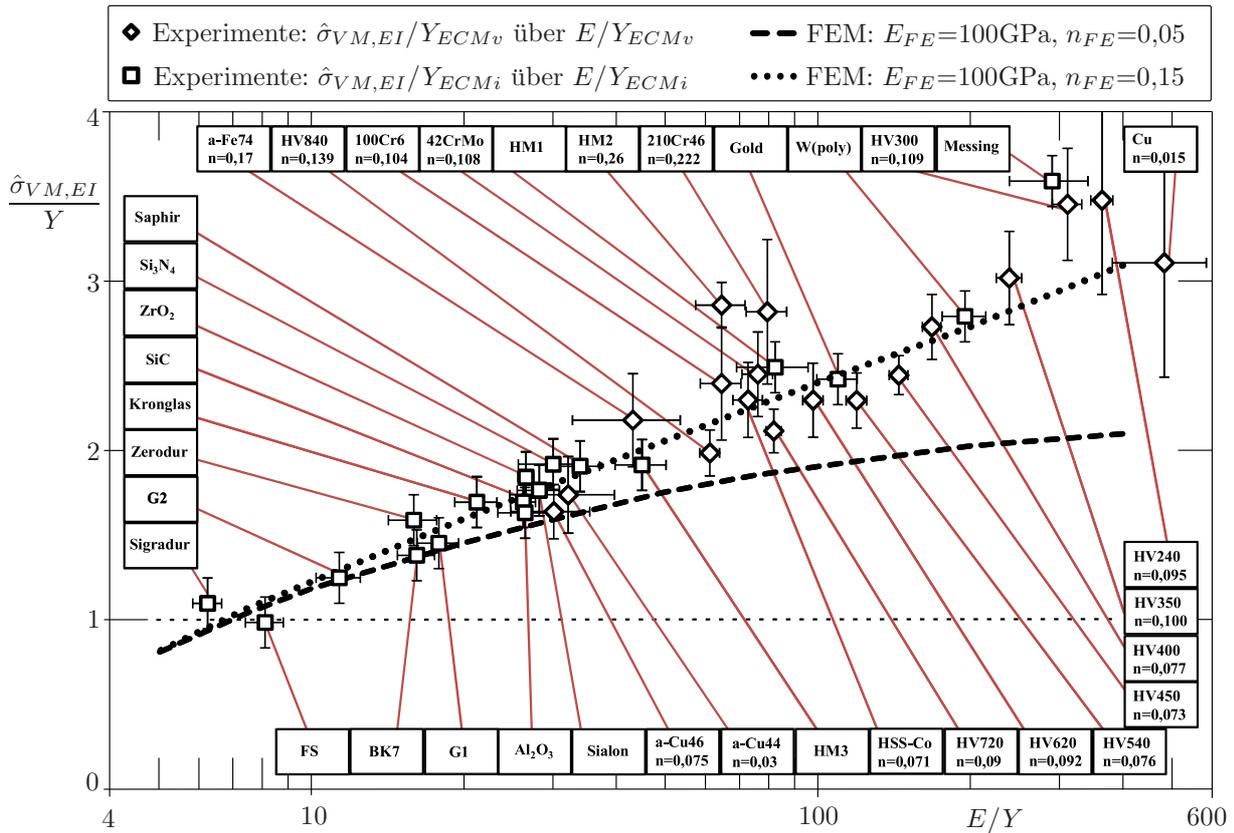


Abb. 9.5: Die Verhältnisse der räumlichen Maxima der VON-MISES-Spannungen aus dem Konzept des effektiv geformten Indenters ( $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit) zu den Referenzfließspannungen (ECM), nicht dargestellt: W(100) und Al(100) mit jeweils  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y \approx 7$ .

Die experimentell bestimmten  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$  (Abb. 9.5) zeigen dabei im Gegensatz zu den  $H/Y$  (Abb. 9.1) keinen deutlichen Unterschied zwischen den ECMi- und ECMv-Werten. Zudem liegen sie im Vergleich zu den verfestigungsabhängig dargestellten FE-Daten oft über den Verläufen für  $n_{FE}=0,15$  (Abb. 9.5). Für  $H/Y$  (Abb. 9.1) liegen die Experimentaldaten jedoch tiefer (zwischen  $0,05 < n_{FE} < 0,15$ ). Dieser relative Unterschied der Datenverläufe in  $H/Y$  und  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$  muss seinen Ursprung in den  $F-h$ -Kurven haben, da die darauf aufbauenden  $H/Y$  und  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$  in beiden Fällen gleich bestimmt werden. Die Ursache dafür könnte in den unterschiedlichen Entlastungskurven von FE- und Messdaten liegen (Abb. 5.2). Aufgrund der Nutzung der ECM als Referenzverfahren sind die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$ -Darstellungen auch einigen Ungenauigkeiten unterworfen (Kap. 6.1). So werden wegen der leichten Überschätzung der Fließspannungen durch die ECM bei kleinen  $E/Y$

(Abb. 6.1) die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$ -Werte dort etwas zu niedrig bestimmt und es kann bei extremen Verfestigungscharakteristika zu Verzerrungen der  $E/Y$ -Achsen kommen (Kap. 6.3). Weiterhin liegen für höhere  $E/Y$  die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  aufgrund des nach 10 ITS abgebrochenen EHA-Fitprozesses etwas zu hoch (Kap. 6.4.1). Alle genannten Ungenauigkeiten spielen jedoch nur eine untergeordnete Rolle und sind nicht dazu geeignet die allgemeine Aussage zur Nutzung der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  aus dem Konzept des effektiv geformten Indenters als Maß für die Probenfließspannung  $Y$  zu entkräften: Mittels der FE-Untersuchungen vorhergesagt (Abb. 6.10) und über die Experimentaldaten verifiziert (Abb. 9.5) zeigen sich die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ , mit Ausnahme von Materialien mit extremen Werten in  $E/Y$ , stets zu groß gegenüber  $Y$ . Damit stellt sich das Konzept als ungeeignet zur Fließspannungsbestimmung heraus. Durch die Abhängigkeit der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$  von  $E/Y$  und  $n$  (Abb. 6.10) lässt sich auch keine allgemeingültige Korrekturfunktion für eine Abbildung der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  auf  $Y$  formulieren.

Mit den nun vorliegenden Informationen kann jetzt auch die in der Ausgangsdatenlage (Tab. 1.1) gefundene gute Übereinstimmung der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte mit den mittels des LPU-Verfahrens ermittelten Fließspannungen  $Y_{LPU}$  erklärt werden. Die Übereinstimmungen wurden für Materialien mit kleinen  $E/Y$ -Verhältnissen gefunden, wo aufgrund des steigenden Einflusses von elastischen Verformungen auf die Eindringversuche sich die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  den Probenfließspannungen annähern (Abb. 9.5, 6.10). Die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  überschätzen also bei kleinen  $E/Y$  die Fließspannungen nur um einen kleinen Betrag. Auf der anderen Seite liegen unter anderem wegen des ISE (Abb. 8.1, 8.2) und der nur verspätet möglichen Detektion des Fließbeginns (Kap. 6.2) oft auch beim LPU-Verfahren die  $Y_{LPU}$ -Werte etwas zu hoch. Aus diesen Ursachen kann es dazu kommen, dass die Werte für  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  und  $Y_{LPU}$  zwar vergleichbar, jedoch beide zu groß sind. Für die direkte Verwendung von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  bleibt damit das Fazit der vorliegenden Untersuchungen erhalten, dass kein ausgedehnter  $E/Y$ -Bereich existiert, in dem die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  stabil den Fließspannungen entsprechen. Nur für hochelastische Materialien mit  $6 < E/Y < 8$  liegen die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  nahe  $Y$  (Abb. 9.5).

Die Frage bleibt, ob die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ -Werte anderweitig zur Bestimmung der Fließspannung genutzt werden können. Es könnte zum Beispiel die deutliche Nähe der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$ - zu den  $H/Y$ -Verläufen (vgl. Abb. 9.5↔9.1 und Abb. 6.10↔6.7) genutzt werden. Angelehnt an das an reale Materialien angepasste ECMi könnte dahingehend die relativ geringe Streuung der Verfestigungscharakteristika unter den Probenmaterialien dazu genutzt werden, eine messdatenangepasste Fitfunktion  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y = f(E/Y)$  zu erstellen. Diese Fitfunktion wäre in ihrer Anwendung und Genauigkeit ähnlich dem ECMi nach Gl. (2.12), erzeugt aber gegenüber diesem bei der Fließspannungsbestimmung an Massivmaterialien auch keine neue Lösungsqualität. Bei Schichtmaterialien jedoch könnte die vollständige Lösung des elastischen Kontaktproblems des effektiv geformten Indenters für geschichtete Halbräume dann einen Vorteil gegenüber der ECM-Lösung bedeuten (bevor die Fließzone das *Interface* erreicht). Es sei jedoch auf [HERRMANN 2010] verwiesen, wo Schichtuntersuchungen mit dem effektiv geformten Indenter vorgenommen wurden. Dort wurde gefunden, dass auch bei Schichten  $H_{IT}$  und  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  stets aneinander gekoppelt parallel verlaufen. Deshalb wird mit einer solchen Fitfunktion vermutlich auch bei Schichtsystemen keine neue Aussage gegenüber dem auf  $H/Y$  basierenden ECMi erreichbar sein.

In den folgenden zwei Abschnitten sollen die Ursachen für das gefundene Verhalten des Konzepts des effektiv geformten Indenters untersucht werden.

9.2.3 Innere Einflussparameter

Um die Ursachen für den beobachteten Verlauf von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$  (Abb. 9.5) zu klären, wird versucht mittels der FEM einen Einblick in den Fließprozess der Experimente zu erhalten. Für die FE-Simulationen konnten dafür schon einflussreiche Fließprozessparameter, wie die Fließzonengröße  $a_Y$  und die räumlichen Maxima der VM-Restspannungen  $\hat{\sigma}_{VM,rest}$ , in

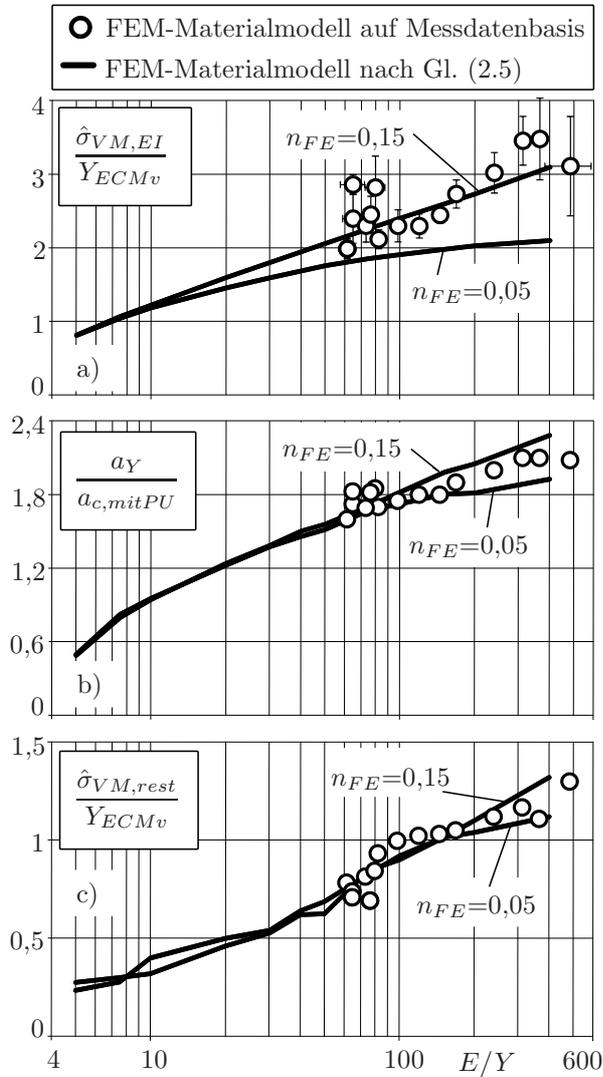


Abb. 9.6:  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  im Vergleich mit  $a_Y/a_c$  und  $\hat{\sigma}_{VM,rest}$  (FE-Kegelmodell, Materialmodelle auf Messdatenbasis entsprechen  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurven aus Druckversuchen).

Abhängigkeit von  $E/Y$  beschrieben werden (Kap. 6.4.3). Ob diese Ergebnisse auf die realen Proben übertragbar sind, ist fraglich, da diese ja alle verschiedene  $\sigma$ - $\epsilon$ -Charakteristika besitzen. Um diese Frage zu klären, wurden für alle Materialien, für die die  $\sigma$ - $\epsilon$ -Verläufe aus Druckversuchen bekannt sind, die Experimente damit nachsimuliert, um aus den Simulationsergebnissen dann die gesuchten inneren Parameter des Fließprozesses materialspezifisch zu ermitteln. Beim Vergleich dieser material-spezifischen Daten mit den Ergebnissen für das Materialmodell nach Gl. (2.5) (Abb. 6.11) zeigt sich, dass trotz der Unterschiede in den  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurven, zumindest für Metalle, die Verläufe der inneren Fließprozessparameter vergleichbar bleiben (Abb. 9.6). Die FE- sowie auch die nachsimulierten Experimentaldaten der inneren Parameter können also dazu genutzt werden, die Ursachen für die Abweichung der  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  von  $Y$  zu klären. Dies wurde schon in Kap. 6.4.3 getan und soll hier nur kurz in Auszügen wiederholt werden. So zeigt sich zum Beispiel, dass die Fließzonengröße für größere  $E/Y$  stets deutlich über den Kontaktradius hinausreicht (Abb. 9.6b). Die Position des räumlichen Maximums der von-MISES-Spannung des elastischen Kontakts des effektiv geformten Indenters ist jedoch auf den Kontaktbereich beschränkt. Das führt

dort zu einer höheren Spannungskonzentration und damit zu größeren  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  gegenüber  $Y$ . Zudem erhöhen sich bei größeren  $E/Y$  durch die ansteigenden Restspannungen (Abb. 9.6c) die Unterschiede zwischen dem spannungsfreien elastischen Halbraum des effektiv geformten Indenters und der realen Probe. Die genannten Einflüsse führen dann dazu, dass  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  nur für hochelastische Materialien in Richtung von  $Y$  strebt. Für alle anderen Materialien sind die Unterschiede zwischen den elastischen Spannungs-Verzerrungs-Feldern des betrachteten Konzepts und denen der realen elastisch-plastischen Experimente zu groß.

### 9.2.4 Die Verbindung des Konzepts des effektiv geformten Indenters mit der Eindringhärte

In diesem Kapitel soll ein besseres Verständnis für das Konzept des effektiv geformten Indenters über dessen Verbindung zur Eindringhärte geschaffen werden. Zu Beginn wird dafür kurz die Definition des Konzepts rekapituliert (Kap. 4). Der effektiv geformte Indenter beschreibt den Spalt zwischen einer zuvor durch einen Stempel plastisch verformten Oberfläche eines elastisch-plastischen Halbraumes und dem Stempel selbst nach vollständiger Entlastung des Kontakts (Abb. 4.1). Aus dieser Definition heraus wird ersichtlich, dass der effektiv geformte Indenter für Materialien, bei denen plastische Verformungen dominieren (große  $E/Y$ ), eher ein *Flat punch*-Profil besitzt (schmäler Spalt zwischen Indenter und Oberfläche) und für elastisch dominierte Materialien (kleine  $E/Y$ ) eine eher runde Form (großer, gekrümmter Spalt) annimmt [PHARR und BOLSHAKOV 2002]. Es wird weiterhin angenommen, dass dieser effektiv geformte Indenter dann auf einen spannungsfreien elastischen Halbraum einwirkt und somit eine eigene, rein elastische Kraft-Verschiebungskurve erzeugt. Diese kann direkt berechnet werden, da für verschiedene Formansätze die vollständigen Spannungs-Verzerrungs-Lösungen des elastischen Halbraumkontaktes vorliegen. Die Bestimmung der konkreten Form des effektiv geformten Indenters wird dann nicht unmittelbar über ein Ausmessen der Kontaktgeometrie des elastisch-plastischen Kontakts, sondern über das Anpassen der elastischen Be- und Entlastungskurve des effektiv geformten Indenters an die als rein elastisch angenommene Entlastungskurve des ursprünglichen Experiments vorgenommen. Der Gedanke dahinter ist, dass das Übereinstimmen der  $F$ - $h$ -Kurven nur denkbar ist, wenn die Kontaktgeometrie auch sehr ähnlich ist. Dies lässt sich auch anhand der nahezu identischen Kontaktradien bei maximaler Kontaktkraft für die effektiv geformten Indenter  $a_{c,EI}$  und die zu Grunde liegenden Experimente  $a_{c,FF}$  nachweisen (Abb. 6.11d). Die konkrete Parametrierung des verwendeten Formansatzes bei minimal möglicher RMS-Abweichung der  $F$ - $h$ -Kurven wird dementsprechend als am nächsten liegend zur realen Geometrie des effektiv geformten Indenters gewertet. Bei der Anwendung des Konzepts werden die vollständigen  $F$ - $h$ -Kurven nur zur Formparameterbestimmung verwendet. Alle weiteren Auswertungen beziehen sich auf den Kontakt bei Maximallast, da vermutet wird, dass dort über das räumliche Maximum der VON-MISES-Spannung  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  des elastischen Spannungsfeldes des effektiv geformten Indenters eine Aussage über die Fließspannung  $Y$  des elastisch-plastischen Materials gemacht werden kann (Kap. 4.1). Im Laufe der vorliegenden Untersuchungen zu dieser Annahme konnte bereits phänomenologisch gezeigt werden, dass dies nicht der Fall ist (Kap. 6.4, 9.2). Es konnte jedoch noch kein klares Verständnis für die Ursachen herausgearbeitet werden. So ist zum Beispiel ungeklärt, warum der Verlauf von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$  so deutlich dem *Constraint factor*  $H/Y$  gleicht (vgl. Abb. 6.7↔6.10 und Abb. 9.1↔9.5). Zudem bestehen noch Unklarheiten, wie zum Beispiel der beobachtete Wiederanstieg von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  bei stetigem Abfall der RMS-Abweichung (Abb. 4.2a,c, A.2). Dort stellt sich die Frage, welche  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  dann die richtige ist: Die absolut kleinste oder die bei optimaler Anpassung der  $F$ - $h$ -Kurven? Basierend auf den vorgestellten Mess- und Simulationsergebnissen sollen diese Fragen anhand der Verbindung des Konzepts des effektiv geformten Indenters zur Eindringhärte  $H_{IT}$  geklärt werden. Dahingehend wurde im Verlauf der vorliegenden Arbeit bereits an mehreren Stellen gezeigt, dass die mittels der FEM simulierten Materialien sich meist vergleichbar

mit den realen untersuchten Proben verhalten (z.B. Abb. 9.1). Die Aussagen zum effektiv geformten Indenter sind also, mit Ausnahme des Einflusses des Fitbereichs auf der Entlastungskurve (Kap. 9.2.1), für die Simulationen und die Experimentaldaten gleichwertig. Die Verbindung beider involvierter Kontaktsituationen (effektiv geformter Indenter und echtes Experiment) ist die Kraft-Verschiebungs-Kurve. Da Auswertungen nur bei Maximallast vorgenommen werden, ist die wichtige Gemeinsamkeit dort  $\hat{F}_{EI} = \hat{F}_{Exp}$ . Wird vorerst angenommen, dass die Kontaktgeometrie auch identisch ist ( $a_{c,EI} = a_{c,FF}$ )<sup>2</sup>, wird ersichtlich, dass auch der mittlere Kontaktdruck ( $F/A_c$ ) der beiden Kontakte gleich sein muss ( $p_{m,EI} = p_{m,Exp}$ ). Für das reale elastisch-plastische Experiment entspricht der mittlere Kontaktdruck  $p_{m,Exp}$  per Definition der Eindringhärte  $H_{IT}$ . Für den elastischen Kontakt

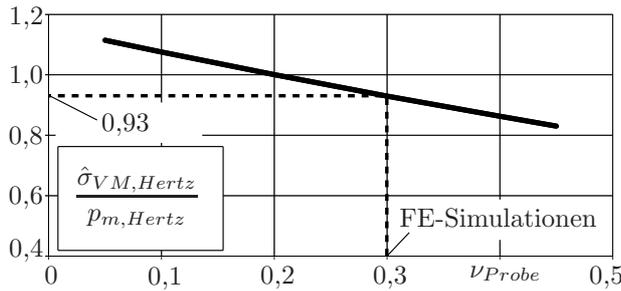


Abb. 9.7: Von  $\nu_{Probe}$  abhängiges Verhältnis des räumlichen Maximums der VON-MISES-Spannung zum mittleren Kontaktdruck für den HERTZ-Kontakt mit einer Diamantkugel (*Elastica*).

existiert eine im Folgenden noch näher zu charakterisierende Verbindung zwischen mittlerem Kontaktdruck  $p_{m,EI}$  und räumlichem Maximum der VON-MISES-Spannung  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ . Dabei ist wichtig, dass sich  $p_{m,EI}$  aus dem speziellen Profil der Kontaktdruckverteilung  $\sigma_{zz,z=0}(r)$  ergibt, das seinerseits direkt mit der Form  $z(r)$  des effektiv geformten Indenters verknüpft ist. Um sich jetzt der Verbindung zwischen  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  und  $p_{m,EI}$  zu nähern, wird am Anfang angenommen, dass der effektiv geformte Indenter nur über eine Parabel, also über den HERTZschen Kontakt beschrieben

wird. Für einen solchen HERTZschen Kontakt ist das gesuchte Verhältnis  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  nahezu 1 und variiert nur leicht mit der Querkontraktionszahl der Probe (Abb. 9.7). Für  $\nu=0,3$ , wie es in den FE-Simulationen verwendet wird, ergibt sich zum Beispiel ein konstantes, vom E-Modul unabhängiges Verhältnis  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}/p_{m,Hertz}=0,93$ . Für einen rein parabelförmigen effektiv geformten Indenter ist also  $\hat{\sigma}_{VM,EI} = \hat{\sigma}_{VM,Hertz}/p_{m,Hertz} * H_{IT}$ . Der Term  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}/p_{m,Hertz}$  stellt damit einen Vermittlungsfaktor zwischen  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  und  $H_{IT}$  dar, der bei HERTZschem Kontakt nahezu 1 ist. Für den variablen, nicht HERTZschen Kontakt des effektiv geformten Indenters variiert der äquivalente Vermittlungsfaktor  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  natürlich. Da die Geometrie und damit das Kontaktdruckprofil des effektiv geformten Indenters abhängig von  $E/Y$  und  $n$  ist, ist  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  ebenso über diesen Parametern variabel. Ausgehend vom HERTZschen Kontakt ist jetzt die Frage, wie der effektiv geformte Indenter  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  beeinflusst.

Es zeigt sich, dass die nicht HERTZsche Kontaktdruckverteilung des effektiven Indenters die Kontaktkraft gleichmäßiger im Kontaktbereich verteilt und damit das Verhältnis

<sup>2</sup> $a_{c,EI}$  entspricht nur ungefähr  $a_{c,FF}$  (Abb. 6.11d), weshalb ein kleiner Unterschied zwischen  $p_{m,EI}$  und  $p_{m,Exp}$  existiert, der sich zu  $p_{m,Exp} = (a_{c,EI}/a_{c,FF})^2 * p_{m,EI}$  ergibt. Weil  $a_{c,EI}$  meist größer als  $a_{c,FF}$  ist, ergibt sich dementsprechend  $p_{m,EI}$  meist ein wenig kleiner als  $p_{m,Exp}$ . Dieser Unterschied ist abhängig von  $E/Y$  und  $n$  und wird kleiner für elastischere Materialien (Abb. 6.11d). Die Ursache für diese Erhöhung von  $a_{c,EI}$  gegenüber  $a_{c,FF}$  könnte die Nutzung des effektiven *Pile up* bei der Bestimmung von  $a_{c,FF}$  sein, was kleiner ist als das tatsächlich geometrisch vorliegende. Der effektiv geformte Indenter wird jedoch direkt über die Kontaktgeometrie bestimmt. Der Unterschied zwischen  $a_{c,EI}$  und  $a_{c,FF}$  ist klein und es wird deshalb vorerst davon ausgegangen, dass dieser vernachlässigbar ist.

$\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  verkleinert. Verglichen mit dem HERTZschen Kontakt verkleinert sich damit auch  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  gegenüber der Härte. Dieses Potential des effektiv geformten Indenters zur Verkleinerung von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  gegenüber  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}/p_{m,Hertz}$  ist abhängig von  $E/Y$  und verschwindet bei sehr kleinen  $E/Y$  (Abb. 9.8). Die Ursache dafür liegt in der echten geometrischen Form des effektiv geformten Indenters. Bei hohen  $E/Y$  liegt eher eine *Flat punch*-Geometrie vor, die die Kontaktkraft besser verteilt und besser über einen nicht HERTZschen effektiv geformten Indenter beschrieben werden kann. Je kleiner  $E/Y$  wird, desto stärker krümmt sich die reale Oberfläche und mit ihr auch der effektiv geformte Indenter. Er ist dann dort mit dem genutzten EHA am besten über eine Parabel beschreibbar. Das von  $E/Y$  abhängige Verbesserungspotential in  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  gegenüber der Parabel ist jedoch mit dem EHA nur über hohe Iterationsschritzzahlen vollständig ausreizbar (Abb. 9.9).

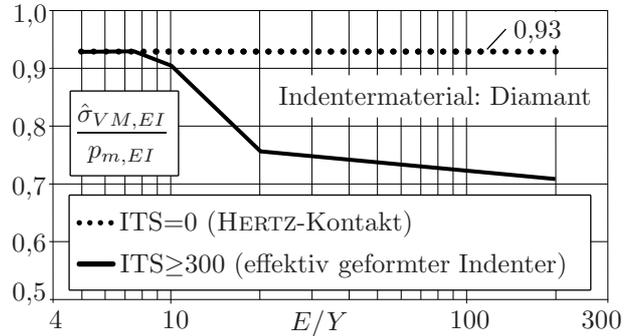


Abb. 9.8: Verhältnis des räuml. Max. der VON-MISES-Spannung zum mittl. Kontaktdruck des eff. geformten Indenters ( $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit) bei  $ITS=0$  und  $ITS \geq 300$  (FEM:  $\nu=0,3, n=0$ ).

Mit den Verläufen in Abb. 9.9 klärt sich auch der anfangs erwähnte Widerspruch des Wiederanstiegs von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  bei gleichzeitiger RMS-Abnahme. Im Laufe eines EHA-Fits wird dabei nicht vornehmlich  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  minimiert, sondern es ändert sich die Kontaktdruckverteilung so, dass die Last besser verteilt und damit hauptsächlich  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  optimiert wird (Abb. A.2).  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  fällt dann auch parallel zu RMS stetig ab (Abb. 9.9, A.2).

Die gesuchte Verbindung zwischen der Härte und  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  ist also das von der Form des effektiven Indenters und damit von  $E/Y$  abhängige Verhältnis  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$ , das bei minimal  $\approx 0,7$  liegt (Abb. 9.8). Da für den EHA die Form des effektiven Indenters für kleine  $E/Y$  in eine Parabel übergeht, geht dort dann auch  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  in das größere Verhältnis für den HERTZschen Kontakt über. Dort gilt dementsprechend  $\hat{\sigma}_{VM,Hertz} \approx p_{m,EI} \approx H_{IT}$  (Abb. 9.7). Damit erklärt sich jetzt auch die Nähe von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$  zu  $H/Y$ . So ist  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$  nur eine durch  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI} = f(E/Y)$  (und  $(a_{c,EI}/a_{c,FF})^2 = f(E/Y)$ ) leicht verzerrte Darstellung des *Constraint factors*. Damit die ursprüngliche Annahme  $\hat{\sigma}_{VM,EI} = Y$  gültig wäre, müsste der Vermittlungsfaktor  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI} = f(E/Y)$  (Abb. 9.8) vollständig den Verlauf von  $H/Y(E/Y)$  (z.B. Abb. 6.7) kompensieren. Dies kann ein elastischer Kontakt, selbst bei optimaler Verteilung der Kontaktkraft, nicht leisten. Zumal auch noch dort wo  $H/Y$  klein ist (bei

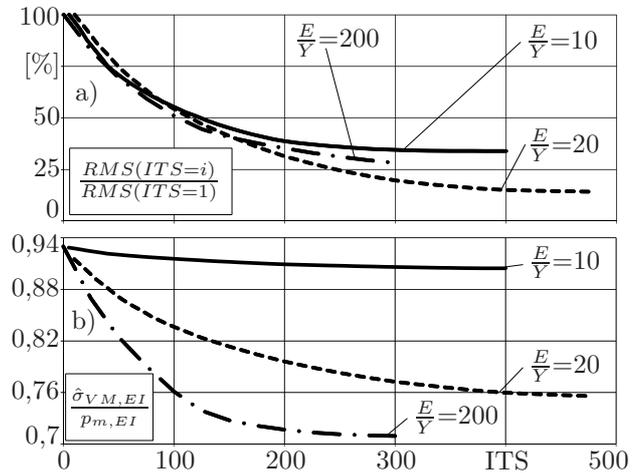


Abb. 9.9:  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_m(ITS)$ - und  $RMS(ITS)$ -Verlauf, FE-Daten,  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fit (vgl. Abb. 4.2).

kleinen  $E/Y$ ), also wo die beste Möglichkeit zu dessen Kompensation bestehen würde,  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  sich vergrößert und damit der Kompensation von  $H/Y$  entgegenwirkt.

Über die Verbindung von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$  und  $H/Y$  erklärt sich jetzt auch die enge Kopplung von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$  an den Fließzonenradius  $a_Y$  (Abb. 6.11). Diese spiegelt den Mechanismus der Erhöhung des *Constraint factors*  $H/Y$  hin zu größeren  $E/Y$  wider (Abb. 6.7). Dabei

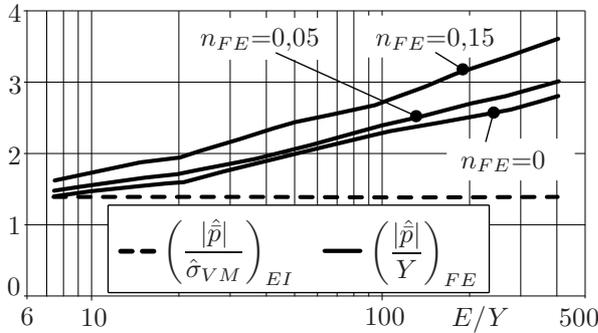


Abb. 9.10: Verhältnis der räuml. Maxima des hydrostatischen Drucks  $|\hat{p}|$  zu  $Y$  (FEM, Tab. 5.1) als Ursache des  $H/Y$ -Verlaufs verglichen mit  $|\hat{p}|/\hat{\sigma}_{VM,EI}$  ( $d_{0,2}/40$ -98%-Fit), vgl. Abb. A.1.

erhöht sich aufgrund der mit ansteigenden  $E/Y$  größer werdenden Fließzonen (Abb. 6.11c) und der sich damit in Richtung inkompressible Eindruckumgebung verändernden Kontaktrandbedingungen das räumliche Maximum des hydrostatischen Drucks unter dem Indenter (Abb. 9.10, vgl. Abb. A.1). Es vergrößert sich damit auch der Druck in der Kontaktfläche, der der Härte entspricht. Die für den Fließbeginn verantwortliche VM-Spannung wird jedoch nicht vom anwachsenden hydrostatischen Druck beeinflusst, in Folge dessen dann das Verhältnis  $H/Y$  bei höheren  $E/Y$  ansteigt (Kap. 2.1.3ii). Da im elastischen

Halbraum des effektiven Indenters dieser Mechanismus fehlt, bleibt  $|\hat{p}|/\hat{\sigma}_{VM,EI}$  dort konstant (Abb. 9.10).  $Y$  könnte jedoch nur dann mit dem effektiven Indenter bestimmt werden, wenn  $|\hat{p}|/\hat{\sigma}_{VM,EI}$  dem  $|\hat{p}|/Y$ -Verlauf des elastisch-plastischen Halbraums ähneln würde. Da dies nicht der Fall ist, bleibt  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  an die Härte gekoppelt. Für den angestrebten Vergleich der beiden Kontaktsituationen besitzen diese also zu unterschiedliche  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Felder.

Ein weiterer Unterschied zwischen elastisch-plastischen und elastischen Eindringversuchen ist das Entstehen von Restspannungen bei ersteren (Abb. 4.1b, 6.11b). Diese bilden sich erst beim Entlasten unterhalb von  $\hat{F}$  heraus, weshalb sie sich nur auf das Profil des effektiv geformten Indenters und nicht auf dessen Verbindung zur Härte auswirken. Sie haben also nur Einfluss auf  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  und nicht auf  $p_{m,EI}$ . Ihr Einfluss ist deshalb geringer als der durch den hydrostatischen Druck erzeugte Härte- bzw. Kontaktdruckanstieg.

Abschließend soll der Einfluss der EHA-Fitprozesse auf das Konzept geklärt werden. Die dargestellten  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$ -Verläufe nutzen durch ihren bei ITS=10 abgebrochenen Fitprozess nur einen kleinen Teil der, speziell bei höheren  $E/Y$ , vorhandenen Möglichkeiten der Verkleinerung von  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  (Abb. 9.9). Es wurden jedoch für die wertmäßig niedrigsten  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/Y$ -Verläufe ( $n=0$ ), für die also das höchste Potential besteht, dass die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  durch vollständig ausgeformte effektive Indenter in Richtung  $Y$  tendieren, mehrere Fits mit hohen ITS-Zahlen durchgeführt (Abb. 6.8). Dort liegen dann die  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  zwar etwas niedriger, der erreichbare  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$ -Faktor reicht aber nicht aus, um  $H/Y$  zu kompensieren. Deshalb bleiben auch dort die qualitativen Aussagen zum Konzept erhalten.

Bei einer Anwendung des Konzepts auf Schichtsysteme gilt die beschriebene Verbindung zwischen  $H$  und  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  ebenso. Damit kann dann auch dort keine neue Lösungsqualität gegenüber den ECM erzeugt werden. Darauf deuten zum Beispiel auch die Schichtmessungen in [HERRMANN 2010] hin, bei denen  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  und  $H$  stets parallel verläuft.

### 9.3 Überblick über die Fließspannungsbestimmung mittels Nanoindentation

In diesem Abschnitt sollen noch einmal die Erkenntnisse zu den Fließspannungsbestimmungsverfahren, die in der vorliegenden Arbeit untersucht wurden, kurz zusammengetragen werden. Dies dient unter anderem dazu, zusammengefasst die Möglichkeiten und Grenzen in den praktischen Umsetzungen dieser Verfahren aufzuzeigen.

Das Konzept des effektiv geformten Indenters stellte sich dabei im Laufe der Untersuchungen als ungeeignet zur Fließspannungsbestimmung heraus (Kap. 9.2.2, 9.2.4).

Als im Rahmen der vorliegenden Arbeit beste Verfahren zur Abschätzung der Probenfließspannungen erwiesen sich die auf Berkovicheindringversuchen basierenden *Expanding cavity*-Modelle (ECMi, ECMv, Kap. 2.1.4). Aufgrund der vielfältigen Einflüsse auf die ECM wird hier bei deren Beschreibung mit derjenigen Umsetzung begonnen, mit der am genauesten allgemeingültige Probenfließspannungen bestimmt werden konnten. Im Anschluss werden dann die Auswirkungen der einzelnen Einflussparameter beschrieben. Die Voraussetzung für eine erfolgreiche Umsetzung der ECM ist dabei immer, dass  $E^*$  verwendet und auf die Begrenzung der  $Y_{ECM}$  auf  $H_{IT}/Y_{ECM} \leq 3$  verzichtet wird (Kap. 7.3.2). Da die ECM auf der Schubspannungshypothese basieren [JOHNSON 1985], die im Rahmen der bei der Fließspannungsbestimmung mittels Nanoindentation erreichbaren Genauigkeiten als vergleichbar mit der hier verwendeten Gestaltänderungsenergiehypothese (Kap. 2.1.2) gilt, können die ECM grundsätzlich nur für solche Materialien angemessene Fließspannungen liefern, deren Fließverhalten zumindest näherungsweise mittels der GEH beschreibbar ist. Dies konnte in der vorliegenden Arbeit zum Beispiel für Stähle und weitere metallische Materialien nachgewiesen werden (Abb. 7.8b). Auf der anderen Seite konnte gezeigt werden, dass die ECM zum Beispiel für anormale Gläser, bei denen der Fließprozess nicht volumenkonstant ist, keine allgemeingültigen Fließspannungswerte liefern (Abb. 7.10). Ein weiterer Einflussfaktor in der Nanoindentation ist der *Indentation size effect* (Kap. 8). So können allgemeingültige, also auch im makroskopischen verwendbare Fließspannungswerte nur oberhalb einer materialspezifischen Fließzonengröße gewonnen werden (Abb. 8.1). Wegen dieser Größenabhängigkeit der Fließspannungen muss immer eine Kontaktkraftreihe aufgenommen werden, um damit die Reichweite des ISE erkennbar zu machen und um dann, falls nötig, Fließspannungswerte nach dem Abklingen des ISE auswählen zu können. Des Weiteren muss das geometrische und effektive *Pile up* mit den beschriebenen Korrekturen (Kap. 3.1.1) einbezogen werden, um korrekte Fließspannungswerte mit den ECM zu erhalten. Als letzte Korrektur muss noch die Abbildung der mit den Berkovichindentern erzeugten  $\sigma_r$  auf  $Y$  mittels des ECMv und dem in  $n$  zusammengefassten Verfestigungsverhalten des betreffenden Materials vorgenommen werden. Mit einer ECM-Umsetzung mit allen oben beschriebenen Eigenschaften ist es nun möglich gute Fließspannungswerte für GEH-kompatible Materialien zu erhalten (Abb. 7.8b). Im Folgenden soll kurz beschrieben werden, welchen Einfluss fehlende Teilkorrekturen der ECM auf die  $Y_{ECM}$  haben. Liegen zum Beispiel keine Informationen über das Verfestigungsverhalten in Form von  $n$  vor und wird deshalb das ECMi verwendet, so werden die  $Y_{ECM}$  immer ein wenig zu groß, da eher die höheren  $\sigma_r$  der Berkovicheindringversuche bestimmt werden (Abb. 7.8a). Diese Überschätzung der Fließspannungswerte mit dem ECMi ist abhängig vom Verfestigungs-

potential des betreffenden Probenmaterials. Jedoch ist diese Überschätzung nicht direkt anhand der wahren  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verläufe der Proben quantifizierbar, da das ECMi nach Gl. (2.12) schon messdatenangepasst im Mittel einen Teil der Verfestigung korrigiert. Des Weiteren werden die  $Y_{ECM}$  aufgrund der überschätzten  $H_{IT}$  zu groß bestimmt, wenn *Pile up* vorliegt, dessen Einfluss aber nicht korrigiert wird. Wird weiterhin der Einfluss des ISE nicht beachtet, kann es dazu kommen, dass nur eine größenspezifisch gültige Fließspannung bestimmt wird. Bei Fließzonengrößen im Einflussbereich des ISE führt das ebenso zu zu großen  $Y_{ECM}$ . Zusätzlich ist zu beachten, dass falls das untersuchte Material nicht mittels der GEH beschrieben werden kann, die  $Y_{ECM}$  nur mit Experimentaldaten vergleichbar sind, die auf der selben Kontaktgeometrie beruhen (Kap. 7.3.4). Falls nicht alle oben beschriebenen Korrekturen durchgeführt werden können, stellen zusammenfassend die  $Y_{ECM}$  also nur eine obere Grenze der Probenfließspannung dar, da jedes Auslassen einzelner Korrekturen zu einer weiteren Überschätzung der wahren Probenfließspannung führt.

Im Folgenden soll das *Loading partial unloading*-Verfahren betrachtet werden (Kap. 2.2.1). Dieses basiert auf Kugelkontakten und bietet damit wegen deren Nicht-Selbstähnlichkeit prinzipiell die Möglichkeit der direkten Beobachtung des Fließbeginns (Kap. 7.3.4). Jedoch ist das LPU-Verfahren aufgrund der oft sehr kleinen vorliegenden Kräfte und Verschiebungen sowie des stärkeren Einflusses von Oberflächenrauheiten bei den verwendeten Kugelkontakten experimentell störungsanfälliger. Hinzu kommt die in der vorliegenden Arbeit nachgewiesene Überschätzung der Fließspannungen bei Kugelkontakten aufgrund des nicht sofort an der Oberfläche detektierbaren Fließbeginns (Kap. 6.2). Dieser Effekt ist zudem vom Kugelradius abhängig und erzeugt damit einen scheinbaren ISE, der materialspezifisch ist und nur durch aufwendige FE-Simulation des entsprechenden Kontaktes herausgerechnet werden kann (Abb. 8.1, rechts). Des Weiteren sind die Fließzonen bei Fließbeginn für Kugelkontakte kleiner als die bei Berkovichkontakten, was zu einem stärkerem Einfluss des ISE auf das LPU-Verfahren führt. Außerdem wurden im Rahmen der ISE-Untersuchungen größenabhängige Effekte beim LPU-Verfahren gefunden, die noch nicht geschlossen erklärt werden konnten (Kap. 8.2.2). Aufgrund der genannten Schwierigkeiten erscheint es sehr komplex mit dem LPU-Verfahren belastbare Fließspannungswerte zu bestimmen und zumindest im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird dieses Verfahren damit auch als dazu nicht anwendbar klassifiziert. Neben all den genannten Schwierigkeiten ist das LPU-Verfahren aber prinzipiell einfacher auf Materialien mit verschiedenen Fließprozessen anwendbar, da für den HERTZschen Kontakt alle Spannungskomponenten vorliegen. Ganz allgemein sind auch Kugelkontaktexperimente durch deren Nicht-Selbstähnlichkeit deutlich besser dazu geeignet den  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlauf eines Materials zu bestimmen [HERBERT et al. 2006]. Nur der Fließbeginn ist bei allen auf Kugelmessungen basierenden Verfahren aufgrund der sich unterhalb der Oberfläche herausbildenden Fließzone (Kap. 6.2) und, damit verbunden, des am Anfang des Fließprozesses nicht konstanten *Constrain factors* schwer nachweisbar (siehe z.B. die  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verläufe in *Figure 10, 11* in [HERBERT et al. 2006]).

Für einen kurzen Überblick über weitere, über den Rahmen dieser Arbeit hinausgehend untersuchte Ansätze zur Fließspannungsbestimmung mittels Nanoindentation sei auf Kap. A.3 verwiesen. Prinzipiell ist anhand aller umgesetzten Verfahren zu erkennen, dass die Genauigkeit bei der Fließspannungsbestimmung mittels Nanoindentation begrenzt ist.

## 10 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurde mittels der Kombination aus sehr gut problemangepassten FE-Simulationen (Kap. 5) und umfangreichen Experimentaldaten (Kap. 7.1, 7.2) ein Instrumentarium zur Bewertung von Fließspannungsbestimmungsverfahren in der Nanoindentation vorgestellt. Im Rahmen der Untersuchungen konnten dabei einige neue Erkenntnisse erreicht werden, die im Folgenden kurz zusammengefasst sind. So konnte im Laufe der detaillierten Beschäftigung mit den Grundlagen der Nanoindentation die Korrektur des *Pile up*-Einflusses durch die erstmalig getrennte Betrachtung von geometrischem und effektivem *Pile up* deutlich verbessert werden (Kap. 3.1.1). Des Weiteren konnten die als Referenzverfahren genutzten *Expanding cavity*-Modelle (Kap. 2.1.4) erstmalig lückenlos in ihrem Verhalten über dem Parameter  $E/Y$  und dem Verfestigungsverhalten charakterisiert werden (Kap. 6.1, 7.3.2). Aufbauend auf diesen Ergebnissen und im Vergleich zu Druckversuchen (Kap. 7.3.1) wurde zudem erstmalig eine Parametrierung der ECM beschrieben, mit der es möglich ist, relativ genau die Probenfließspannungen zu bestimmen (Tab. 7.1 und Kap. 9.3). Für das *Loading partial unloading*-Verfahren als zweites Referenzverfahren konnte zum ersten Mal dessen Abhängigkeit vom verwendeten Kugelradius nachgewiesen werden (Kap. 7.3.3) sowie erstmalig gezeigt werden, dass die begrenzt an der Oberfläche messbare Information über den Fließbeginn eines Kugelkontaktes zu einer deutlichen, vom Kugelradius abhängigen Überschätzung der Anfangsfließspannung führt (Kap. 6.2). Im Verlauf der Untersuchungen konnten auch detaillierter als bisher in der Literatur verfügbar die Einflüsse der Parameter  $E/Y$ ,  $E/E_{Indenter}$  und des Verfestigungsverhaltens auf die untersuchten Verfahren und die Materialparameter  $H/Y$  und  $W_{el}/W_{tot}$  herausgearbeitet werden (Kap. 6.1, 6.3). Zu nennen ist dabei speziell auch der erstmalige Nachweis der Verletzung der Volumenkonstanz beim Fließprozess von Gläsern und Keramiken durch deren Abweichen von den simulierten  $W_{el}/W_{tot}$ -Verläufen (Kap. 9.1). Dahingehend konnte weiterhin zum ersten Mal gezeigt werden, dass die in der Nanoindentationsliteratur übliche Annahme der Angemessenheit der Gestaltänderungsenergiehypothese bei Gläsern und Keramiken, deren Fließbeginn nicht direkt an die VON-MISES-Spannung gekoppelt ist, zu nicht allgemeingültigen Fließspannungswerten führt (Kap. 7.3.3, 7.3.4).

Über die aufbereiteten Grundlagen zur Nanoindentation und zu den Fließprozessen (Kap. 2, 3), über die Ergebnisse der FE-Parametervariation (Kap. 5, 6) und die ausführlich, auch nach dem *Indentation size effect* (Kap. 2.1.7, 8) charakterisierten Experimentaldaten (Kap. 7, 9.1) in ihrer Funktion als Referenzdaten, steht nun ein Instrumentarium zur Bewertung von Fließspannungsbestimmungsverfahren in der Nanoindentation zur Verfügung. Mittels diesem wurde das Konzept des effektiv geformten Indenters (Kap. 4) auf dessen Eignung zur Fließspannungsbestimmung untersucht (Kap. 9.2). Dabei konnte erstmalig lückenlos die systematische von  $E/Y$  und vom Verfestigungsverhalten abhängige Abweichung der durch das Konzept erzeugten räumlichen Maxima der VON-MISES-Spannungen von angemessenen Referenzfließspannungen aufgezeigt werden (Abb. 6.10, 9.5). Somit war nachgewiesen, dass sich das Konzept nicht zur Fließspannungsbestimmung eignet. Damit einhergehend

konnten ebenso zum ersten Mal die dabei involvierten Einflussparameter (Kap. 6.4.3, 9.2.3) und die Eigenschaften der notwendigen Fitprozesse (Kap. 6.4.1, 9.2.1) beschrieben werden. Darauf aufbauend wurde anhand der Unterschiede zwischen elastisch-plastischen und rein elastischen Kontakten erstmalig eine geschlossene Erklärung der Eigenschaften des Konzepts des effektiv geformten Indenters gegeben (Kap. 9.2.4). Letztendlich konnte damit die Ausgangsdatenlage (Tab. 1.1) geschlossen über die Eigenschaften des Konzepts selbst und die des damals verwendeten Referenzverfahrens (LPU) erklärt werden (Kap. 9.2.2). Abschließend wurden die Erkenntnisse zu den untersuchten Verfahren im Hinblick auf deren praktische Umsetzung zusammengefasst (Kap. 9.3) und es wurde ein Überblick über weitere Ansätze zur Fließspannungsbestimmung gegeben (Kap. A.3).

Im Folgenden soll ein Ausblick gegeben werden, wie aufbauend auf den erreichten Ergebnissen ein weiteres Vorgehen aussehen könnte. Auf dem Gebiet der Fließspannungsbestimmung könnten mittels der inversen FE-Parameteridentifikation in grundlegenden Voruntersuchungen zuerst gute Kombinationen aus Kontaktgeometrie, Messzyklus, Messwerten und Materialmodell gesucht werden, die dreierlei Bedingungen erfüllen: einfache experimentelle Zugänglichkeit, ausreichend genaue Beschreibung der realen Materialien und Geometrien sowie eine stabile Verknüpfung von gemessenen Eingangsdaten zum  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlauf der Proben. Wenn solche guten Kombinationen gefunden sind, sollten für diese in einem zweiten Schritt Mess- oder Simulationsdaten für schnellere Verfahren in zum Beispiel neuronalen Netzwerken oder Fitfunktionen hinterlegt werden. Aufgrund der Nicht-Selbstähnlichkeit von Kugeleindringexperimenten sind diese, am besten unter Integration der realen Indentergeometrie, dabei besser zur Fließspannungsbestimmung geeignet als Berkovicheindrücke [HERBERT et al. 2006]. Des Weiteren erhöht eine Hinzunahme von geometrischen Parametern den Informationsgehalt der Ausgangsdatenlage erheblich (Abb. A.3), macht diese aber auch empfindlicher auf die materialspezifischen  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verläufe. Deswegen sollte ein relativ flexibler Ansatz des  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlaufs im Materialmodell genutzt werden.

Auf dem Gebiet der Nanoindentation selbst könnten die mikroskopischen Untersuchungen ausgeweitet werden, da zum Beispiel Rissbildung und *Pile up* von erheblichem Einfluss sind. Außerdem würde eine deutliche Erhöhung der Einzelmessungsanzahl, speziell bei inhomogenen Proben, zu statistisch genaueren Materialkennwerten führen. Weiterhin ist es denkbar, über einen Vergleich von Flächenfunktionen aus AFM-Messungen sowie aus simulierten Referenzmessungen mit solchen aus Messungen an realen Referenzmaterialien den Einfluss des anormalen Verhaltens von Quarzglas auf die Flächenfunktionserstellung herauszuarbeiten. Dahingehend könnten auch anhand des unterschiedlichen Verdichtungsverhaltens von Gläsern (Abb. 9.2) neue Kandidaten für Referenzmaterialien gesucht werden. Des Weiteren sollten die Untersuchungen zum effektiven *Pile up* verfeinert werden. Da für die FE-Parametervariation jeweils die Fließzonentiefe aufgenommen wurde, kann zudem eine detaillierte Überprüfung der 10%-Regel bei Härtemessungen an Schichten vorgenommen werden. Mittels der FE-Simulationen ist es auch möglich, die Anwendbarkeit der BULYCHEV-Lösung für stumpfe Stempel auf spitze Indenter und den Unterschied zwischen der Kegel- und Pyramidengeometrie zu untersuchen (Kap. 2.2.1).

Weiterführende Untersuchungen zur Nutzung des effektiv geformten Indenters könnten dessen Eignung zur E-Modul-Bestimmung an dünnen Schichten und die Extrapolationsmethode [PUSCHMANN et al. 2005] beinhalten.

# A Anhang

## A.1 Materialauswahl, Versuchsplan und ausgewählte Ergebnisse

Tab. A.1: Untersuchte nichtmetallische Probenmaterialien für die Charakterisierung der Fließspannungsbestimmung aus Nanoindentationsexperimenten mit Berkovich-indentern.

Material	Beschreibung, Zusammensetzung	Herkunft
mineralische Gläser		
Quarzglas	FS, a-SiO <sub>2</sub>	Laborbestand**
Borosilikat-Kronglas	BK7, a-SiO <sub>2</sub> -Na <sub>2</sub> O-K <sub>2</sub> O-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -BaO	Laborbestand
Kalknatronglas (G1)	a-a-SiO <sub>2</sub> -Na <sub>2</sub> O-CaO, Floatglas	MPA NRW
Borosilikatglas (G2)	a-SiO <sub>2</sub> -B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Na <sub>2</sub> O-K <sub>2</sub> O-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -CaO-MgO	MPA NRW
Kronglas	K7, a-a-SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Na <sub>2</sub> O-K <sub>2</sub> O-CaO	ASMEC, BAM*
Materialien mit amorph-keramischen Mischgefügen (Glaskeramik)		
Sigradur	Glaskohlenstoff mit Fullerenstruktur	ASMEC, BAM*
Zerodur	3,4%Li <sub>2</sub> O, 57,2%SiO <sub>2</sub> , 25,3%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ASMEC, BAM*
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	β-Si <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Kristalle in glasiger Matrix	ASMEC, BAM*
keramische Werkstoffe		
ZrO <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub> stabilisiert mit Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	GoodFellow
SiC	technische Qualität (schwarz)	GoodFellow**
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	gesinterte α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Keramik	GoodFellow**
Sialon	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -AlN-SiO <sub>2</sub> -Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> gesintert	GoodFellow
Saphir	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Einkristall (Orientierung: 0001)	Laborbestand**
Polymere		
PC	Polycarbonat	ASMEC, BAM*
PMMA	Polymethylmethacrylat (Acrylglas)	ASMEC, BAM*

\*) Experimentaldaten aus [CHUDOBA und GRIEPENTROG 2005] übernommen und von CHUDOBA neu ausgewertet.

\*\*\*) alternative Messungen zu diesem Material liegen über die Experimentaldaten aus [CHUDOBA und GRIEPENTROG 2005] vor.

Tab. A.2: Untersuchte metallische Probenmaterialien für die Charakterisierung der Fließspannungsbestimmung aus Nanoindentationsexperimenten mit Berkovichspitzen.

Material	Beschreibung, Zusammensetzung	Herkunft
metallische Gläser		
a-Cu <sub>44</sub>	a-Cu <sub>44</sub> Zr <sub>44</sub> Al <sub>6</sub> Ag <sub>6</sub>	Leibniz-IFW Dresden
a-Cu <sub>46</sub>	a-Cu <sub>46</sub> Zr <sub>46</sub> Al <sub>8</sub>	Leibniz-IFW Dresden
a-Fe <sub>74</sub>	a-Fe <sub>74</sub> Mo <sub>4</sub> P <sub>10</sub> C <sub>7,5</sub> B <sub>2,5</sub> Si <sub>2</sub>	Leibniz-IFW Dresden
einkristalline Metalle		
W(100)	Wolfram (krz, Orientierung: 100)	GoodFellow**
Al(100)	Aluminium (krz, Orientierung: 100)	GoodFellow
metallische Werkstoffe außer Stähle		
Cu	polykristallines Kupfer	mech. Werkstatt
Au (18k)	polykristallines Gold (18k)	ASMEC, BAM*
W	polykristallines Wolfram	ASMEC, BAM*
Messing	CuZn (unbekanntes Verhältnis)	ASMEC, BAM*
Hartmetalle		
HM1	WC-Kristalle ( $\approx 2\mu\text{m}$ ) in Ni-Matrix	MPA NRW
HM2	WC-Kristalle ( $< 2\mu\text{m}$ ) in Ni-Matrix	MPA NRW
HM3	'ultrafeine' WC-Kristalle in Ni-Matrix	ASMEC, BAM*
Stähle		
HV240 (weich)	90MnCrV8, Perlit (Ferrit, große Carbide)	Buderus
HV300	90MnCrV8, Perlit (Ferrit, mittlere Carbide)	Buderus
HV350	90MnCrV8, Perlit (Ferrit, kleine Carbide)	Buderus
HV400	90MnCrV8, Martensit (grob), große Carbide	Buderus
HV450	90MnCrV8, Martensit (grob), mittlere Carbide	Buderus
HV540	90MnCrV8, Martensit (grob), kleine Carbide	Buderus
HV620	90MnCrV8, Martensit (grob) ohne Carbide	Buderus
HV720	90MnCrV8, Martensit (mittel) ohne Carbide	Buderus
HV840 (hart)	90MnCrV8, Martensit (fein) ohne Carbide	Buderus
100Cr6	Wälzlagerstahl, Martensitstruktur	Laborbestand
HSS-Co10	Schnellarbeitsstahl, Martensitstruktur	mech. Werkstatt
210Cr46	Werkzeugstahl, Martensit, große Carbide	Laborbestand
42CrMo4	Vergütungsstahl, martensitisch	eniPROD

\*) Experimentaldaten aus [CHUDOBA und GRIEPENTROG 2005] übernommen und von CHUDOBA neu ausgewertet.

\*\*\*) alternative Messungen zu diesem Material liegen über die Experimentaldaten aus [CHUDOBA und GRIEPENTROG 2005] vor.

Tab. A.3: **Durchgeführte Experimente und Auswertungen:**

BI (Berkovichindentation):  $E_{IT}$ ,  $H_{IT}$ , siehe Kap. 2.2.1;  
 EKM (elastische Kugelkontaktmessung):  $E_K$ , siehe Kap. 2.2.1;  
 LPU (*loading partial unloading*):  $Y_{LPU}$ , siehe Kap. 2.2.1;  
 SAW (*surface acoustic waves*):  $E_{SAW}$ , siehe Kap. 2.2.2;  
 DV (Minidruckversuche)  $Y_{DV}$ ,  $n_{DV}$ , siehe Kap. 2.2.3;  
 NN (Neuronale Netze): Verfahren zur Materialparameterbestimmung [HUBER et al. 2006];  
 AFM (Rasterkraftmikroskopie der Eindrücke)  $h_{PU}$ ,  $PUF$ , siehe Kap. 2.2.4;  
 MU (mikroskopische Untersuchungen): Gefügebilder, siehe Kap. 2.2.4;  
 ECMi, ECMv (*Expanding cavity*-Modelle):  $Y_{ECMi}$ ,  $Y_{ECMv}$ , siehe Kap. 2.1.4;  
 IPI (inverse Paramameteridentifikation mittels FEM):  $Y$ ,  $n$ ;  
 RV (repräs. Verzerr.):  $Y$ ,  $n$  [MATA et al. 2002], [MATA und ALCALÁ 2003];  
 EI (Konzept des effektiv geformten Indenters):  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$ , siehe Kap. 4.

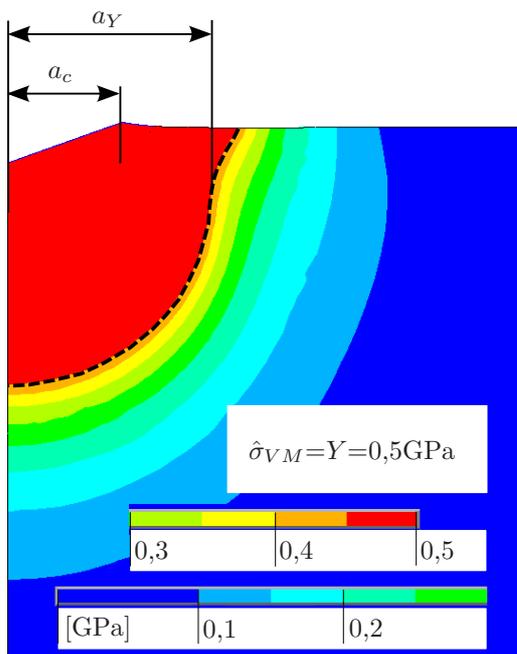
Materialien	Experimente								Auswertungen				
	BI	EKM	LPU	SAW	DV	NN	AFM	MU	ECMi	ECMv	IPI	RV	EI
Quarzglas	x		x	x/o			x	x	x/o		x		x
Borosilikat-Kronglas	x		x	x/o			x	x	x/o		x		x
Kalknatronglas (G1)	x		x	x/o			x	x	x/o				x
Borosilikatglas (G2)	x	x/o	x				x	x	x/o				x
Kronglas	x/o								x/o				x
Sigradur	x/o								x/o				x
Zerodur	x/o								x/o				x
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	x/o								x/o				x
ZrO <sub>2</sub>	x		x	x/o			x	x	x/o		x	x	x
SiC	x		x	x/o			x	x	x/o				x
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	x		x	x/o			x	x	x/o				x
Sialon	x		x	x/o			x	x	x/o				x
Saphir	x	x/o	x	x			x	x	x/o				x
PC	x/o								x/o				x
PMMA	x/o								x/o				x
a-Cu <sub>44</sub>	x	x/o	x		x		x	x	x	x/o		x	x
a-Cu <sub>46</sub>	x	x/o	x		x		x	x	x	x/o	x	x	x
a-Fe <sub>74</sub>	x	x/o	x		x		x	x	x	x/o	x	x	x
W(100)	x			x/o	x	x	x	x	x	x/o		x	x
Al(100)	x			x/o	x	x	x	x	x	x/o		x	x
Cu	x			x/o	x	x	x	x	x	x/o	x	x	x
Au (18k)	x/o								x/o				x
W	x/o								x/o				x
Messing	x/o								x/o				x
Hartmetall 1	x	x/o	x	x			x	x	x/o			x	x
Hartmetall 2	x	x/o	x	x	x		x	x	x	x/o	x	x	x
Hartmetall 3	x/o								x/o				x
HV240-HV620	x			x/o	x	x	x	x	x	x/o	x	x	x
HV720,HV840	x		x	x/o	x	x	x	x	x	x/o	x	x	x
100Cr6	x		x	x/o	x		x	x	x	x/o		x	x
HSS-Co10	x		x	x/o	x		x	x	x	x/o		x	x
210Cr46	x		x	x/o	x		x	x	x	x/o	x	x	x
42CrMo4	x		x	x/o	x		x	x	x	x/o		x	x

x: durchgeführt bzw. angewandt, o: Referenzverfahren für  $E$  bzw.  $Y$ ,  
 für ausgewählte Ergebnisse siehe Tab. A.4, für alle Daten siehe [LABORBERICHT1 2012].

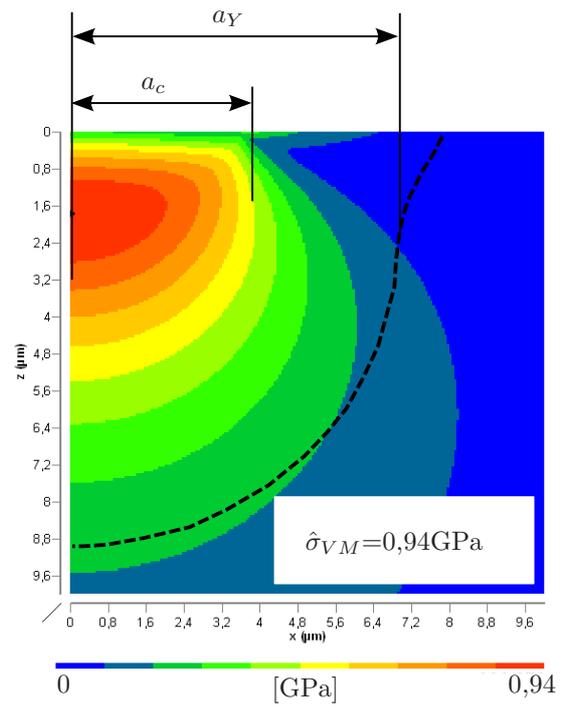
Tab. A.4: **Ausgewählte Ergebnisse:** Verfahren für  $E_{ref}, Y_{ref}$  siehe Tab. A.3 / verwendete ECM für  $Y_{ref}(=Y_{ECM})$  siehe Tab. 7.1 /  $PUF=1$  verwendet, wenn PU nicht vermessen,  $E/Y < 60$  oder  $PUF$  sehr klein ist /  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  mittels des  $d_{0,2}/40-98\%$ -Fits ermittelt.

Material	$E_{ref}$ [GPa]	$Y_{ref}$ [GPa]	$\frac{E_{ref}}{Y_{ref}}$	$Y_{DV}$ [GPa]	$n_{DV}$	$\hat{\sigma}_{VM,EI}$ [GPa]	PUF	$\nu$
FS	73,0±2,7	9,0±0,5	8,1	-	-	8,88±0,09	1	0,17
BK7	80±4	4,97±0,22	16,2	-	-	6,88±0,15	1	0,21
G1	72,8±2,9	4,08±0,22	17,9	-	-	5,93±0,19	1	0,22
G2	62,9±2,5	5,5±0,4	11,4	-	-	6,93±0,15	1	0,2
K7	68,9±2,1	3,25±0,22	21,2	-	-	5,51±0,15	1	0,2
Sigradur	26,9±0,7	4,30±0,19	6,2	-	-	4,73±0,14	1	0,2
Zerodur	76±4	4,7±0,4	15,9	-	-	7,54±0,16	1	0,243
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	290±26	9,7±0,6	30,0	-	-	18,5±1,4	1	0,24
ZrO <sub>2</sub>	205±4	7,72±0,14	26,5	-	-	14,2±1,1	1	0,29
SiC	345±12	13,2±0,4	26,2	-	-	22,4±1,3	1	0,19
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	374±20	14,2±0,9	26,4	-	-	23,1±0,5	1	0,25
Sialon	280±9	9,9±0,7	28,2	-	-	17,5±0,7	1	0,25
Saphir	409±19	12,0±0,6	33,9	-	-	23,00±0,22	1	0,234
PC	2,73±0,13	0,070±0,005	39,0	-	-	0,190±0,002	1	0,4
PMMA	3,76±0,12	0,085±0,006	44,3	-	-	0,240±0,002	1	0,37
a-Cu <sub>44</sub>	96±14	2,99±0,27	32,2	1,88±0,03	0,030	5,21±0,21	1,11	0,376
a-Cu <sub>46</sub>	96±12	3,18±0,17	30,1	1,76±0,10	0,075	5,22±0,23	1,12	0,366
a-Fe <sub>74</sub>	170±27	3,9±0,4	43,1	2,86±0,18	0,170	8,6±0,4	1	0,3
W(100)	410,2±2,1	0,75±0,08	548	0,84±0,08	0,165	5,3±0,6	1,09	0,28
Al(100)	72,5±1,3	0,035±0,003	2050	0,037±0,002	0,159	0,255±0,011	1,08	0,34
Cu	112±18	0,231±0,012	483	0,26±0,01	0,015	0,72±0,12	1,23	0,35
Au (18k)	93±7	0,850±0,015	110	-	-	2,06±0,06	1	0,44
W	379±25	1,94±0,07	195	-	-	5,43±0,03	1	0,28
Messing	115±20	0,397±0,003	290	-	-	1,43±0,14	1	0,33
HM1	470±60	5,73±0,23	82,4	-	-	14,3±1,0	1,06	0,21
HM2	520±50	8,05±0,24	64,6	5,55±0,14	0,260	23,0±0,5	1	0,21
HM3	620±60	13,8±0,5	45,0	-	-	26,4±1,2	1	0,28
HV240	213,4±2,8	0,586±0,022	364	0,60±0,01	0,095	2,04±0,25	1,11	0,3
HV300	213,2±2,8	0,69±0,04	311	0,77±0,02	0,109	2,37±0,10	1,12	0,3
HV350	213,1±2,8	0,89±0,04	239	0,91±0,02	0,100	2,70±0,13	1,10	0,3
HV400	211,0±2,8	1,26±0,04	168	1,26±0,01	0,077	3,43±0,14	1,09	0,3
HV450	210,0±2,8	1,45±0,05	145	1,47±0,02	0,073	3,56±0,07	1,10	0,3
HV540	207,6±2,7	1,74±0,06	119	1,77±0,02	0,076	4,00±0,15	1,10	0,3
HV620	206,1±2,7	2,11±0,07	97,9	2,13±0,02	0,092	4,8±0,4	1,09	0,3
HV720	206,1±2,7	2,52±0,06	81,9	2,40±0,04	0,090	5,33±0,21	1,08	0,3
HV840	203,0±2,7	3,32±0,11	61,2	2,94±0,06	0,139	6,59±0,24	1,06	0,3
100Cr6	209,2±1,1	3,24±0,29	64,6	2,74±0,04	0,104	7,8±0,5	1,05	0,3
HSS-Co10	232±3	3,19±0,18	72,9	3,04±0,06	0,071	7,3±0,4	1,08	0,29
210Cr46	207,1±2,1	2,61±0,22	79,5	2,53±0,03	0,222	7,4±0,6	1,04	0,3
42CrMo4	205,5±2,0	2,70±0,17	76,2	1,97±0,07	0,108	6,62±0,28	1,10	0,3

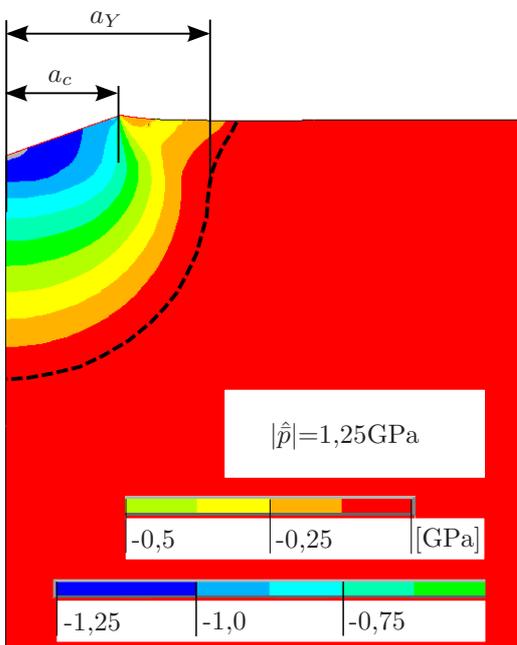
## A.2 Zusätzliche Bilder zum Konzept des effektiv geformten Indenters



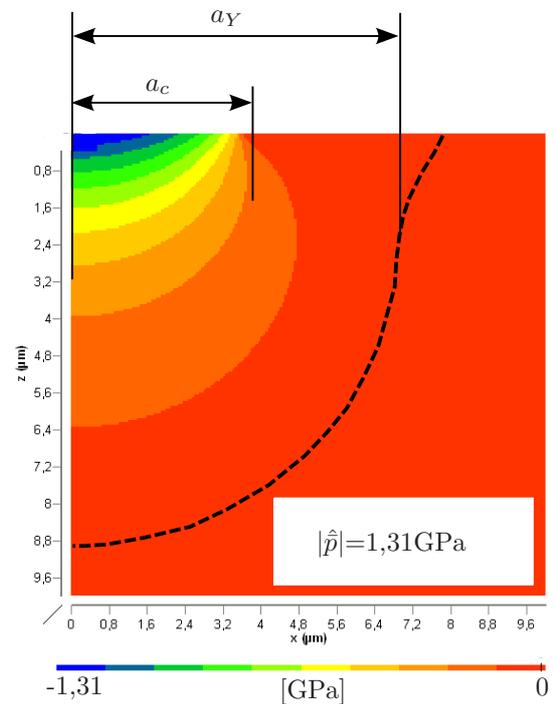
a)  $\sigma_{VM}$ -Feld, Eindringversuch (FEM)



c)  $\sigma_{VM}$ -Feld, effektiv geformter Indenter



b)  $\bar{p}$ -Verteilung, Eindringversuch (FEM)



d)  $\bar{p}$ -Verteilung, effektiv geformter Indenter

Abb. A.1: VON-MISES-Spannung und hydrostatischer Druck  $\bar{p}$  im Vergleich für einen elastisch-plastischen Eindringversuch (FEM:  $E=100\text{GPa}$ ,  $Y=0,5\text{GPa}$ ,  $n=0$ ,  $\nu=0,3$ ,  $E/Y=200$ ) und dem dazugehörigen effektiv geformten Indenter ( $d_{0,2}/40\text{-}98\%$ -Fit) bei  $F_{max}$ , a,b: elastisch-plastischer Eindringversuch,  $|\hat{p}|/Y=|\hat{p}|/\hat{\sigma}_{VM}=2,5$ , c,d: dazugehöriger effektiv geformter Indenter,  $|\hat{p}|/\hat{\sigma}_{VM}=1,39$ .

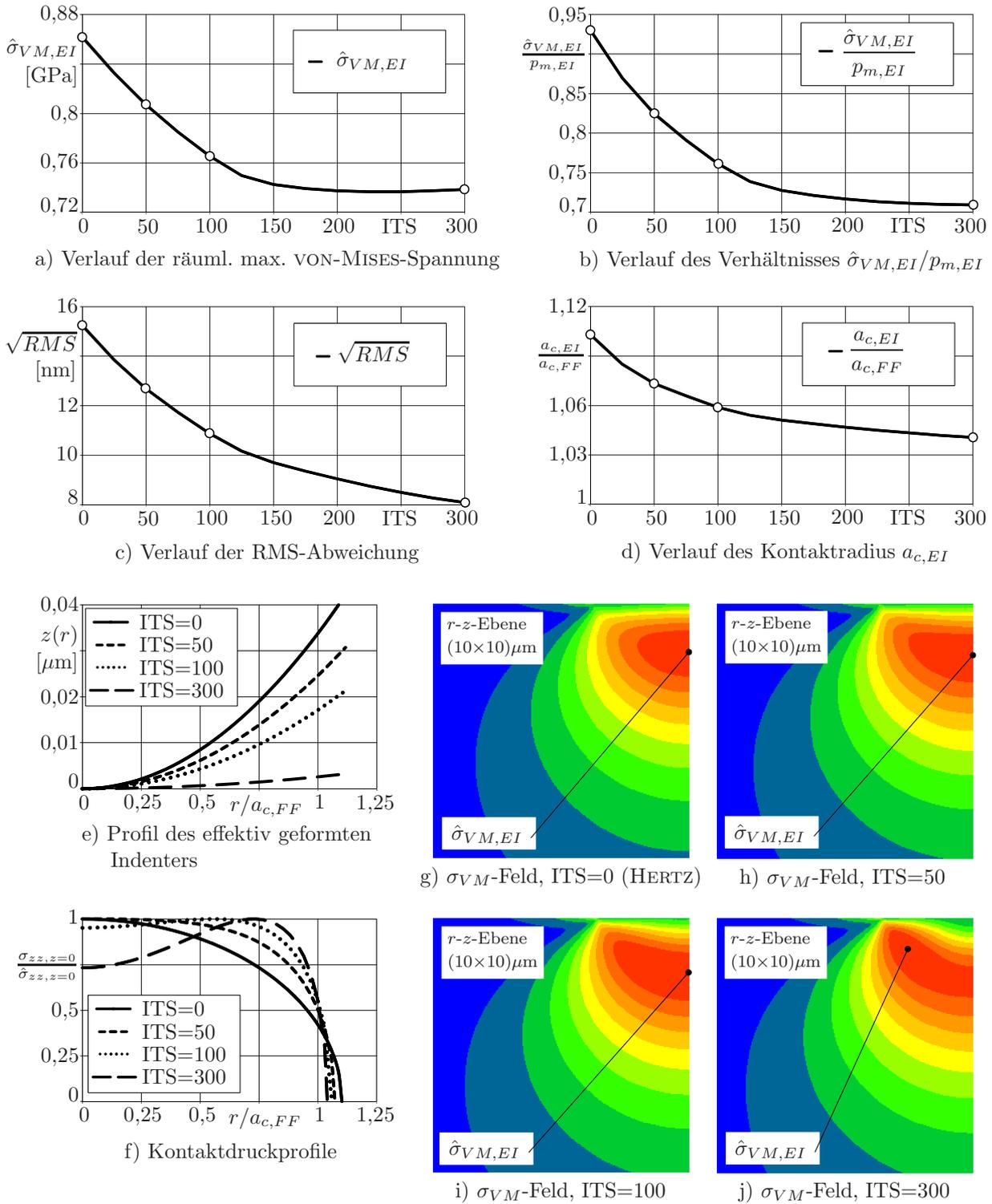


Abb. A.2: Vollständiger Verlauf eines  $d_{0,2}/40-98\%$ -EHA-Fitprozesses für einen simulierten Berkovicheindringversuch:

- $E_{FE}=100\text{GPa}$ ,  $n_{FE}=0$ ,  $Y_{FE}=0,5\text{GPa}$ ,  $(E/Y)_{FE}=200$ ,  $\nu_{FE}=0,3$
- ITS=0 entspricht dem HERTZschen Kontakt mit  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}(\nu = 0,3)=0,93$  (b),
- im weiteren Fitverlauf verteilt sich die Last durch den Übergang zu einem *Flat punch*-Profil (e,f) besser im Kontaktbereich, so dass  $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  sinkt,
- $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  ist wegen  $a_{c,EI} \approx a_{c,FF}$  (d) und  $p_{m,EI} \approx p_{m,Experiment} = H_{IT}$  dann der Vermittlungsfaktor zwischen  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  und  $H_{IT}$ ,
- $\hat{\sigma}_{VM,EI}/p_{m,EI}$  ist auch der bessere zu minimierende Parameter, da er nicht wie  $\hat{\sigma}_{VM,EI}$  (a) wieder ansteigt, während der Zielfunktionswert RMS (c) weiter fällt.

### A.3 Zusätzlich umgesetzte Verfahren zur Fließspannungsbestimmung

Als konsequente Fortsetzung der Arbeit wurden weitere Verfahren zur Fließspannungsbestimmung mittels des vorgestellten Instrumentariums untersucht, wobei als Anhaltspunkt der Normentwurf [ISO/TR29381 2008] diente. Dort werden drei Verfahrensklassen unterschieden: inverse Parameteridentifikation mittels FEM, neuronale Netzwerke und Verfahren mit Ausnutzung der repräsentativen Verzerrungen. Aus jeder dieser Klassen wurde ein spezielles Verfahren umgesetzt und näher betrachtet. Am ausführlichsten wurde dabei die inverse Parameteridentifikation mittels der FEM im Rahmen der Diplomarbeit von SÖREN LÖSCH [LÖSCH 2012] in Kooperation mit der Professur Festkörpermechanik der TU Chemnitz untersucht. Dabei wurde versucht, unter Nutzung der vorgestellten FE-Modellierung der Eindringversuche (Kap. 5.2), die Kraft-Verschiebungs-Kurven und die *Pile up*-Höhen  $h_{PU}$  (Abb. 3.3) von Experimenten und Simulationen aneinander anzupassen. Diese Anpassung wurde über eine Variation der Parameter  $Y$  und  $n$  des FE-Materialmodells (Gl. (2.5)) vorgenommen und über den (speziell gewichteten) mittleren quadratischen Abstand (RMS) der *Pile up*-Höhe und der  $F$ - $h$ -Kurve zwischen Simulation und Experiment (Zielfunktion) bewertet. Diese Zielfunktion wurde dann mit effizienten Optimierungsalgorithmen [CLAUSNER 2007], [CLAUSNER 2006] minimiert, um damit diejenigen  $Y$  und  $n$  zu bestimmen, die die beste Anpassung zwischen Simulation und Experiment erzeugen.

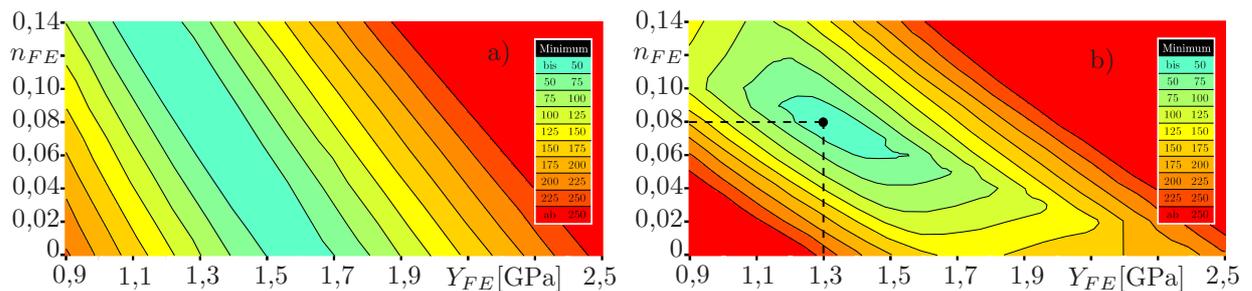


Abb. A.3: RMS-Abstand von Simulation zu Experiment bei  $n_{FE}$ -/ $Y_{FE}$ -Variation, Berkovicheindruck in HV400: für a) nur die  $F$ - $h$ -Kurve und b)  $F$ - $h$ -Kurve und *Pile up*-Höhe  $h_{PU}$ .

Dabei konnte als erste wichtige Erkenntnis bestätigt werden, dass die Informationen in der  $F$ - $h$ -Kurve eines (selbstähnlichen) Berkovicheindrucks nicht ausreichen, um  $Y$  und  $n$  eindeutig zu bestimmen. Es existieren vielmehr unendlich viele Kombinationen dieser Parameter, die zu ein und derselben  $F$ - $h$ -Kurve führen (Abb. A.3a). Diese Zuordnung wird jedoch unter Hinzunahme eines geometrischen Parameters (*Pile up*-Höhe) für Materialien, die sich gemäß des genutzten FE-Materialmodells (Gl. (2.5)) verhalten (z.B. HV400, Abb. 3.14,  $Y=1,26\text{GPa}$ ,  $n=0,077$ ), eindeutig (Abb. A.3b). Dies bedeutet, dass in der Kombination von  $F(h)$  und  $h_{PU}$  genug Informationen für eine eindeutige Bestimmung eines durch 2 Parameter beschriebenen  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlaufs enthalten sind. Problematisch dabei ist, dass  $h_{PU}$  empfindlich auf Abweichungen des realen  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlaufs von Gl. (2.5) reagiert, aber in  $F(h)$  und  $h_{PU}$  eines Berkovicheindrucks nicht genug Informationen für die Bestimmung eines auf 3 Parametern beruhenden  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlaufs (z.B. LUDWIK-ULBRICHT, [BENEDIX 2000]) enthalten sind. So war für HV720 (Abb. 3.14) schon keine erfolgreiche Parameteridentifikation mehr möglich. Trotz dieser Probleme und des hohen Umsetzungsaufwands ist die inverse FE-Parameteridentifikation durch deren Variabilität (frei wählbare Optimierungsparameter, Geometrien und Materialmodelle) für z.B. Kugeleindrücke interessant.

Der zweite Ansatz zur Bestimmung einachsiger Materialparameter aus Eindringversuchen ist die Nutzung von neuronalen Netzen. Dabei wird eine große Datenbasis von  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verläufen

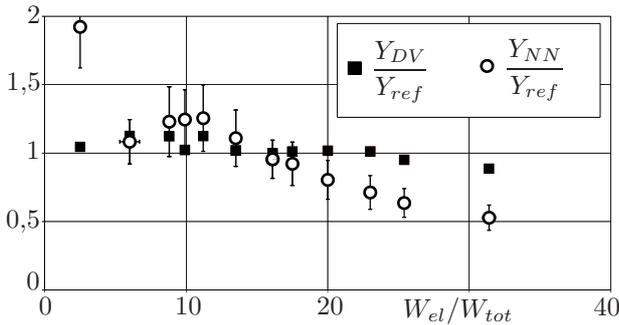


Abb. A.4: Fließspannungen aus Minidruckversuchen ( $Y_{DV}$ ) im Vergleich mit  $Y_{NN}$  aus dem neuronalen Netzwerk nach [HUBER et al. 2006].

mit jeweils zugeordneten  $F$ - $h$ -Kurven vorausgesetzt. Über spezielle, an neuronale Prozesse angelehnte Algorithmen, wird dann anhand der bekannten Zuordnungen auf solche bei neuen  $F$ - $h$ -Kurven geschlossen. In der vorliegenden Umsetzung nach [HUBER et al. 2006] wird dazu ein spezieller Belastungszyklus eines Kugelindenters genutzt, der die Bestimmung eines komplexeren Verfestigungsverlaufs und viskoplastischer Parameter ermöglichen soll. Die Datenbasis dieses neuronalen Netzwerkes wird über FE-Simulationen unter Verwendung eines steifen Kugelindenters und eines

konstanten  $\nu=0,3$  trainiert [TYULYUKOVSKIY und HUBER 2005]. Vermutlich aus diesen Gründen weisen die ermittelten Fließspannungswerte  $Y_{NN}$  deutliche systematische Abweichungen auf (Abb. A.4). Bei Überarbeitung der zu Grunde liegenden FE-Simulationen sind die Ergebnisse deshalb wahrscheinlich verbesserbar.

Die dritte Verfahrenskategorie zur Fließspannungsbestimmung nutzt die Zuordnung von indenterspezifischen repräsentativen Verzerrungen zu den (repräsentativen) Spannungen

(Kap. 2.1.2). Das umgesetzte Verfahren nach [MATA und ALCALÁ 2003] und [MATA et al. 2002] basiert auf Kegeleindringversuchen in vollplastische Proben ( $E/Y > 100$ ) und nutzt deren  $F$ - $h$ -Kurven sowie die *Pile up*-Höhen als Eingangsdaten. Für diese Simulationen wurden unter Verwendung des Materialmodells nach Gl. (2.5) Parametervariationsreihen durchgeführt. Deren Ergebnisse wurden dann in Fitfunktionen hinterlegt, die die Bestimmung von  $Y_{RV}$  und  $n_{RV}$  mittels der bekannten repräsentativen Verzerrungen vollplastischer Materialien ermöglichen sollen.

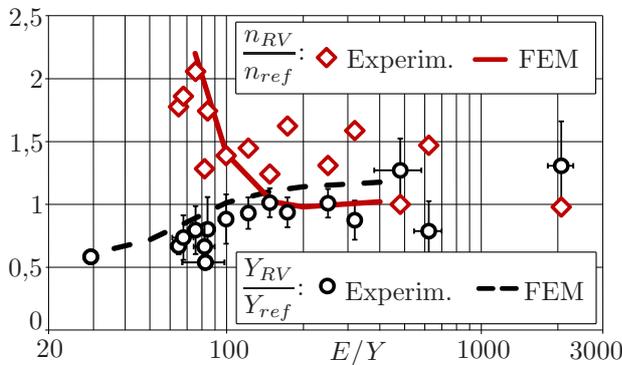


Abb. A.5: Bestimmung von  $Y_{RV}$  und  $n_{RV}$  mittels repräsentativer Verzerrungen nach [MATA und ALCALÁ 2003] (Referenzen  $Y_{ref}, n_{ref}$  siehe Tab. A.4).

Da die Fitfunktionen mit Kegelkontakten

erstellt wurden, musste zur Umsetzung des Verfahrens noch mittels der eigenen FE-Simulationen eine Vermittlungsfunktion zwischen  $h_{PU}$  für die Kegel und Pyramiden erstellt werden. Diese Funktion wurde dann in die bestehenden Fitfunktionen integriert. Die somit ermittelten  $Y_{RV}$  und  $n_{RV}$  zeigen nur eine grobe Übereinstimmung mit den Referenzwerten (Abb. A.5). Die Ursachen dafür liegen vermutlich in der starken Abhängigkeit von  $h_{PU}$  vom speziellen  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlauf, der oft nicht mit dem Materialmodell übereinstimmt sowie der Empfindlichkeit des Verfahren auf Variationen in  $E/E_{Indenter}$ .

## Abkürzungen und Symbole

(.) <sub>EI</sub>	(.) des effektiv geformten Indenters
(.) <sub>Exp</sub>	(.) des Experiments
(.) <sub>FE</sub>	(.) der FE-Simulation
(.) <sub>Hertz</sub>	(.) des HERTZschen Kontakts
a-(.)	amorph-(.)
Abb.	Abbildung
AFM	Rasterkraftmikroskop ( <i>atomic force microscope</i> )
BMG	metallische Gläser ( <i>bulk metallic glasses</i> )
E-Modul	Elastizitätsmodul
ECM	<i>Expanding cavity</i> -Modell
ECMi	<i>Expanding cavity</i> -Modell für idealplastische Materialien
ECMv	<i>Expanding cavity</i> -Modell für verfestigende Materialien
EHA	erweiterter HERTZscher Ansatz ( <i>extended HERTZian approach</i> )
FE(M)	Finite-Elemente(-Methode)
FS	Quarzglas ( <i>fused silica</i> )
GEH	Gestaltänderungsenergiehypothese
GND	<i>geometrically necessary dislocations</i>
HV	Vickers Härte (Härtevergleichsplatten für ~)
ISE	<i>indentation size effect</i>
ITS	Iterationsschritt
Kap.	Kapitel
kfz	kubisch flächenzentriert
krz	kubisch raumzentriert
LVDT	<i>linear variable differential transformer</i>
LPU	zyklische Be- und Teilentlastung ( <i>loading partial unloading</i> )
PU	<i>pile up</i>
PUF	<i>Pile up</i> -Korrekturfaktor
RMS	mittlere quadratische Abweichung ( <i>root mean square</i> )
SAW	akustische Oberflächenwellen ( <i>surface acoustic waves</i> )
SEM	Sekundärelektronenmikroskopie
SRO	<i>short range order</i>
SSD	<i>statistically stored dislocations</i>
STZ	<i>shear transformation zone</i>
Tab.	Tabelle
UNAT	universeller nanomechanischer Tester ( <i>www.asmec.de</i> )
VM	VON-MISES

$a_c$	Kontaktradius
$a_c, EI$	Kontaktradius des effektiv geformten Indenters
$a_{c,FF}$	Kontaktradius aus der Flächenfunktion (OLIVER-PHARR-Methode)
$a_Y$	Fließzonenradius
$A$	Anisotropiefaktor
$A_0$	Ausgangsfläche (unverformt)
$A_c$	projizierte Kontaktfläche
$A'_c$	mit dem <i>Pile up</i> -Korrekturfaktor korrigierte projizierte Kontaktfläche
$A_{PU}$	zusätzliche Kontaktfläche durch das <i>Pile up</i>
$A_\Delta$	theoretische Kontaktfläche eines Berkovicheindrucks ohne <i>Pile up</i>
$B$	Faktor im exponentiellen Formansatz des effektiv geformten Indenters
$c$	Radius der Fließzone im ECM / Schallgeschwindigkeit
$C$	Konstante beim Fit der Entlastungskurve, Gl. (2.15)
$c_1, c_2, c_3$	Koeffizienten in Gl. (2.7)
$d_0, d_2, d_4, d_6$	Parameter des Erweiterten HERTZschen Ansatzes
$\underline{D}_{(4)}$	Nachgiebigkeitstensor
$e_i, e_j$	Basisvektoren
$E$	Elastizitätsmodul
$E^*$	reduzierter Elastizitätsmodul
$\underline{E}_{(4)}$	Elastizitätstensor
$[E_{ijkl}]$	Koeffizientenmatrix des Elastizitätstensors
$E_{FE}$	(Proben-)Elastizitätsmodul in der FE-Simulation
$E_{Indenter}$	Elastizitätsmodul des Indenters
$E_{IT}$	genormter Eindringmodul (OLIVER-PHARR-Methode)
$E_K$	Elastizitätsmodul aus elastischen Kugelkontaktexperimenten
$E_{ref}$	Referenzwert für den Elastizitätsmodul
$E_{SAW}$	Elastizitätsmodul aus SAW-Messungen
$f$	Frequenz
$F$	Kontaktkraft
$\hat{F}, F_{max}$	maximale Kontaktkraft eines Eindringexperiments
$F_{krit}^{Bruch}$	Kontaktkraft beim Einsetzen der Rissbildung bei Kugelkontakt
$F_{krit}^{LPU}$	kritische Kontaktkraft beim LPU-Verfahren
$F_{krit}^{plast}$	Kontaktkraft, ab der Kugel-Resteindrücke lichtmikroskopisch sichtbar sind
$F_{krit}^{theor}$	theoretische Kontaktkraft eines Kugelkontakts bei $\hat{\sigma}_{VM,Hertz}=Y$
$G$	Schubmodul
$h$	Eindringtiefe
$h_0$	nach dem Entlasten verbleibende Eindringtiefe
$h_c$	Kontakttiefe bei Maximallast
$h_{HR}$	Halbraumhöhe des FE-Modells
$h_{Ind}$	Indenterhöhe des FE-Modells
$h_{max}$	maximale Eindringtiefe
$h_{PU}$	<i>Pile up</i> -Höhe
$h_s$	$h_{max} - h_c$
$h_Y$	Tiefenausdehnung der Fließzone

$H$	Härte
$H_0$	makroskopische Härte ohne das Vorliegen von GNDs
$H_{eff}$	über effektiven <i>Pile up</i> -Korrektur ermittelte effektive Härte (FEM)
$H_{IT}$	genormte Eindringhärte (OLIVER-PHARR-Methode)
$K$	Korrekturfaktor im idealplastischen ECM, Gl. (2.12)
$K_{eff}$	Korrekturfaktor für die effektive Wirkung des <i>Pile up</i>
$K_{geom}$	Korrekturfaktor für Abweichungen der <i>Pile up</i> -Geometrie vom Kreis
$l$	momentane Länge
$l_0$	Ausgangslänge (unverformt)
$l_1, l_2, l_3$	verschiedene Längen am Berkovicheindruck (Abb. 3.3)
$m$	Entlastungsexponent
$n$	Verfestigungsexponent (auch Exponent des effektiv geformten Indenters)
$n_{DV}$	Verfestigungsexponent aus Druckversuchen
$n_{FE}$	(Proben-)Verfestigungsexponent in der FE-Simulation
$\bar{p}$	hydrostatischer Druck
$ \hat{p} $	räumliches Maximum des hydrostatischen Drucks
$p_m$	mittlerer Kontaktdruck
$r$	mittlerer Spitzenradius eines Berkovichindenters
$r_{HR}$	Halbraumradius des FE-Modells
$r_{PU}$	angenäherter Radius des <i>Pile up</i> -Hügels (Abb. 3.3)
$R$ ( $R_{Kugel}$ )	Spitzenradius eines Kuglindenters
$R_a$	mittlere Oberflächenrauheit
$R_{p0,2}$	0,2%-Proportionalitätsgrenze
$S$	Kontaktsteifigkeit (bei Maximallast)
$S_M$	Maschinensteifigkeit
$t_c, t_{th}$	Haltezeiten zur Bestimmung des Kriechverhaltens bzw. der thermischen Drift
$\underline{u}$	Verschiebungsvektor
$u_i$	Komponenten des Verschiebungsvektors
$u_r$	radiale Verschiebung
$u_z$ ( $u_z^I, u_z^P$ )	Verschiebung in $z$ -Richtung (Anteile des Indenters und der Probe)
$\hat{u}_{z,z=0}^{entlast}$	maximale Oberflächenverschiebung eines entlasteten Eindrucks
$\underline{v}$	Geschwindigkeitsvektor
$v_i$	Komponenten des Geschwindigkeitsvektors
$W_{el}$	elastischer Anteil der gesamten geleisteten Eindringarbeit
$W_{tot}$	gesamte geleistete Eindringarbeit
$Y$	(einachsige bzw. skalare) Fließspannung
$Y_{DV}$	Fließspannung aus Druckversuchen
$Y_{ECM}$	Fließspannung aus dem ECM
$Y_{ECMi}$	Fließspannung aus dem idealplastischen ECM
$Y_{ECMv}$	Fließspannung aus dem ECM für verfestigende Materialien
$Y_{EI}$	Fließspannung aus dem Konzept des effektiv geformten Indenters
$Y_{FE}$	(Proben-)Fließspannung in der FE-Simulation
$Y_{LPU}$	Fließspannung aus zyklischen Be- und Teilentlastungsexperimenten

$\alpha$	Winkel zw. unbelasteter Kegelflanken und Oberfläche
$\alpha_{PU}$	Kreisausschnittswinkel des idealisierten PU-Hügels
$\alpha_r$	mittlerer Winkel eines Kegeleindrucks nach Entlasten
$\beta$	Geometrieparameter in der OLIVER-PHARR-Methode
$\gamma$	größter Flankenwinkel einer Berkovichpyramide
$\epsilon$	Parameter in der OLIVER-PHARR-Methode
$\varepsilon$	einachsige Verzerrung
$\underline{\underline{\varepsilon}}$	infinitesimaler Verzerrungstensor
$[\varepsilon_{ij}]$	Koeffizientenmatrix des infinitesimalen Verzerrungstensors
$\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}$	Deformationsratentensor
$[\dot{\varepsilon}_{ij}]$	Koeffizientenmatrix des Deformationsratentensors
$\underline{\underline{\varepsilon}}_{el}$	elastischer Anteil in $\underline{\underline{\varepsilon}}$
$\varepsilon_{pl}$	einachsige plastische Verzerrung
$\underline{\underline{\varepsilon}}_{pl}$	plastischer Anteil in $\underline{\underline{\varepsilon}}$
$\varepsilon_{pl,VM}$	VON-MISES-Vergleichswert für plastische Verzerrungen
$\varepsilon_r$	repräsentative Verzerrung
$\varepsilon_t$	technische Verzerrung
$\varepsilon_{VM}$	VON-MISES-Vergleichsverzerrung
$\varepsilon_w$	wahre Verzerrung
$\varepsilon_Y$	Fließverzerrung
$\eta$	Vergleichswert für Verzerrungsgradienten
$\underline{\underline{\eta}}_{(3)}$	Verzerrungsgradiententensor
$[\eta_{ijk}]$	Koeffizientenmatrix des Verzerrungsgradiententensors
$\mu$	Haftreibungskoeffizient
$\nu$	Querkontraktionszahl
$\rho$	Massendichte
$\sigma$	einachsige (Zug-, Druck-)Spannung
$\underline{\underline{\sigma}}$	CAUCHYScher Spannungstensor
$\sigma_r$	(repräsentative) Spannung bei $\varepsilon_r$
$\sigma_t$	technische Spannung
$\sigma_{VM}$	VON-MISES-Vergleichsspannung
$\hat{\sigma}_{VM}$	räumliches Maximum der VON-MISES-Vergleichsspannung
$\hat{\sigma}_{VM,EI}$	räuml. Maximum der VM-Spannung unter dem effektiv geformten Indenter
$\sigma_{VM,Hertz}$	räuml. Maximum der VM-Spannung eines HERTZschen Kugelkontakts
$\hat{\sigma}_{VM,rest}$	räuml. Maximum der VM-Restspannung eines entlasteten Berkovicheindrucks
$\sigma_w$	wahre Spannung
$\sigma_{zz}$	Zug-, Druckspannung (Ebene: normal zu $z$ , Richtung: $z$ )
$\tau_{xy}$	Schubspannung (Ebene: normal zu $x$ , Richtung: $y$ )

## Literaturverzeichnis

- [ABU-AL-RUB 2007] Abu-Al-Rub (2007). *Prediction of micro and nanoindentation size effect from conical or pyramidal indentation*: Mechanics of Materials 39.
- [ALKORTA et al. 2005] Alkorta, Martínez-Esnaola, und Sevillano (2005). *Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load-penetration data*: J. Mater. Res., Vol. 20.
- [AN et al. 2006] An, Zheng, und Luo (2006). *Vacancy-induced densification of silica glass*: J. of Non-Crystalline Solids 352.
- [ANSYS MANUAL 2009] Ansys Manual (2009). *Ansys 12.1*: Ansys, SAS IP, Inc.
- [ASHBY 1969] Ashby (1969). *The Deformation of Plastically Non-homogeneous Materials*: Harvard University.
- [ASHBY und JONES 2006] Ashby und Jones (2006). *Werkstoffe 1: Eigenschaften, Mechanismen und Anwendungen*: Spektrum.
- [ASMEC REFERENZMATERIALIEN 2005] Asmec Referenzmaterialien (2005). *Referenzmaterialien für die instrumentierte Eindringprüfung*: www.asmec.de.
- [BACKES et al. 2009] Backes, Huang, Göken, und Durst (2009). *The correlation between the internal material length scale and the microstructure in nanoindentation experiments and simulations using the conventional mechanism-based strain gradient plasticity theory*: J. Mater. Res., Vol. 24.
- [BAHR et al. 1997] Bahr, Kramer, und Gerberich (1997). *Non-linear deformation mechanisms during nanoindentation*: Acta Mater., Vol. 46.
- [BARET et al. 2002] Baret, Vadembroucq, und Roux (2002). *An extremal model for amorphous media plasticity*: arXiv:cond-mat/0206523v1.
- [BATHE 2002] Bathe (2002). *Finite Elemente Methoden*: Springer.
- [BEI et al. 2004] Bei, Lu, und George (2004). *Theoretical Strength and the Onset of Plasticity in Bulk Metallic Glasses Investigated by Nanoindentation with a spherical Indenter*: Physical Review Letters, Vol. 93.
- [BEI et al. 2007] Bei, Shim, George, Miller, Herbert, und Pharr (2007). *Compressive strengths of molybdenum alloy micro-pillars prepared using a new technique*: Scripta materialie 57.
- [BENEDIX 2000] Benedix (2000). *Parameterschätzung für elastisch-plastische Deformationsgesetze bei Berücksichtigung lokaler und globaler Vergleichsgrößen*: Dissertation TU Chemnitz.

- [BINNING et al. 1986] Binning, Quate, und Gerber (1986). *Atomic force microscope*: Phys. Rev. Lett., 56.
- [BOBJI und BISWAS 1999] Bobji und Biswas (1999). *Deconvolution of hardness from data obtained from nanoindentation of rough surfaces*: J. Mater. Res., Vol. 14.
- [BOLSHAKOV und PHARR 1998] Bolshakov und Pharr (1998). *Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques*: J. Mater. Res., Vol. 13.
- [BOUCHBINDER et al. 2007a] Bouchbinder, Langer, und Procaccia (2007a). *Athermal shear-transformation-zone theory of amorphous plastic deformation. I. Basic principles*: Physical Review E 75.
- [BOUCHBINDER et al. 2007b] Bouchbinder, Langer, und Procaccia (2007b). *Athermal shear-transformation-zone theory of amorphous plastic deformation. II. Analysis of simulated amorphous silicon*: Physical Review E 75.
- [BREITSCHUH und JURISCH 1993] Breitschuh und Jurisch (1993). *Die Finite-Elemente-Methode*: Akademie Verlag.
- [BRENNER 1956] Brenner (1956). *Tensile Strength of whiskers*: J. of Appl. Phys., Vol. 27.
- [BULYCHEV et al. 1975] Bulychev, Alekhin, Shorshorov, Ternovskii, und Shnyrev (1975). *Determination of Young's modulus according to the indentation diagram*: Ind. Lab. 41.
- [BUSHBY und SWAIN 1995] Bushby und Swain (1995). *Plastic deformation of ceramics, in C. Brand (Ed.)*: Plenum Press New York.
- [CHENG und CHENG 1999] Cheng und Cheng (1999). *Can stress-strain relationships be obtained from indentation curves using conical and pyramidal indenters?*: J. Mater. Res.
- [CHUDOBA und GRIEPENTROG 2005] Chudoba und Griepentrog (2005). *Comparison between conventional Vickers hardness and indentation hardness obtained with different instruments*: Z. Metallkd. 96.
- [CHUDOBA et al. 2004] Chudoba, Griepentrog, Dück, Schneider, und Richter (2004). *Young's modulus measurement on ultra-thin coatings*: J. Mater. Res., Vol. 19.
- [CHUDOBA und JENNET 2008] Chudoba und Jennet (2008). *Higher accuracy analysis of instrumented indentation data obtained with pointed indenters*: J. Phys. D 41.
- [CHUDOBA und RICHTER 2001] Chudoba und Richter (2001). *Investigation of creep behavior under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results*: Surface and Coatings Techn. 148.
- [CHUDOBA et al. 1999] Chudoba, Schwarzer, und Richter (1999). *New possibilities of mechanical surface characterization with spherical indenters by comparison of experimental and theoretical results*: Thin Solid Films.

- [CHUDOBA et al. 2002] Chudoba, Schwarzer, und Richter (2002). *Steps towards a mechanical modeling of layered systems*: Surface and Coatings Technology 154.
- [CLAUSNER 2006] Clausner (2006). *Möglichkeiten zur Steuerung von Trust-Region Verfahren im Rahmen der Parameteridentifikation*: Projektarbeit an der Fakultät für Maschinenbau der TU Chemnitz, Professur Festkörpermechanik.
- [CLAUSNER 2007] Clausner (2007). *Anwendung von Line-Search-Strategien zur Formoptimierung und Parameteridentifikation*: Diplomarbeit an der Fakultät für Maschinenbau der TU Chemnitz, Professur Festkörpermechanik.
- [COLTON et al. 1998] Colton, Engel, Frommer, Gaub, Gewith, Guckenberger, Heckl, Parkinson, und Rabe (1998). *Procedures in Scanning Probe Microscopies*: Fohn Wiley and Sons.
- [DASH 1956] Dash (1956). *Konferenzband: Dislocations and Mechanical Properties of Crystals*: John Wiley and Sons. Inc.
- [DEMKOWICZ und ARGON 2004] Demkowicz und Argon (2004). *High-density Liquidlike Components Facilitates Plastic Flow in a Model Amorphous Silicon System*: Physical Review Letters, Vol. 93.
- [DEMKOWICZ und ARGON 2005] Demkowicz und Argon (2005). *Liquidlike atomic environments act as plasticity carriers in amorphous silicon*: Physical Review B 72.
- [DIN 14577-1 2003] DIN 14577-1 (2003). *EN ISO 14577-1, Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter, Teil 1: Prüfverfahren*: Normenausschuss Materialprüfung, Deutsches Institut für Normung e.V.
- [DIN 14577-2 2002] DIN 14577-2 (2002). *EN ISO 14577-2, Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter, Teil 2: Prüfung und Kallibrierung der Prüfmaschine*. Technischer Bericht, Normenausschuss Materialprüfung, DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
- [DIN 14577-3 2002] DIN 14577-3 (2002). *EN ISO 14577-3, Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter, Teil 3: Kalibrierung von Referenzproben*. Technischer Bericht, Normenausschuss Materialprüfung, DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
- [DIN 6507-1 2006] DIN 6507-1 (2006). *EN ISO 6507-1, Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers, Teil 1: Prüfverfahren*. Technischer Bericht, Normenausschuss Materialprüfung, DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
- [DURST et al. 2005] Durst, Backes, und Göken (2005). *Indentation size effect in metallic materials: Correcting for the size of the plastic zone*: Scripta Materialia 52.
- [EVANS und HUTCHINSON 2008] Evans und Hutchinson (2008). *A critical assessment of the theory of strain gradient plasticity*: Acta materialia.

- [FABRIKANT 1989] Fabrikant (1989). *Application of Potential Theory in Mechanics, A Selection of New Results*: Kluwer Academic Publishers, Netherlands.
- [FALK und LANGER 1997] Falk und Langer (1997). *Dynamics of viscoplastic deformation in amorphous solids*: Physical Review E, Vol. 57.
- [FIELD und SWAIN 1993] Field und Swain (1993). *A simple predictive model for spherical indentation*: J. Mater. Res., Vol. 8.
- [FISCHER-CRIPPS 2000a] Fischer-Cripps (2000a). *A review of analysis methods for sub-micron indentation testing*: Vacuum 58.
- [FISCHER-CRIPPS 2000b] Fischer-Cripps (2000b). *Introduction to Contact Mechanics*: Springer-Verlag New York, Inc.
- [FISCHER-CRIPPS 2002] Fischer-Cripps (2002). *Nanoindentation*: Springer, New York.
- [FLECK und HUTCHINSON 1997] Fleck und Hutchinson (1997). *Strain gradient plasticity*: Advances in applied mechanics, Vol. 33.
- [FLECK et al. 1993] Fleck, Muller, Ashby, und Hutchinson (1993). *Straingradient Plasticity: theory and experiment*: Acta metall. mater., Vol 42.
- [FRITZ 2010] Fritz (2010). *Elektrostatistische Kräfte im AFM*: Universität Bremen.
- [FROST und ASHBY 1982] Frost und Ashby (1982). *Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*: Pergamon Press.
- [GADELRAH et al. 2012] Gadelrab, Bonilla, und Chiesa (2012). *Densification modeling of fused silica under nanoindentation.*: J. of Non-Crystalline Solids 358.
- [GAO et al. 1999] Gao, Huang, Nix, und Hutchinson (1999). *Mechanism-based strain gradient plasticity-I. Theory*: J. of Mech. and Phys. of Solids.
- [GAO et al. 2005] Gao, Jing, und Subhash (2005). *Two new expanding cavity models for indentation deformations of elastic strain-hardening materials.*: International Journal of Solids and Structures.
- [GERBERICH et al. 2002] Gerberich, Tymiak, Grunlan, Horstmayer, und Baskes (2002). *Interpretations of Indentation Size Effects*: J. Appl. Mech., Vol. 69.
- [GOLDSTEIN et al. 2003] Goldstein, Newbury, Joy, Lyman, Echlin, Lifshin, Sawyer, und Michael (2003). *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*: Springer.
- [GOTTSTEIN 2001] Gottstein (2001). *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*: Springer.
- [GREVE 2003] Greve (2003). *Kontinuumsmechanik, Ein Grundkurs*: Springer.
- [HAASE 2009] Haase (2009). *Mechanische Charakterisierung amorpher wasserstoffhaltiger Kohlenstoffschichten*: Diplomarbeit an der TU Chemnitz.

- [HANSON und JOHNSON 1993] Hanson und Johnson (1993). *The Elastic Field for Spherical Hertzian Contact of Isotropic Bodies Revisited: Some Alternative Expressions*: J. Tribology, Vol. 115.
- [HERBERT et al. 2006] Herbert, Oliver, und Pharr (2006). *On the measurement of yield strength by spherical indentation*: Philosophical Magazine, Vol. 86.
- [HERRMANN 2010] Herrmann (2010). *Das Konzept des effektiven Indenters für die Ermittlung des Elastizitätsmoduls und der Fließgrenze dünner Schichten*: Dissertation an der TU Chemnitz.
- [HERRMANN et al. 2003] Herrmann, Jennett, Kuypers, McEntegaart, Igelbrecht, Hangen, Chudoba, Pohlenz, und Menelao (2003). *Investigation of the properties of candidate reference materials suited for the calibration of nanoindentation instruments*: Z. Metallkd.
- [HERTZ 1881] Hertz (1881). *Über die Berührung fester elastischer Körper*: Journal für die reine und angewandte Mathematik.
- [HERZL 2006] Herzl (2006). *Crack propagation in glass coatings under expanding spherical contact*: J. Mech. Phys. Solids 54.
- [HILL 1950] Hill (1950). *The mathematical theory of plasticity*: Oxford classic texts in the physical science.
- [HILL et al. 1947] Hill, Lee, und Tupper (1947). *The theory of wedge indentation of ductile materials*: Proceedings of the royal society, A. 191.
- [HOWELL et al. 2007] Howell, Hellmann, und Muhlstein (2007). *Nanomechanical properties of commercial float glass*: J. of Non-Crystalline Solids 354.
- [HOWELL et al. 2008] Howell, Hellmann, und Muhlstein (2008). *Correlation between free volume and pile-up behavior in nanoindentation reference glasses*: Materials Letters 62.
- [HUANG et al. 2006] Huang, Zhang, Hwang, Nix, Pharr, und Feng (2006). *A model of size effects in nano-indentation*: J. Mech. Phys. Solids 54.
- [HUBER et al. 2006] Huber, Scherrer-Rudiy, Ullner, und Chudoba (2006). *Bestimmung von viskoplastischen Werkstoffparametern aus instrumentierten Eindringprüfungen unter Verwendung von neuronalen Netzen*: VDI-Berichte Nr. 1948.
- [HUTCHINSON 2000] Hutchinson (2000). *Plasticity at the micron scale*: Int. J. of Solids and Structures 37.
- [ISO/TR29381 2008] ISO/TR29381 (2008). *Technical Report: Metallic materials - Measurement of mechanical properties by an instrumented indentation test - Indentation tensile properties*: ISO.
- [JOHNSON 1970] Johnson (1970). *The correlation of indentation experiemnts*: J. Mech. Phys. Solids.

- [JOHNSON 1985] Johnson (1985). *Contact Mechanics*: Press syndicate of the university of Cambridge.
- [JUNG et al. 2004] Jung, Pajares, Banerjee, und Lawn (2004). *Strength of silicon, sapphire and glass in the subthreshold flaw region*: Acta Materialia.
- [KERMOUCHE et al. 2008] Kermouche, Barthel, Vadembrucq, und Dubujet (2008). *Mechanical modeling of indentation-induced densification in amorphous silica*: Acta Materialia 56.
- [KIM et al. 2007] Kim, Kang, Lee, Jang, Lee, und Kwon (2007). *Influence of surface-roughness on indentation size effect*: Acta Materialia 55.
- [KNOTHE und WESSELS 2008] Knothe und Wessels (2008). *Finite Elemente, Eine Einführung für Ingenieure*: Springer.
- [LABORBERICHT1 2012] Laborbericht1 (2012). *Laborbericht über die detaillierten Ergebnisse der durchgeführten Nanoindentationsexperimente und weiteren Untersuchungen an den gesammelten Materialien*: TUC, Physik fester Körper.
- [LANGE 2008] Lange (2008). *Densification of powder compacts: An unfinished story*: J. of the European Ceramic Society 28.
- [LEE et al. 2007] Lee, Fleury, Lee, Wakeda, und Shibutani (2007). *Origin of the plasticity in bulk amorphous alloys*: J. Mater. Res., Vol. 22.
- [LI et al. 2005] Li, Gong, Peng, und Miao (2005). *Indentation Size Effect in the Nano-hardness of Soda-Lime Glass*: Key Engineering Materials Vols. 280-283.
- [LODES et al. 2011] Lodes, Hartmaier, Göken, und Durst (2011). *Influence of dislocation density on the pop-in behavior and indentation size effect in CaF<sub>2</sub> single crystals: Experiments and molecular dynamics simulations*: Acta Materialia 59.
- [LORENZ 2001] Lorenz (2001). *Untersuchungen zur homogenen Versetzungsnukleation mittels Nanoindentation*: Dissertation an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg.
- [LÖSCH 2012] Lösch (2012). *Gemischte und einfache Parameteridentifikation mittels der Finiten-Elemente-Methode an Nanoindentationsmessungen*: Diplomarbeit am Institut für Physik der TU Chemnitz, Professur Physik fester Körper, <http://nbn-resolving.de/urn:nbn:de:bsz:ch1-qucosa-103795>.
- [MALZBENDER und WITH 2002] Malzbender und With (2002). *Indentation load-displacement curve, plastic deformation, and energy*: J. Mater. Res., Vol. 17.
- [MANG und HOFSTETTER 2004] Mang und Hofstetter (2004). *Festigkeitslehre*: Springer.
- [MARCHENKO und MISBAH 2011] Marchenko und Misbah (2011). *Model of plasticity of amorphous materials*: Physical Review E 84.
- [MARSH 1964] Marsh (1964). *Plastic flow in glass*: Proceedings of the royal society.

- [MATA und ALCALÁ 2003] Mata und Alcalá (2003). *Mechanical property evaluation through sharp indentations in elastoplastic and fully plastic contact regimes*: J. Mater. Res., Vol. 18, No. 7.
- [MATA et al. 2002] Mata, Anglada, und Alcalá (2002). *Contact deformation regimes around sharp indentations and the concept of the characteristic strain*: J. Mater. Res., Vol. 15, No. 5.
- [VON MISES 1913] von Mises (1913). *Mechanik der festen Körper im plastisch-deformablen Zustand.*: Straßburg i.E.
- [MOLNÁR 2010] Molnár (2010). *Investigations of nanoindentation data obtained by the combination of normal and mixed (normal and lateral) forces*: Dissertation an der TU Chemnitz.
- [MÜLLER und GROTH 1997] Müller und Groth (1997). *FEM für Praktiker*: Expert Verlag.
- [NANOSURF MANUAL 2008] Nanosurf manual (2008). *Nanosurf Nanite B manual*: Nanosurf, [www.schaefer-tec.com](http://www.schaefer-tec.com).
- [NG und NGAN 2008] Ng und Ngan (2008). *Breakdown of Schmid's law in micropillars*: Scripta Materialia 59.
- [NIX und GAO 1998] Nix und Gao (1998). *Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity*: J. Mech. Phys. Solids, Vol 46.
- [OLIVER und PHARR 1992] Oliver und Pharr (1992). *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*: J. Mater. Res., Vol. 7.
- [OLIVER und PHARR 2004] Oliver und Pharr (2004). *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology*: J. Mater. Res., Vol. 19.
- [PAGE et al. 1992] Page, Oliver, und McHargue (1992). *The deformation behavior of ceramic crystals subjected to very low load (nano)indentations*: J. mater. Res., Vol. 7.
- [PARK und PHARR 2004] Park und Pharr (2004). *Nanoindentation with spherical indenters: finite element studies of deformation in the elastic-plastic transition regime*: Thin Solid Films.
- [PEARSON et al. 1957] Pearson, Read, und Feldmann (1957). *Deformation and fracture of small silicon crystals*: Acta Metallurgica, Vol. 5.
- [PERRIOT et al. 2006] Perriot, Vadembroucq, Barthel, Martinez, Crosvalet, Martinet, und Champagnon (2006). *Raman Microspectroscopic Characterization of Amorphous Silica Plastic Behavior*: J. of the American Ceramic Society.
- [PHARR und BOLSHAKOV 2002] Pharr und Bolshakov (2002). *Understanding nanoindentation unloading curves*: J. Mater. Res.

- [PUSCHMANN et al. 2005] Puschmann, Schwarzer, Richter, Frühauf, und Schulz (2005). *A usable concept for the indentation of thin porous films*: Z. Metallkd.
- [QU et al. 2004] Qu, Huang, Nix, Jiang, Zhang, und Hwang (2004). *Indenter tip radius effect on the Nix-Gao relation in micro- and nanoindentation hardness experiments*: J. Mater. Res., Vol. 19.
- [RICHTER 2010] Richter (2010). *Untersuchungen zur Gültigkeit des Konzeptes des effektiv geformten Indenters bei Variation des Verhältnisses Elastizitätsmodul zu Fließgrenze*: Diplomarbeit, TUC, <http://nbn-resolving.de/urn:nbn:de:bsz:ch1-qucosa-66682>.
- [RIEG und HACKENSCHMIDT 2009] Rieg und Hackenschmidt (2009). *Finite Elemente Analyse für Ingenieure*: Hanser.
- [SAMUELS und MULHEARN 1957] Samuels und Mulhearn (1957). *An experimental investigation of the deformed zone associated with indentation hardness impressions*: J. Mech. Phys. Solids.
- [SCHNEIDER und SCHULTRICH 1996] Schneider und Schultrich (1996). *Dünne Schichten zerstörungsfrei prüfen: Schichtcharakterisierung mit laserinduzierten Oberflächenwellen*: MO, Metalloberfläche, Carl Hanser Verlag.
- [SCHWARZER 2000] Schwarzer (2000). *Arbitrary Load Distribution on a Layered Half Space*: Journal of Tribology, Vol. 122.
- [SCHWARZER 2004] Schwarzer (2004). *Elastic surface deformation due to indenters with arbitrary symmetry of revolution*: Journal of Physics D: Applied Physics.
- [SCHWARZER 2006] Schwarzer (2006). *The extended Hertzian theory and its uses in analyzing indentation experiments*: Philosophical Magazine.
- [SCHWARZER et al. 2006] Schwarzer, Chudoba, und Pharr (2006). *On the evaluation of stresses in coated materials during nanoindentation with sharp indenters*: Surface and Coatings Technology.
- [SCHWARZER und PHARR 2004] Schwarzer und Pharr (2004). *On the evaluation of stresses during nanoindentation with sharp indenters*: Thin Solid Films.
- [SCHWARZER et al. 1999] Schwarzer, Richter, und Hecht (1999). *The elastic field in a coated half-space under Hertzian pressure distribution*: Surface and Coatings Technology.
- [SHU et al. 2007] Shu, Lu, und Li (2007). *A systematic study of the validation of Oliver and Pharr's method*: J. Mater. Res., Vol. 22.
- [SNEDDON 1965] Sneddon (1965). *The relation between load and penetration in the axis-symmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*: Int. J. Engng. Sci.
- [STUDMAN et al. 1977] Studman, Moore, und Jones (1977). *On the correlation of indentation experiments*: J. Phys. D: Appl. Phys., Vol. 10.

- [SWADENER et al. 2002] Swadener, George, and Pharr (2002). *The correlation of indentation size effect measured with indenters of various shapes*: J. Mech. Phys. Solids 50.
- [TABOR 1951] Tabor (1951). *Hardness of Metals*: Oxford: University Press.
- [TANAKA und KOIWA 1996] Tanaka und Koiwa (1996). *Single-crystal elastic constants of intermetallic compounds*: Intermetallics, Vol. 4.
- [THO et al. 2004] Tho, Liu, Zeng, und Hua (2004). *Uniqueness of reverse analysis from conical indentation tests*: J. Mater. Res., Vol. 19.
- [TROYON und HUANG 2005] Troyon und Huang (2005). *Correction factor for contact area in nanoindentation*: J. Mater. Res., Vol. 20.
- [TSUI et al. 1995] Tsui, Oliver, und Pharr (1995). *Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part I. Experimental studies in an aluminium alloy*: J. Mater. Res.
- [TSURU und SHIBUTANI 2007] Tsuru und Shibutani (2007). *Anisotropic effects in elastic and incipient plastic deformation under (001), (110) and (111) nanoindentation of Al and Cu*: Physical review B 75.
- [TYULYUKOVSKIY und HUBER 2005] Tyulyukovskiy und Huber (2005). *Identification of viscoplastic material parameters from spherical indentation data: Part I. Neuronal networks*: J. Mater. Res. 21.
- [VALLE und VENUTI 1996] Valle und Venuti (1996). *High-pressure densification of silica glass: A molecular-dynamics simulation*: Physical Review B, Vol. 54.
- [VAN STEENBERGE et al. 2007] van Steenberge, Sort, Concustell, Das, Scudino, Surinach, Eckert, und Baro (2007). *Dynamic softening and indentation size effect in a Zr-based glass-forming alloy*: Scripta Materialia 56.
- [VLASSAK und NIX 1994] Vlassak und Nix (1994). *Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments*: J. Mech. Phys. Solids.
- [WALTER et al. 2007] Walter, Antretter, Daniel, und Mitterer (2007). *Finite element simulation of the effect of surface roughness on nanoindentation of film with spherical indenters*: Surface and Coatings Technology.
- [WILLNER 2003] Willner (2003). *Kontinuums- und Kontaktmechanik, Synthetische und analytische Darstellung*: Springer.
- [YOSHIDA et al. 2007] Yoshida, Sangleboef, und Rouxel (2007). *Indentation-induced densification of soda-lime silicate glass*: J. Mater. Res.
- [ZHANG und XU 2002] Zhang und Xu (2002). *Surface effects on nanoindentation*: J. Mater. Res., Vol. 17.



## Danksagung

Die Fertigstellung der vorliegenden Arbeit wäre ohne Hilfe und Unterstützung nicht möglich gewesen. Deswegen möchte ich im Folgenden allen Beteiligten meinen herzlichen Dank aussprechen.

Zu aller erst möchte ich Prof. Frank Richter dafür danken, dass ich die Möglichkeit hatte dieses interessante Thema zu bearbeiten sowie dafür, dass er sich erfolgreich dafür eingesetzt hat, dass ich dieses auch ordentlich abschließen konnte. Zudem danke ich ihm sehr für die zahl- und hilfreichen Diskussionen, die jahrelange Begleitung meiner wissenschaftlichen Tätigkeit an der Professur Physik fester Körper sowie für das Korrekturlesen und Begutachten der vorliegenden Dissertation.

Prof. Jörn Ihlemann von der Professur Festkörpermechanik der TU Chemnitz danke ich für die hilfreichen Gespräche und das Organisieren des jährlichen Doktorantenkolloquiums, auf dem viele sehr interessante Gespräche zustande gekommen sind. Zudem gilt ihm mein Dank für die Bereitschaft als Zweitgutachter die vorliegende Arbeit zu beurteilen.

Dr. Thomas Chudoba von der *ASMEC GmbH* möchte ich für die vielen hilfreichen Fachgespräche, die ständige Bereitschaft aufgetretene Fragen zu klären, die Unterstützung bei der Wartung des UNAT-Nanoindenters, das kostenfreie Bereitstellen der Software *Elastica* und *IndentAnalyzer* sowie auch für das zeitaufwendige fachliche Korrekturlesen des Manuskriptes sehr herzlich danken.

Weiterhin möchte ich Dr. Norbert Schwarzer für den fachlichen Austausch, speziell in der Anfangsphase meiner Beschäftigung mit dem Konzept des effektiv geformten Indenters sowie für die kostenfreie Bereitstellung der Software *Oliver and Pharr for Coatings* meinen Dank aussprechen.

Bei Dr. Matthias Herrmann möchte ich mich für die zahlreichen Fachgespräche und die langjährige gute Zusammenarbeit an der Professur bedanken.

Des Weiteren gilt mein Dank auch Sören Lösch und dem viel zu früh verstorbenen Kenneth Richter, die im Rahmen ihrer Diplomarbeiten wertvolle Beiträge für die vorliegende Arbeit geleistet haben und ohne die die Arbeit in diesem Umfang nicht möglich gewesen wäre. Auch Adrian Schütze, Franziska Schmieder, Tobias Sack und Marcus Schindler danke ich für die wertvolle Unterstützung im Rahmen ihrer Tätigkeiten als wissenschaftliche Hilfskräfte. Genannt seien da vor allem die zeit- und geduldraubenden manuellen Optimierungsprozesse des EHA, die ich ohne die Unterstützung von Adrian Schütze und Kenneth Richter in dem Umfang nicht hätte fertig stellen können.

Karla Muhr und Christel Gläser vom Metallografielabor der Professur Verbundwerkstoffe der TU Chemnitz möchte ich für deren umfangreiche Hilfe bei der Probenpräparation und der Auswertung der lichtmikroskopischen Untersuchungen danken.

Für die Durchführung der SAW-Messungen bedanke ich mich sehr bei Dr. Schneider vom Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik in Dresden und für die Durchführung der Minidruckversuche bei Herrn Fritsch von der Professur Werkstofftechnik der TU Chemnitz.

Mein Dank geht außerdem an das internationale Graduiertenkolleg (*International Research and Training Group*, IRTG) '*Materials and Concepts for Advanced Interconnects*' der DFG und des *Chinese Ministry of Education* für die finanzielle Unterstützung der ersten drei Jahre meiner Forschung und der Ermöglichung des Forschungsaufenthaltes in China.

Da ein gutes Arbeitsumfeld wichtig für das Gelingen einer Promotion ist, möchte ich besonders auch der gesamten Professur für Physik fester Körper danken. Speziell genannt seien hier Sylvia Nendel, Katarina Böhm, Thomas Weber, Dr. Hartmut Kupfer und Dr. Siegfried Peter. Vielen Dank für die angenehme Zeit an der Professur.

Für das geduldige und detaillierte Korrekturlesen sowie auch die weitergehende Unterstützung möchte ich mich sehr bei Franziska Schmieder bedanken. Ebenso bedanke ich mich für das Korrekturlesen meiner Dissertation bei Jana König, Georg Spindler und Annett Schudeja.

Abschließend möchte ich mich bei meinen Eltern und meinem Bruder für den familiären Rückhalt bei meinem jetzt schon langjährigen akademischen Bildungsweg bedanken.

*Vielen Dank allen Beteiligten!*

*André Clausner*