



universität
wien

DIPLOMARBEIT

Titel der Diplomarbeit

Ermüdungsverhalten von hochdruck-tordiertem Kupfer

angestrebter akademischer Grad

Magistra der Naturwissenschaften (Mag. rer.nat.)

Verfasserin:	Jelena Maria Horky
Matrikel-Nummer:	0206056
Studienrichtung (lt. Studienblatt):	Diplomstudium Physik
Betreuer:	Ao. Univ. Prof. Dr. Michael Zehetbauer

Wien, am 9. 12. 2008

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Problemstellung	3
2. Grundlagen	5
2.1. Severe Plastic Deformation (SPD)	5
2.1.1. SPD-Methoden	6
2.1.2. Struktur SPD-verformter Materialien	8
2.1.3. Eigenschaften SPD-verformter Materialien	9
2.2. Materialermüdung	11
2.2.1. Lebensdauerkurven	11
2.2.2. Mikroskopische Prozesse	15
2.3. Ermüdungsbruchverhalten von SPD-Materialien	20
2.3.1. Lebensdauerkurven	21
2.3.2. Mikrostrukturentwicklung und Schädigungsmechanismen	23
2.3.3. Reinheit	25
2.3.4. Wärmebehandlung	26
3. Experimentelle Durchführung	27
3.1. Probenpräparation und Probengeometrie	27
3.2. Ultraschallresonanzsystem	31
3.2.1. Schallwellen in Festkörpern	31
3.2.2. Aufbau und Funktionsweise eines Ultraschallresonanzsystems zur Wechselbelastung	32
3.2.3. Adaption für kleine Probengeometrie	34
3.2.4. Kalibrationsmessungen, Spannungsbestimmung und Fehlerabschätzung	36
3.3. Rasterelektronenmikroskopie	39
3.4. Weitere Untersuchungen	40
3.4.1. Mikrohärte	40
3.4.2. Zugversuche	41
4. Ergebnisse und Diskussion	43
4.1. Materialcharakterisierung	43
4.1.1. Mechanische Kennwerte	43
4.1.2. Korngröße	43
4.2. Lebensdauerkurven	46
4.3. Rissverlauf	50
4.4. Mikrostrukturentwicklung	56
5. Zusammenfassung & Schlussfolgerungen	61
Literatur	63

Anhang	
A. Probengeometrie	69
B. Messwerte	71

1. Einleitung und Problemstellung

Ein großer Wunsch der Materialwissenschaften sind Materialien, die eine große Festigkeit bei gleichzeitiger Duktilität besitzen, also belastbar sind und trotzdem nicht spröde. Materialien mit dieser Kombination eigentlich konträrer Eigenschaften lassen sich in massiver Form durch eine sehr starke plastische Verformung unter hohem hydrostatischem Druck erzeugen (Severe Plastic Deformation – SPD). Sie besitzen eine sehr geringe Korngröße im Submikrometerbereich, einen hohen Anteil an Großwinkelkorn-
grenzen und eine hohe Defektdichte.

Für eine technische Anwendung eines Materials ist es nicht nur wichtig, zu wissen, wie es sich bei einer monotonen Belastung verhält, wie sie z.B. im Zugversuch vorliegt, sondern auch das Verhalten bei zyklischer Belastung – also die Ermüdungseigenschaften – zu kennen. Materialermüdung bedeutet, dass ein Bauteil eine einmalige Belastung mit einer gewissen Spannung zwar aushält, es aber zu mikrostrukturellen Änderungen kommt, die bei einer oftmaligen Belastung zur Bildung von Rissen und sogar zum völligen Bruch führen können.

Bisherige Veröffentlichungen von Ermüdungsuntersuchungen an nanostrukturierten Materialien, die durch Equal Channel Angular Pressing (ECAP) hergestellt wurden, bestätigen, dass die erhöhte Festigkeit von ultrafeinkörnigen Metallen auch zu höheren Lebensdauern im Bereich hoher Zyklenzahlen und geringer Dehnungsamplitude führt.

Durch High Pressure Torsion (HPT) lassen sich noch geringere Korngrößen als durch ECAP erzeugen, allerdings ist es bisher noch nicht möglich, die Ausmaße der scheibenförmigen Proben deutlich über einen Zentimeter Durchmesser zu erhöhen. Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften solcher Proben sind deshalb meist nicht einfach und so wurden auch noch nie die Ermüdungseigenschaften von HPT-verformten Materialien untersucht.

Dies war die Aufgabenstellung dieser Diplomarbeit. Als Material wurde reines Kupfer gewählt, da es sich dabei um ein besonders gut erforschtes Metall handelt. Mit Hilfe eines Ultraschallresonanzsystems sollten Lebensdauer-Kurven (Spannungsamplitude gegen Lastzyklenzahl bis zum Bruch) aufgenommen werden. Zusätzliche Untersuchungen der Mikrostruktur ermüdeter Proben und des Rissverlaufs sollten Rückschlüsse auf die Schädigungsmechanismen zulassen.

Die Arbeit ist in drei Abschnitte gegliedert: Das Kapitel „Grundlagen“ bietet eine Übersicht über die Methoden und Eigenschaften von Severe Plastic Deformation, allgemeine Information zur Materialermüdung sowie eine Zusammenfassung bisher publi-

zierter Arbeiten über das Ermüdungsverhalten von ECAP-verformtem Kupfer.

Im Kapitel „Experimentelle Durchführung“ ist die Probenpräparation sowie der Versuchsaufbau und -ablauf detailliert beschrieben.

Das Kapitel „Ergebnisse und Diskussion“ schließlich präsentiert die Ergebnisse (Lebensdauerkurven sowie Rissverlaufs- und Mikrostrukturuntersuchungen), setzt sie zueinander in Verbindung und vergleicht mit verfügbarer Literatur.

Am Ende folgt eine Zusammenfassung.

2. Grundlagen

2.1. Severe Plastic Deformation (SPD)

Eine Möglichkeit, um Materialien härter zu machen, ist, sie plastisch zu verformen und damit die Korngröße zu verringern. Korngrenzen wirken als Barriere für die Bewegung von Versetzungen, bei einer Belastung des Materials kommt es zu einem Aufstau der Versetzungen an den Korngrenzen. Der Hall-Petch-Beziehung nach ist die Streckgrenze σ_k umgekehrt proportional zur Korngröße d :

$$\Delta\sigma_k = k_y \cdot d^{-1/2} \quad (2.1)$$

Der Proportionalitätsfaktor (Korngrenzenwiderstand) k_y ist eine empirische Materialkonstante, die in weiten Grenzen vom Verformungsgrad, von der Temperatur und von der Dehngeschwindigkeit unabhängig ist [1].

Unter dem Begriff „Severe Plastic Deformation“ (SPD) versteht man nun Verfahren, die ein Material sehr stark plastisch verformen, dabei jedoch die ursprüngliche Form der Probe annähernd unverändert lassen. Im Unterschied zu konventioneller Verformung (z.B. Kompression, Torsion, Walzen) können sehr kleine Korngrößen im Submikrometerbereich erreicht werden und es entsteht ein höherer Anteil an Großwinkelkorngrenzen. Zusätzlich ist die Defektdichte sehr hoch.

Bei der Verformung wird auf die Probe ein hydrostatischer Druck ausgeübt, wodurch die Bildung von Rissen verhindert wird. Sie kann bei geringer homologer Temperatur sehr stark verformt werden, sodass Korngrößen im Submikrometer- und sogar Nanometerbereich möglich sind. Der hohe hydrostatische Druck beschränkt zusätzlich die Diffusion und damit die Annihilation von Defekten, wodurch höhere Defektdichten im Material erreicht werden können [2]. Im Unterschied zu einer gewöhnlichen Kaltumformung wird bei den SPD-Methoden ein freies plastisches Fließen der Probe verhindert [3].

Ist die Korngröße eines Materials kleiner als 1 μm , so nennt man es ultrafeinkörnig, ist sie sogar geringer als 100 nm, nanokristallin.

SPD-verformte Materialien besitzen zwar meist eine Korngröße von einigen hundert Nanometern, wegen der gewöhnlicherweise vorhandenen Substruktur und der durch Röntgenbeugung bestimmten mittleren Kristallitgröße (coherent scattering domains), die meist kleiner als 100 nm sind, spricht man üblicherweise jedoch von einer Nanostruktur [4].

Im Vergleich zu weiteren Methoden, nanostrukturierte Materialien herzustellen (z.B. Kondensation aus der Gasphase, elektrolytische Abscheidung, siehe [5]), haben SPD-Methoden einige Vorteile. Der bedeutendste ist wohl die größere Dimensionierung der

Proben, die vor allem bei Equal Channel Angular Pressing (ECAP) eine größere Bandbreite an praktischen Anwendungen erlaubt. Weiters sind die Materialien nicht porös und werden durch das Verfahren nicht verunreinigt (beides oft ein Problem bei Kugelmahlen mit anschließender Konsolidierung).

Wichtigste Eigenschaften der SPD-Methoden sind eine gleichmäßige Verformung des gesamten Probenvolumens, bei der hauptsächlich Großwinkelkorngrenzen entstehen, und die Vermeidung von mechanischen Schäden oder Rissen [4].

Die geringe Korngröße sowie die hohe Defektdichte als Resultat der SPD-Verformung begründen die außergewöhnlichen Eigenschaften der so erzeugten Materialien – dies ist häufig eine erhöhte Festigkeit bei gleichzeitig guter Duktilität.

2.1.1. SPD-Methoden

High Pressure Torsion

High Pressure Torsion (HPT) – zu Deutsch Hochdrucktorsion – bezeichnet ein Verfahren, bei dem eine scheibchenförmige Probe zwischen zwei Stempeln durch Scherung verformt wird, siehe Abb. 1. Die Probe befindet sich dabei unter hydrostatischem Druck im GPa-Bereich, einer der Stempel wird gedreht und die Oberflächenreibung zwischen den Stempeln und der Probe sorgt für eine Scherung des Materials.

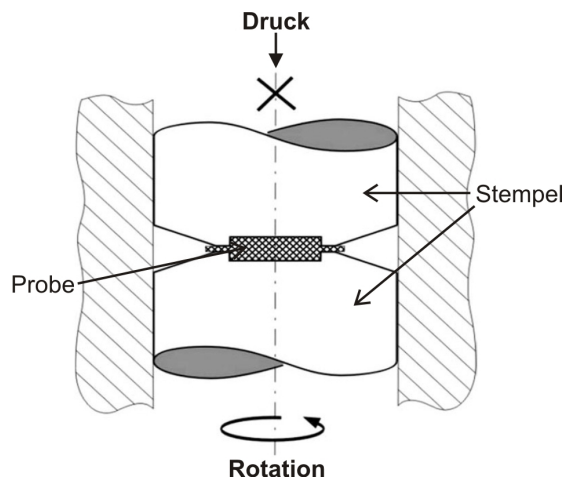


Abbildung 1: Skizze der High Pressure Torsion - Apparatur, nach [6].

Die Dehnung kann, da es sich um eine reine Scherung handelt, folgendermaßen berechnet werden:

$$\gamma = \frac{2\pi \cdot N \cdot r}{h} \quad (2.2)$$

Dabei ist N die Zahl der Umdrehungen, r der Radius und h die Höhe der Probe. Die Dehnung ist also linear vom Radius abhängig. Dieses Verhalten kann experimentell bestätigt werden, solange es neben der Scherung nicht zu einer starken Kompression der Probe kommt und die Achsen der beiden Stempel zueinander ausgerichtet sind [7].

Der hydrostatische Druck verhindert zusätzlich, dass die Probe zwischen den Stempeln nicht rutscht oder auseinander bricht, wodurch sehr große plastische Verformungen möglich sind.

Eine umfassende Studie der Mikrostruktur von bei Raumtemperatur HPT-verformtem Kupfer (Reinheit 99.99%) [6] brachte folgende Ergebnisse: bei zunehmender Scherung kommt es zu einer zunehmenden Verfeinerung der Mikrostruktur bis zu einem stationären Zustand (~ 250 nm). Dieser tritt in axialer Beobachtungsrichtung ab einer Dehnung von $\gamma \approx 10$ und in radialer Richtung ab $\gamma \approx 30$ auf. Bei zunehmender Verformung nimmt auch die relative Anzahl der Großwinkelkorngrenzen zu, in radialer Beobachtungsrichtung existiert eine langgezogene Form der Körner.

Ein höherer hydrostatischer Druck während der Verformung führt zu einer kleineren Korngröße im Sättigungsbereich (untersucht wurden 0.8 und 8 GPa [6]), während eine erhöhte Temperatur den gegenteiligen Effekt hat.

Equal Channel Angular Pressing

Beim Equal Channel Angular Pressing - Verfahren (ECAP) wird eine zylinderförmige Probe durch einen (meist um 90°) geknickten Kanal gepresst und dabei durch Scherung verformt, siehe Abb. 2. Der Querschnitt bleibt unverändert, wodurch es möglich ist, eine Probe mehrmals zu verformen. Jeder Durchlauf erhöht die Festigkeit des Materials, bis es zu einer Sättigung kommt. Schwer verformbare Materialien müssen oft bei erhöhter Temperatur gepresst werden.

Je nachdem, ob und wie die Probe nach jedem Durchlauf um ihre Längsachse gedreht wird, ergibt sich eine unterschiedliche Mikrostruktur [8]. Nach einer Pressung erhält man eine Bandstruktur mit Subkörnern, die durch Kleinwinkelkorngrenzen getrennt sind. Wird die Probe zwischen den Durchläufen nicht gedreht (als Route A bezeichnet), so ist diese Struktur auch nach vier Pressungen noch erkennbar – die Körner haben eine langgestreckte Form.

Bei einer Drehung um 90° zwischen den einzelnen Durchläufen (Route B) ändert sich die Scherebene um 120° , nach drei Durchläufen haben die Proben eine gleichachsig Kornstruktur.

Dreht man die Probe um 180° (Route C), so führt dies zu einer Scherung in der selben Ebene, jedoch in entgegengesetzter Richtung [4]. Hier ist die oben erwähnte Bandstruktur nach zwei Pressungen besonders ausgeprägt. Nach vier Pressungen ergibt sich eine ähnliche Struktur wie bei Verwendung von Route A [8].

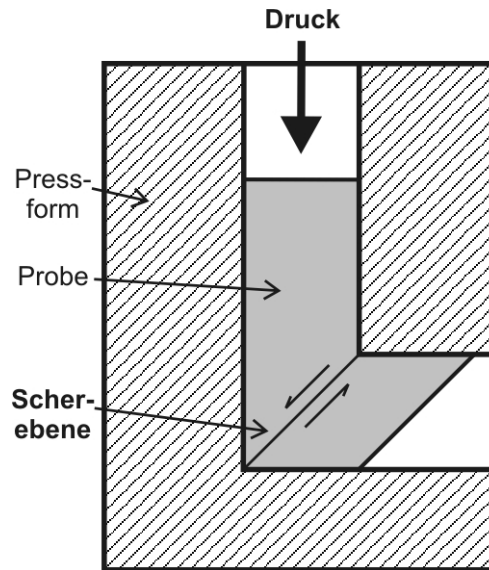


Abbildung 2: Skizze des Equal Channel Angular Pressing - Verfahrens.

Eine besonders homogene Struktur mit vielen Großwinkelkorngrenzen ergibt sich bei Route B, wenn die Probe nach jedem Durchlauf immer in die selbe Richtung gedreht wird (Route B_C) [9].

Verglichen mit HPT sind die durch ECAP verformten Materialien weniger feinkörnig, dafür können größere Proben hergestellt werden.

2.1.2. Struktur SPD-verformter Materialien

Wie schon erwähnt, besitzen SPD-verformte Materialien im Allgemeinen eine Korngröße im Submikrometerbereich und einen hohen Anteil an Großwinkelkorngrenzen. Im Elektronenmikroskop haben diese Korngrenzen einen welligen Charakter, der auf ihren Nichtgleichgewichtszustand hinweist. Die Defektdichte in den Korngrenzen ist sehr hoch und führt zu langreichweitigen elastischen Spannungen im Inneren der Körner. Diese Spannungen sind in unmittelbarer Nähe der Korngrenzen maximal und führen zu einer Verzerrung des Kristallgitters [4].

Wegen der geringen Korngröße bilden die Korngrenzen einen wesentlichen Volumanteil der Probe.

Bei einer hohen Versetzungsdichte ist eine zufällige Anordnung der Versetzungen energetisch nicht mehr günstig, im Inneren der kleinen Körner finden sich deshalb nur noch sehr wenige Versetzungen, die meisten befinden sich in den Korngrenzen [4].

Da die Kristallitgrenzen meist nicht klar ausgeprägt sind, spricht man anstatt von Körnern oft von Zellen, Fragmenten oder einer Substruktur.

Der Nichtgleichgewichtszustand der Korngrenzen führt dazu, dass SPD-verformte Materialien, vor allem reine Metalle, eine geringe thermische Stabilität aufweisen und Kornwachstum schon bei einer homologen Temperatur von $0.4 T_m$ (T_m ... Schmelztemperatur) oder sogar darunter auftritt. Früher schon kommt es zu einem Abbau der internen Spannungen [4].

Zum Beispiel zeigt HPT-verformtes Kupfer (Reinheit 99.99%) mit einer Korngröße von ca. 250 nm eine starke Abnahme der Mikrohärtigkeit und Kornwachstum ab einer Glühtemperatur von $0.3 T_m$ (Dauer 1 Stunde). Die Versetzungsdichte hat bei dieser Temperatur schon stark abgenommen [10].

2.1.3. Eigenschaften SPD-verformter Materialien

Durch den erhöhten Volumensanteil der Korngrenzen und deren Nichtgleichgewichtszustand, der zu einer Verzerrung des Kristallgitters führt, kommt es bei SPD-verformten Materialien zu Änderungen grundlegender – der Kristallstruktur eines Materials entsprechender – Materialeigenschaften [4].

Ultrafeinkörnige Materialien besitzen geringere Sättigungsmagnetisierungen sowie niedrigere Curie- und Debye-Temperaturen [4]. Außerdem ist die Diffusionsrate größer, Atome diffundieren vor allem entlang der Korngrenzen, da dort das Kristallgitter aufgeweitet ist (z.B. Cu in Ni, siehe [4]).

Alle diese Werte nähern sich jedoch beim Ausheilen des Materials den Werten bei konventioneller Korngröße an.

Wichtig sind auch die mechanischen Eigenschaften. Ultrafeinkörnige Materialien besitzen eine höhere Festigkeit im Vergleich zu grobkörnigem Material. Zum Beispiel wurde an ECAP-verformtem Kupfer eine sehr hohe Streckgrenze von ca. 400 MPa gemessen [4]. Eine weitere, sehr interessante Eigenschaft der SPD-Methoden ist, dass die so verformten Materialien eine größere Duktilität besitzen, als durch konventionelle Verformungsmethoden (z.B. durch Walzen) hergestellte Materialien mit vergleichbarer Streckgrenze [11], siehe auch Abb. 3. Unter Umständen besitzen SPD-Materialien eine wirklich exzellente Duktilität, die bei höherer Verformung ansteigt und nur wenig geringer ist als die des grobkörnigen, geglühten Materials – jedoch bei deutlich höherer Festigkeit [12].

An verschiedenen nanostrukturierten Legierungen wurde Superplastizität gemessen (reine nanostrukturierte Metalle besitzen dafür eine zu geringe Temperaturbeständigkeit), sie tritt bei zum Teil wesentlich niedrigeren Temperaturen und höheren Dehngeschwindigkeiten als bei grobkörnigen Proben auf [4, 13, 14].

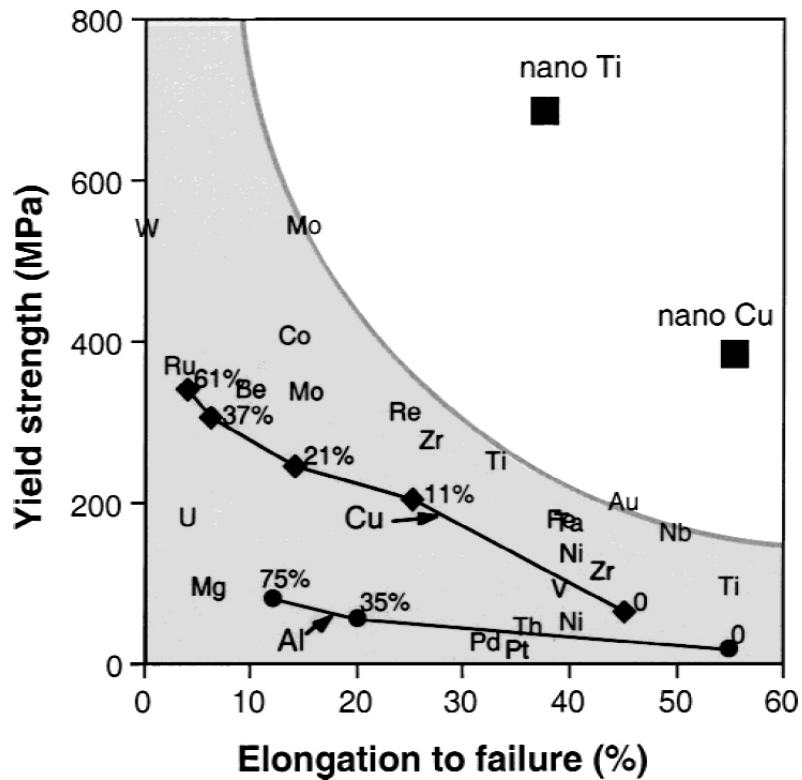


Abbildung 3: Vergleich von Streckgrenze (yield strength) und Bruchdehnung (elongation to failure) verschiedener Metalle. Kaltwalzen (durchgezogene Linien) erhöht zwar die Streckgrenze, beeinträchtigt jedoch die Duktilität stark. Durch SPD hergestellte, nanostrukturierte Materialien kombinieren eine hohe Streckgrenze mit guter Duktilität [12].

2.2. Materialermüdung

Ein Ermüdungsriss kann entstehen, wenn ein Material zyklischen externen Kräften ausgesetzt ist. Dabei kann es zu einem kompletten Bruch kommen, obwohl während einem Großteil der Zyklen keine Schäden festgestellt werden können. Die Spannung kann dabei so gering sein, dass bei einer einmaligen Anwendung gar keine Änderung der Mikrostruktur festgestellt werden kann. Die Verformung ist jedoch nie rein elastisch, ein – wenn auch geringer – Teil ist plastisch. Die wiederholte Anwendung dieser kleinen plastischen Verformung führt jedoch zu irreversiblen Änderungen in der Mikrostruktur, die am Ende zum Bruch führen können [15].

2.2.1. Lebensdauerkurven

Spannungskontrollierte Lebensdauerkurve

Bei Ermüdungsuntersuchungen an Eisenbahnachsen führte August Wöhler in den 1860er Jahren die bis heute gebräuchliche Darstellung ein, bei der die Spannungsamplitude gegen die Anzahl der Zyklen bis zum Bruch aufgetragen wird. Üblicherweise wird die Zyklenzahl in logarithmischer Skala dargestellt. Diese Form der Auftragung wird Wöhler-Kurve oder auch S/N-Plot genannt.

Belastet man glatte Proben homogen im Zug-Druck-Versuch, so eignet sich diese gemessene Kurve gut zur Materialcharakterisierung. Ein allgemeines Beispiel ist in Abb. 4 zu sehen.

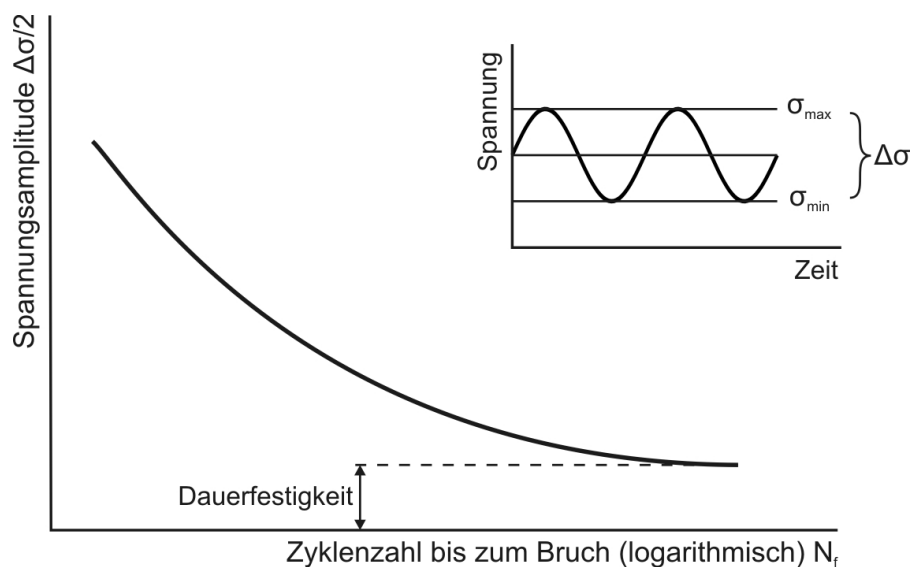


Abbildung 4: Allgemeines Beispiel einer Wöhler-Kurve eines Materials mit Dauerfestigkeit.

Wird eine Probe zyklisch mit einer Spannung belastet, die nur wenig unter der Bruchfestigkeit des Materials liegt, so kommt es zu einem quasistatischen Bruch, der noch keine Eigenschaften des Ermüdungsbruchs aufweist. Erst bei niedrigeren Spannungen kommt es zu typischen Ermüdungserscheinungen.

Allgemein bezeichnet man den Bereich zwischen 10^2 und 10^5 Spannungszyklen bis zum Bruch des Materials als Kurzzeitschwingfestigkeit, den Bereich höherer Zyklenzahlen als Zeitschwingfestigkeit, im Englischen als Low Cycle Fatigue (LCF) und High Cycle Fatigue (HCF). Flachet die Ermüdungskurve nun so ab, dass es unter einer gewissen Spannung zu keinem Bruch kommt, so nennt man diese Grenzspannung Dauerfestigkeit (fatigue limit). Gibt es keine klare Grenze, so wird die Dauerfestigkeit je nach den an das Material gestellten Anforderungen und den experimentellen Möglichkeiten definiert (z.B. 5×10^7) [15].

Zwischen den beiden genannten Bereichen gibt es zwar keinen qualitativen Unterschied der Verformung, für die Lebensdauer ist im Low Cycle Fatigue allerdings die Festigkeit gegenüber zyklischer plastischer Dehnung, also die Duktilität eines Materials, von größerer Bedeutung. Im Bereich hoher Zyklenzahlen und kleiner Belastungsamplituden zeigen Materialien mit höherer Bruchspannung besseres Ermüdungsverhalten. Materialien mit höherer Festigkeit sind jedoch meist spröde, dadurch ist es schwierig, das Ermüdungsverhalten eines Werkstoffes im gesamten Bereich möglicher zyklischer Belastungen zu optimieren.

Eine Methode, noch höhere Zyklenzahlen zu erreichen, ist die Verwendung eines Ultraschallresonanzsystems. Bei einer Frequenz von 20 kHz (Ultraschallbereich) sind 10^9 Zyklen in weniger als 14 Stunden möglich, auch ein Versuch über 10^{10} Zyklen ist innerhalb einer Woche durchführbar.

Der Bereich der Wöhler-Kurve mit Zyklenzahlen größer als 10^8 Zyklen wird oft als Ultrahigh Cycle Fatigue (UHCF) bezeichnet, am Charakter der Verformung ändert sich allerdings nichts [16].

Die hier betrachtete Gesamtlebensdauer einer Probe ist natürlich die Summe der Zyklen bis zur Rissbildung und der Zyklen, die der Riss benötigt, um sich bis zum endgültigen Bruch auszubreiten. Vor allem der erste Teil hängt stark von der Oberflächenbeschaffenheit bzw. Oberflächenpräparation ab und kann bei scharf gekerbten Proben sogar gegen null gehen. Auch kleinere Oberflächenrauigkeiten sind Orte der Spannungskonzentration, an denen sich Mikrorisse leichter bilden können. Ebenso haben bei der Herstellung entstehende Restspannungen negative Auswirkungen auf das Ermüdungsverhalten eines Materials (signifikant bei niedrigeren Spannungsamplituden und besonders schädlich, wenn es sich um Rest-Zugspannungen handelt) [17].

Betrachtet man ein Material im Zug-Druck-Versuch nicht mit einer mittleren Spannung von null, so beeinflusst auch diese Spannungsasymmetrie das Ermüdungsverhalten der Probe. Oft wird der Wert des Spannungsverhältnisses (R) angegeben:

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad (2.3)$$

Die Wöhler-Kurve lässt sich über einen weiten Bereich mit einem Potenzgesetz beschreiben (Basquin-Gesetz) [17]:

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = \sigma'_f (2N_f)^b \quad (2.4)$$

$\Delta\sigma/2$ ist die Spannungsamplitude (mit $\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$), $2N_f$ die Lastwechselzahl bis zum Bruch, σ'_f nennt man den Ermüdungsfestigkeitskoeffizienten. Bei diesem gibt es eine gewisse Analogie zur Bruchspannung – jedoch keine eindeutige Korrelation [15]. b wird als Ermüdungsfestigkeitsexponent bezeichnet (meist zwischen -0.05 und -0.12 [17]). σ'_f sowie der Exponent b müssen experimentell bestimmt werden.

Spannungskonzentrationen

Eine abrupte Änderung des Querschnitts entlang des Probenkörpers bewirkt eine lokale und inhomogene Veränderung sowohl der Spannung als auch der Dehnung. Diese Spannungserhöhung ist an der Oberfläche am größten, das heißt genau dort, wo Ermüdungsrisse meist entstehen. Das Ermüdungsverhalten einer Probe reagiert also empfindlich auf Kerben.

Die dreidimensionale Spannungsverteilung rund um eine Kerbe kann aus der Elastizitätstheorie berechnet werden, meistens gibt man jedoch nur die Spannungskonzentration entlang der Belastungsachse an (diese ist auch am größten). Ein Beispiel ist in Abb. 5 zu sehen.

Der theoretische Spannungskonzentrationsfaktor K_t gibt das Verhältnis zwischen der Spannung, die am Kerbgrund vorherrscht (σ_{Kerbe}), zur nominalen Spannung im Fernbereich ($\sigma_{nominal}$) an [15]. Er ist nur abhängig von der Kerbgeometrie und der Belastungsform (Zug, Biegung, Torsion) und kann in verschiedenen Handbüchern nachgeschlagen werden, z.B. [18].

$$K_t = \frac{\sigma_{Kerbe}}{\sigma_{nominal}} \quad (2.5)$$

Bei Ermüdungsversuchen wird dieser aus der Elastizitätstheorie berechnete Faktor durch den Ermüdungskerbefaktor K_f ersetzt, dieser gibt das experimentell bestimmte Verhältnis der Dauerfestigkeiten von gekerbten zu ungekerbten Proben an. Er ist generell kleiner als der theoretische Faktor und nähert sich diesem bei großen Kerbradien und Materialien hoher Festigkeit an [17].

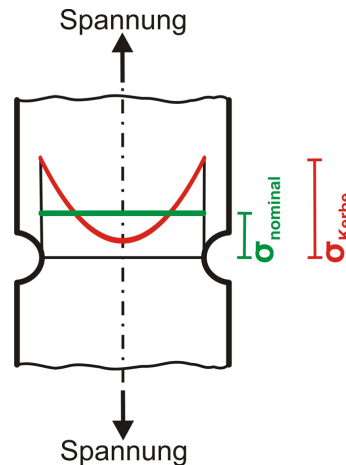


Abbildung 5: Spannungsverteilung um eine Kerbe.

Außerdem haben verschiedenste Experimente folgende Tendenzen gezeigt [19]:

- bei kleinen Werten von K_t kann K_f gleich K_t sein, ist meistens aber etwas niedriger
- unterschiedliche Geometrien, die denselben K_t -Wert ergeben, können unterschiedliche K_f -Werte bewirken
- bei hohen Werten von K_t ist K_f oft viel geringer als K_t
- bei einem bestimmten Material und einer bestimmten Kerbengeometrie gibt es einen bestimmten K_t -Wert, bei dem K_f ein Maximum erreicht, höhere Werte von K_t erhöhen K_f nicht mehr.

Das Verhältnis zwischen theoretischem Spannungskonzentrationsfaktor und experimentell bestimmtem Ermüdungskerbefaktor wird als Kerbempfindlichkeit (q) bezeichnet:

$$q = \frac{K_f - 1}{K_t - 1} \quad (2.6)$$

Sie variiert zwischen 0 und 1, wobei 0 kein Einfluss der Kerben (bzw. $K_f = 1$) und 1 voller theoretisch berechneter Einfluss (bzw. $K_f = K_t$) bedeutet. Allerdings ist q keine Materialkonstante.

Dehnungskontrollierte Lebensdauerkurve

Ermüdungstests können entweder bei konstanter Spannungsamplitude oder konstanter Amplitude der totalen oder plastischen Dehnung durchgeführt werden.

Im Jahre 1954 fanden Coffin und Manson unabhängig voneinander einen linearen Zusammenhang zwischen dem Logarithmus der plastischen Dehnungsamplitude und dem Logarithmus der Lastwechselzahl bis zum Bruch [17]:

$$\frac{\Delta \epsilon_{pl}}{2} = \epsilon'_f (2N_f)^c \quad (2.7)$$

$\Delta\varepsilon_{pl}/2$ ist die plastische Dehnungsamplitude, ε'_f wird als Ermüdungsduktilitätskoeffizient bezeichnet und ist in der selben Größenordnung wie die Bruchdehnung im Zugversuch [15], c ist ebenfalls materialabhängig und wird Ermüdungsduktilitätsexponent genannt (er liegt meist im Bereich zwischen -0.5 und -0.7 [17]). $2N_f$ ist die Lastwechselzahl bis zum Bruch.

Da die Gesamtdehnung die Summe aus plastischer und elastischer Dehnung ist und die elastische Dehnung über das Hook'sche Gesetz bzw. den Elastizitätsmodul mit der Spannung verbunden ist, kann man unter Verwendung von Gl. 2.4 und 2.7 schreiben:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\Delta\varepsilon_{el}}{2} + \frac{\Delta\varepsilon_{pl}}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} + \frac{\Delta\varepsilon_{pl}}{2} = \frac{\sigma'_f}{E}(2N_f)^b + \varepsilon'_f(2N_f)^c \quad (2.8)$$

Im Bereich niedrigerer Bruchzyklenzahlen beherrscht die plastische Dehnung das Ermüdungsverhalten der Probe, die Duktilität des Materials ist also ausschlaggebend, während bei längeren Lebensdauern die elastische Dehnung und die Bruchfestigkeit des Materials entscheidend sind, siehe Abb. 6.

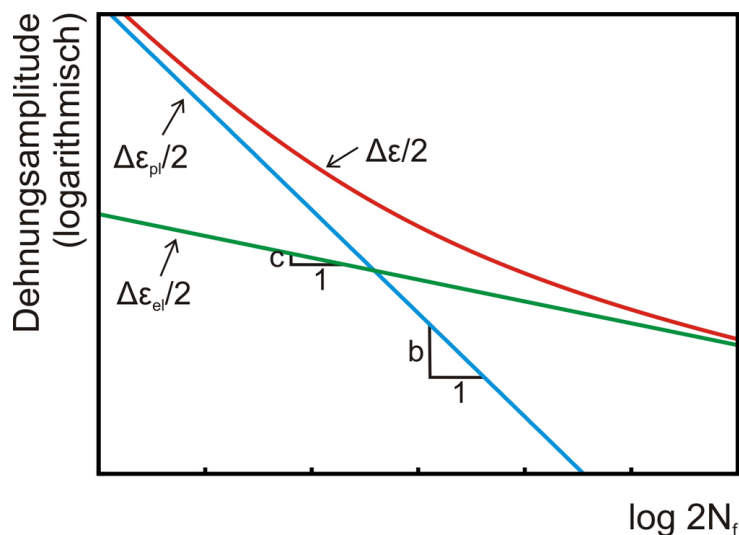


Abbildung 6: Die gesamte Dehnungsamplitude (rote Linie) als Summe der elastischen (grüne Linie) und der plastischen Dehnung (blaue Linie).

2.2.2. Mikroskopische Prozesse

Man kann den Vorgang des Ermüdungsbruches in fünf aufeinanderfolgende (und zum Teil überlappende) Phasen einteilen: Änderungen in der Mikrostruktur – Rissbildung – Mikroriss – Makroriss – Bruch [17].

Änderungen in der Mikrostruktur

Durch eine zyklische Belastung kommt es zu Änderungen in der Mikrostruktur des Ma-

terials. Diese führen zu veränderten physikalischen – insbesondere mechanischen – Eigenschaften.

Besonders typisch für Wechselverformung ist die Verfestigung oder Entfestigung des Materials (Hardening / Softening).

Verfestigung bedeutet, dass im Laufe der Versuchszyklen eine zunehmende Spannungsamplitude benötigt wird, um einen bestimmten Dehnungswert zu erreichen. Genauso sinkt die Dehnung einer Probe bei einer bestimmten, konstanten Spannungsamplitude. Entfestigung ist das entgegengesetzte Verhalten eines Materials, siehe Abb. 7.

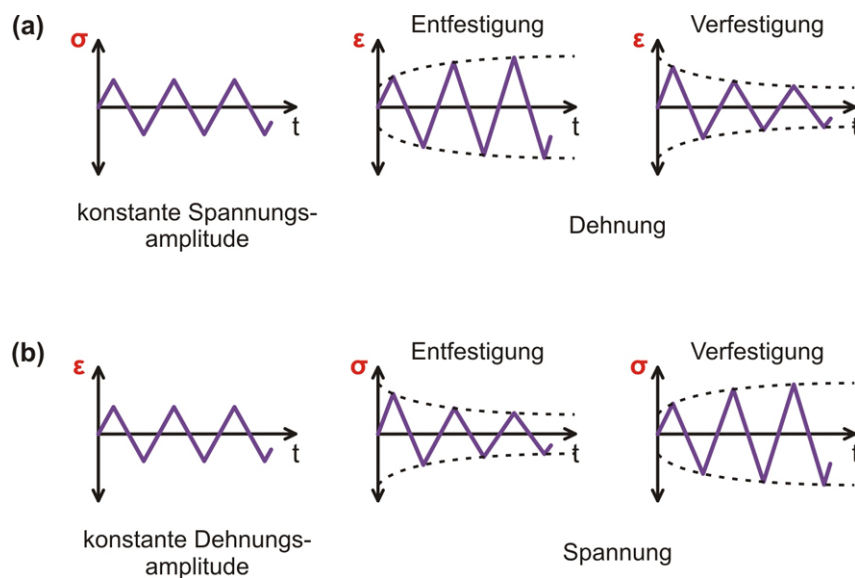


Abbildung 7: Verfestigung und Entfestigung von Materialien während zyklischer Belastung. (a) bei spannungskontrollierter Verformung, (b) bei dehnungskontrollierter Verformung.

Wechselverfestigung ist typisch für Metalle mit einer anfänglich geringen Versetzungsdichte, während zuvor verfestigte (z.B. stark verformte) Materialien mit hoher Versetzungsdichte zu Entfestigung neigen [15].

Während des zyklischen Belastens entstehen nun im gesamten Volumen der Probe typische Versetzungsanordnungen, wie z.B. zellenförmige Versetzungsstrukturen oder Versetzungsdipole, abhängig von Stapelfehlerenergie bzw. Quergleitwahrscheinlichkeit des Materials sowie der Spannungs- bzw. Dehnungsamplitude. Für eine präzise Beschreibung der unterschiedlichen Strukturen und elektronenmikroskopische Aufnahmen siehe z.B. [15, 17].

In Materialien mit niedriger Quergleitwahrscheinlichkeit (niedrige Stapelfehlerenergie) kommt es im Allgemeinen zu einer planaren Anordnung von Versetzungen, bei

solchen mit hoher Quergleitwahrscheinlichkeit (hohe Stapelfehlerenergie) zu einer zell- oder bandförmigen Anordnung der Versetzungen. Erstere bezeichnet man demgemäß als Materialien mit planarem Gleitcharakter (Beispiele sind u.a. Ti, Messing), zweitere als solche mit welligem Gleitcharakter (z.B. Cu, Ni) [15].

Nahe der Oberfläche der Probe kommt es in der aktiven Gleitebene zu einer Hin- und-Her-Bewegung von Versetzungen durch die zyklischen Kräfte. Die dadurch entstehenden Ermüdungsscherbänder enden an der Oberfläche und bilden dort Intrusionen und Extrusionen, siehe Abb. 8. In Materialien mit hoher Stapelfehlerenergie können bei geringer Belastungsamplitude sogenannte Persistente Gleitbänder entstehen (Persistent Slip Bands – PSBs). Diese haben eine unterschiedliche Versetzungsstruktur und sind weicher als die umgebende Matrix [15]. Ihre Bezeichnung stammt daher, dass die Extrusionen und Intrusionen, mit denen sie an der Oberfläche enden, nach Entfernung der Oberflächenschicht und anschließender Weiterbelastung wieder an den gleichen Stellen erscheinen [17].

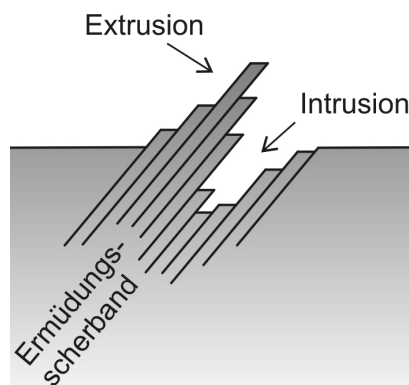


Abbildung 8: Extrusionen und Intrusionen an der Probenoberfläche durch dort endende Ermüdungsscherbänder, schematisch.

Rissbildung

Risse bilden sich im Laufe der Wechselbelastung an Orten der Spannungskonzentration. Diese existiert an Kerben und anderen Oberflächenrauigkeiten, Poren, Ausscheidungen und auch an Intrusionen und Extrusionen, die während der zyklischen Belastung entstehen. Außerdem kann es durch eine geringe Exzentrizität bei der Belastung zu einer leichten Krümmung der Probe kommen, wodurch an der Oberfläche die Spannung erhöht ist.

Wann genau man von einem Riss spricht, hängt stark von der Auflösung der zur Rissbestimmung verwendeten Methode ab.

Mikroriss

Im Material entstehen nun viele Mikrorisse gleichzeitig. Sie liegen entlang der aktiven Gleitsysteme, also ungefähr im Winkel von 45° zur Spannungsrichtung. In diesem frühen Stadium (auch Phase 1 genannt) kommt es zur Abgleitung der Gitterebenen durch Scherung in Richtung des primären Gleitsystems. Gelangt der Riss in ein zweites, anders orientiertes Korn, so kann sein Wachstum gestoppt werden oder sich seine Ausbreitungsrichtung ändern, sodass es zu einem Zick-zack-Kurs des Risses kommt.

Makroriss

An den Spitzen von Rissen ist die Spannung am größten und nach einer gewissen Zeit wird sich wegen der Spannungszunahme nur noch der längste Riss weiter ausbreiten, er wird zum Makroriss. Die verformte Zone um die Risspitze umfasst nun mehrere Körner und der Prozess des Risswachstums findet in mindestens zwei Gleitsystemen statt (Doppelgleitung), wodurch es zu einer Rissausbreitung normal zur angelegten Spannung kommt (Phase 2).

Die Geschwindigkeit des Risswachstums ist nun im Allgemeinen höher als in Phase 1 [17].

Im Bereich des stabilen Risswachstums ist die Risswachstumsrate da/dN (a ist die gesamte Risslänge, N die Zyklenzahl) über ein Potenzgesetz mit dem zyklischen Spannungsintensitätsfaktor ΔK verbunden (Paris-Gesetz) [20]:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (2.9)$$

Der Spannungsintensitätsfaktor K gibt die Spannungsverteilung an, die an einer Risspitze laut linear-elastischer Bruchmechanik vorliegt. Er hängt von der Spannung (σ), der Risslänge (a) und einem Faktor f , der die Geometrie des Risses berücksichtigt, ab:

$$K = f\sigma\sqrt{\pi a} \quad (2.10)$$

Im Falle einer zyklischen Belastung ist die Schwingbreite der Spannung ($\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$) ausschlaggebend und man erhält den zyklischen Spannungsintensitätsfaktor:

$$\Delta K = f\Delta\sigma\sqrt{\pi a} \quad (2.11)$$

Bruch

Wird das angerissene Material nun weiter belastet, breitet sich der Riss immer weiter aus. Kann der verbleibende Querschnitt der Belastung nicht mehr standhalten, so wird das Risswachstum instabil und es kommt zum endgültigen Bruch.

Typisch für die Bruchfläche eines Ermüdungsbruchs sind Streifen ungefähr normal zur Ausbreitungsrichtung des Risses, die im Bereich der stabilen Rissausbreitung entstehen. Ihr Abstand entspricht dem Wert des experimentell gemessenen, durchschnittlichen Risswachstums pro Belastungszyklus [15].

Weitere Unterschiede zwischen zyklischer und monotoner Belastung bestehen neben den für Ermüdung typischen Versetzungsstrukturen und der entstehenden Oberflächenrauigkeit darin, dass bei zyklischer Belastung eine höhere Versetzungsdichte entsteht, sich die Orientierung der Probe nicht ändert, es deshalb nicht zu langreichweitigen inneren Spannungen kommt und das Verhalten eines Materials stärker temperatur- und dehnratenabhängig ist [17].

Einfluss von Korngrenzen und Korngröße

Die oben beschriebenen Merkmale der Mikrostrukturänderung sind besonders deutlich an Einkristallen festzustellen, sind aber grundsätzlich auch in den nahe der Oberfläche gelegenen Körnern polykristalliner Materialien hoher Reinheit beobachtbar. Ein wesentlich anderes Verformungsverhalten zeigen jedoch Materialien mit Ausscheidungen oder Verunreinigungen. Großwinkelkorngrenzen wiederum wirken als Hindernis für die Ausbreitung von Scherbändern [17].

Die Korngröße hat nun generell folgende Auswirkungen: kleinere Körner erhöhen den Dauerfestigkeitswert, die Rissbildung wird also erschwert. Andererseits wird aber im Bereich sehr geringen Risswachstums (pro Zyklus im Bereich des Gitterabstands) [near-threshold fatigue crack growth] eine erhöhte Risswachstumsgeschwindigkeit und ein niedriger Schwellwert des dynamischen Spannungsintensitätsfaktors [threshold stress intensity factor range] beobachtet [17].

Allerdings ist der Einfluss der Korngröße auf unterschiedliche Materialien unterschiedlich groß. In reinen, kubisch flächenzentrierten Metallen mit hoher Stapelfehlerenergie und welligem Gleitcharakter ist die Dauerfestigkeit weitgehend korngrößenunabhängig. In Materialien mit ebenem Gleitcharakter folgt sie hingegen der Hall-Petch-Beziehung [21, 22].

2.3. Ermüdungsbruchverhalten von SPD-Materialien

Ultrafeinkörnige oder nanostrukturierte Materialien, die mittels Severe Plastic Deformation hergestellt wurden, zeigen sehr interessante Eigenschaften wie eine erhöhte Festigkeit bei gleichzeitiger Duktilität. Vor allem in Hinblick auf eine mögliche praktische Anwendung ist es aber notwendig, das Ermüdungsverhalten dieser Materialien zu kennen, also zu wissen, wie sich diese speziellen Eigenschaften auf das Verhalten bei Wechselverformung auswirken.

Von nanokristallinen Materialien, die nicht mittels SPD hergestellt wurden, ist sehr wenig über das Verhalten bei Wechselbelastung bekannt, da diese oft nur in Form dünner Folien verfügbar sind. Anders ist es bei ECAP-verformten Materialien, die in massiver Form hergestellt werden können. Hier gibt es Messungen an Kupfer, Titan, Aluminium, Aluminium-Magnesium und einigen weiteren Legierungen. Es sind auch einige Übersichtsartikel erschienen, z.B. [23, 24, 25, 26]. Es ist jedoch im Speziellen noch nichts über das Ermüdungsverhalten von HPT-verformten Materialien bekannt. Eine Ursache wird sein, dass diese SPD-Methode deutlich kleinere Proben liefert als ECAP.

Das folgende Kapitel gibt einen Überblick über die bisher veröffentlichte Literatur, der Schwerpunkt liegt bei Kupfer.

Für das Verhalten ultrafeinkörniger Materialien bei Wechselbeanspruchung sind folgende Punkte wichtig [27]:

- Die Mikrostruktur des Materials ist stark von den SPD-Parametern abhängig (Verformungsgrad, Route, Druck). Deren genauer Einfluss auf das Ermüdungsverhalten ist noch nicht umfassend untersucht.
- Das Verhalten SPD-verformter Materialien bei Wechselverformung hängt stark von der Reinheit des Metalls ab, Verunreinigungen hemmen das Kornwachstum, das Material ist stabiler.
- Eine Wärmebehandlung, die zu einer Abnahme der Versetzungsdichte und einer bimodalen Mikrostruktur führt, hat eine positive Auswirkung auf das Verhalten der Struktur der Materialien im Bereich geringer Zyklenzahlen.
- Bei monotoner Belastung zeigen ultrafeinkörnige Materialien häufig eine hohe Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit (strain rate sensitivity). Es ist die Frage, ob und wie stark sich diese auf das Ermüdungsverhalten auswirkt.
- In ultrafeinkörnigen Materialien ist die Korngröße im Bereich der mittleren freien Weglänge der Versetzungen. Es ist also grundsätzlich zu überlegen, wie sich diese geringe Korngröße auf das Verhalten des Materials bei Wechselbelastung auswirkt.

2.3.1. Lebensdauerkurven

Bei spannungskontrollierten Versuchen wurden an reinem, ultrafeinkörnigem Kupfer im Vergleich zu grobkörnigem längere Lebensdauern im Bereich des High Cycle Fatigue gemessen [23, 24, 28], die Ergebnisse sind in Abb. 9 zusammengefasst, die Details über die untersuchten Materialien finden sich in Tabelle 1. Ebenfalls längere Lebensdauern wurden u.a. an ECAP-verformtem Aluminium und α -Messing [27] sowie Titan [24, 29] und der Aluminium-Magnesium-Legierung AA5056 [30] beobachtet.

Solch ein Verhalten ist aufgrund der höhere Zugfestigkeit ultrafeinkörniger Materialien zu erwarten.

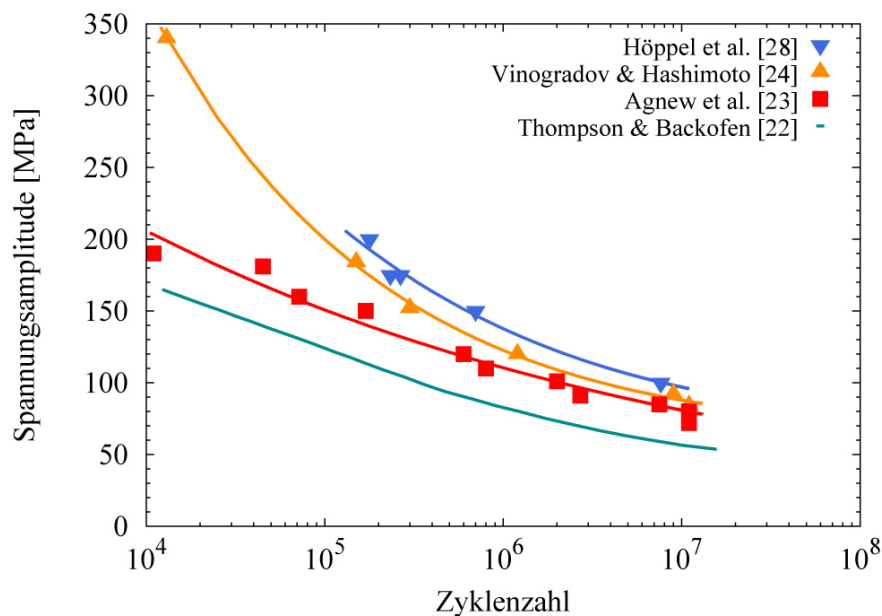


Abbildung 9: Übersicht über die Ergebnisse spannungskontrollierter Ermüdungstests an ECAP-verformtem [23, 24, 28] und grobkörnigem Kupfer [22]. Für Details der untersuchten Materialien siehe Tabelle 1

Tabelle 1: Materialkennwerte bisheriger HCF-Untersuchungen an ECAP-verformtem Kupfer. σ_{UTS} ...Zugfestigkeit (Ultimate tensile strength)

Referenz	Reinheit	ECAP Parameter	Korngröße ¹	σ_{UTS} [MPa]
Höppel et al. [28]	99.99%	12 passes (C)	300 nm	
Vinogradov & Hashimoto [24]	99.96%	12 passes (B _C)	200 nm	480
Agnew et al. [23]	99.98%	10-16 passes	250 nm	410 [24]
Thompson & Backofen [22]	99.99%	—	34 μ m	240

¹In nanostrukturierten Materialien mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) bestimmt.

Allerdings gibt es auch Untersuchungen an ECAP-verformten Materialien, die zwar bei höheren Spannungsamplituden längere Lebensdauern im Vergleich zu grobkörnigem Material zeigen, deren Wöhler-Kurven jedoch stärker abfallen, sodass sie bei einer Zyklenzahl bis zum Bruch von ca. $10^7 - 10^8$ mit denen von Materialien mit herkömmlicher Korngröße zusammenfallen. Solch ein Verhalten wurde an Al-Mg [30] sowie in Biege-wechselfestigkeitsversuchen an hochreinem Kupfer [31, 32] festgestellt.

Zwei Publikationen, die sich unter anderem mit dem Einfluss der Testfrequenz auf das Ermüdungsverhalten von ultrafeinkörnigem Kupfer (Reinheit jeweils 99.9%) bei konstanter Spannung befassen, zeigen keinen Effekt (5 Hz und 215 Hz [33], bzw. 1 Hz - 20 kHz [34]).

Im Bereich niedriger Zyklenzahlen und hoher plastischer Dehnung sind bei Versuchen mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude an reinem Cu [28, 35], α -Messing [36] und einer Al-Mg Legierung [30] an ECAP-verformten Proben allerdings kürzere Lebensdauern als an grobkörnigen Proben beobachtet worden. Dies lässt sich auch anhand der zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurve beobachten, welche z.B. bei einer konstanten plastischen Dehnungsamplitude von 10^{-3} bei ultrafeinkörnigem Kupfer neben einer kürzeren Lebensdauer auch ein wesentlich höheres Spannungsniveau zeigt [28].

Dieses Verhalten lässt sich erklären, wenn man die gesamte Dehnungsamplitude in einen elastischen und einen plastischen Teil aufspaltet. Ersterer wird durch das Basquin-Gesetz (Gl. 2.4) beschrieben, zweiterer durch das Coffin-Manson-Gesetz (Gl. 2.7).

Mit Hilfe des Hook'schen Gesetzes lässt sich die gesamte Dehnungsamplitude nun folgendermaßen darstellen (siehe Gl. 2.8):

$$\frac{\Delta \epsilon}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + \epsilon'_f (2N_f)^c \quad (2.12)$$

Im Falle niedriger Lebensdauern und hoher Belastungsamplituden überwiegt die plastische Dehnung und für das Verhalten eines Materials ist dessen Duktilität entscheidend. Im Bereich hoher Zyklenzahlen und niedriger Belastungsamplituden ist jedoch die elastische Dehnung entscheidend und damit die Bruchfestigkeit (fracture strength) des Materials. Im ersten Fall liegt die plastische Dehnung im Bereich von 10^{-2} bis 10^{-3} , im zweiten bei 10^{-4} oder sogar darunter.

Durch die SPD-Verformung wird einerseits die Festigkeit des Materials stark erhöht, was zu einem besseren Verhalten bei niedrigen Belastungsamplituden führt, andererseits wird aber die Duktilität beeinträchtigt, was zu einem schlechteren Verhalten im Bereich hoher Belastungsamplituden führt, siehe auch Abb. 10

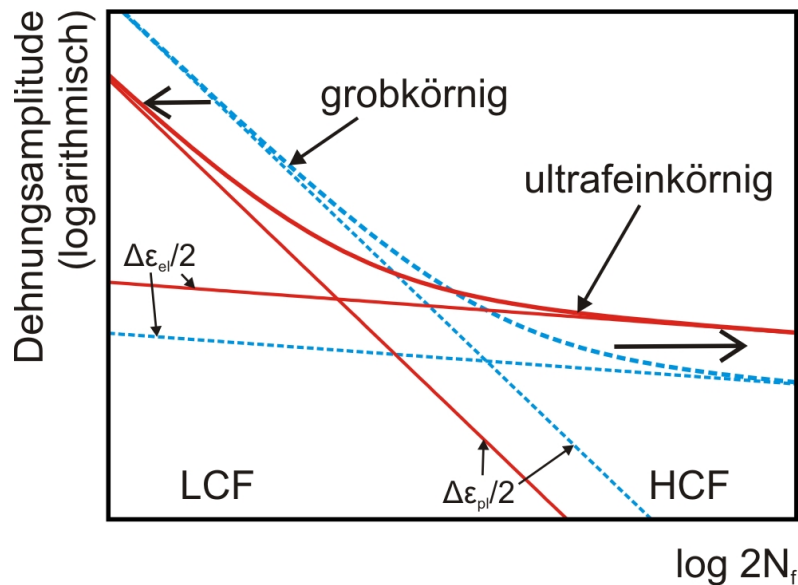


Abbildung 10: Schematische Darstellung der gesamten Dehnungsamplitude als Summe aus elastischer und plastischer Dehnung zur Illustration der Unterschiede zwischen LCF- und HCF-Verhalten von ultrafeinkörnigen und grobkörnigen Materialien.

2.3.2. Mikrostrukturentwicklung und Schädigungsmechanismen

Als hauptsächliche Schädigungsmechanismen bei der Ermüdung von ultrafeinkörnigem, reinem Kupfer werden – vor allem bei Versuchen mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude – immer wieder Entfestigung aufgrund von Kornwachstum sowie die Bildung makroskopischer Scherbänder genannt. Allerdings ist noch nicht eindeutig geklärt, wie Entfestigung und Kornwachstum mit der Dehnungsamplitude und anderen Parametern zusammenhängen.

Bis auf eine Ausnahme [37] wurde an hochreinem Kupfer immer Entfestigung beobachtet [23, 28, 35, 38, 39, 40]. Der Fall, in dem keine Entfestigung, sondern im Gegenteil sogar eine leichte Verfestigung festgestellt wurde, wird auf eine andersartige Mikrostruktur, genauer gesagt besonders gleichachsige Körner, zurückgeführt [24].

Die durch unterschiedliche ECAP-Parameter bedingten unterschiedlichen Mikrostrukturen (gleichachsige Körner, die hauptsächlich durch Großwinkelkorngrenzen getrennt sind, oder lamellenartige Bandstrukturen mit Kleinwinkelkorngrenzen) sind auch eine mögliche Ursache der leicht unterschiedlichen Ergebnisse bei Lebensdauerermessungen im HCF- (vgl. Abb. 9) sowie LCF-Bereich. Vinogradov und Hashimoto [24] berichten, dass eine Struktur aus länglichen Körnern (die eine höhere Zugfestigkeit aufweist) längere Lebensdauern im Bereich des HCF erzielt, während sie bei dehnungskontrollierten LCF-Versuchen kürzere Lebensdauern als eine gleichachsige Kornstruktur aufweist.

Der Grund für die Entfestigung des Materials ist neben Erholung, also dem Abbau von inneren Spannungen und Versetzungen (die Korngrenzen kommen so in einen Zustand erhöhten Gleichgewichts und erscheinen auf TEM-Aufnahmen klarer) vor allem Rekristallisation bzw. Kornwachstum. Zwar gibt es – wie bei der Frage der Entfestigung – unterschiedliche Ergebnisse, unter welchen Bedingungen und in welchem Ausmaß es zu einer Vergrößerung der Kornstruktur kommt, es scheint jedoch klar zu sein, dass eine sehr markante Entfestigung mit ausgeprägtem Kornwachstum zusammenhängt.

Höppel et al. [38] stellten in einer umfassenden Studie an ultrafeinkörnigem, hochreinem Kupfer fest, dass ausgeprägtes Kornwachstum temperatur- und zeitabhängig – also thermisch aktiviert – und auch von der Amplitude der plastischen Dehnung sowie der Dehngeschwindigkeit abhängig ist. Bei geringerer Dehnungsamplitude (also längerer Lebensdauer) tritt stärkeres Kornwachstum auf.

Als zugrundeliegender Prozess wird dynamische Rekristallisation genannt. Da bei einer hohen plastischen Dehnungsamplitude von 10^{-3} zwar Entfestigung, aber kein Kornwachstum beobachtet wurde, könnte auch dynamische Erholung des Materials, also eine Verringerung der Versetzungsdichte, eine Rolle spielen.

Kommt es durch die Wechselverformung zu Kornwachstum, so bilden sich in diesen größeren Körnern für die Ermüdung von Kupfer typische Versetzungsstrukturen.

Agnew et al. [23] sowie Vinogradov und Hashimoto [24] unterscheiden wieder zwischen gleichachsiger und gestreckter Kornstruktur. Letztere soll anfällig für Entfestigung und Kornwachstum sein, während erstere keines der beiden Phänomene aufweist.

In einer aktuellen Studie untersuchten Lukáš et al. 99.9998% reines, ECAP-verformtes Kupfer [41]. Die Spannung-Bruchzyklenzahl-Kurven liegen dabei im selben Bereich wie die in Abb. 9 dargestellten Kurven, allerdings wurde Entfestigung nur bei höheren Spannungsamplituden und ohne Kornwachstum gefunden (Untersuchungen im TEM und mittels EBSD). Leider sind in diesem Proceedings-Paper keine Angaben zu Korngröße oder Bruchspannung der Materialien zu finden.

In vielen Publikationen [23, 24, 28, 35, 39] wird von makroskopischen Scherbändern, parallelen Mikrorissen und Extrusionen im Winkel von 45° zur Zugachse berichtet, die an der Oberfläche der Proben durch die Wechselverformung entstehen. Entlang dieser Scherbänder bildet sich im weiteren Verlauf der Riss, der zum Bruch der Probe führt.

Laut Höppel et al. [28] kann solch eine Struktur aus Scherbändern und Persistent Slip Bands (PSBs) bei einer feinkörnigen Struktur nur entstehen, wenn diese während der zyklischen Belastung gröber wird.

Es ist auch noch nicht gänzlich geklärt, ob und in welchem Ausmaß sich die zykli-

schen Scherbänder entlang der Scherbänder der letzten ECAP-Pressung bilden, siehe z.B. [25, 34, 40].

Kornwachstum sowie Erholung und Rekristallisation können jedoch verhindert werden, wenn die Mobilität der Versetzungen und Korngrenzen beschränkt wird.

Die Mobilität der Versetzungen wird vom Gleitcharakter bestimmt, ultrafeinkörnige Materialien mit hcp-Struktur oder fcc-Struktur und geringer Stapelfehlerenergie sollten stabiler sein als Metalle mit welligem Gleitcharakter (wie z.B. Kupfer). So weist z.B. Titan (hcp-Struktur) eine der größten Verbesserungen der Dauerfestigkeit durch ECAP auf [24].

Korngrenzen können durch Verunreinigungen oder Ausscheidungen in ihrer Mobilität behindert werden [42, 43].

2.3.3. Reinheit

Anders als bei reinem Kupfer wurde an ultrafeinkörnigem α -Messing im Bereich geringer Zyklenzahlen kein signifikantes Kornwachstum oder Entfestigung festgestellt, die Legierungsatome behindern die Mobilität der Korngrenzen [26].

In zwei Publikationen [33, 34] wurde ECAP-verformtes Kupfer mit einer Reinheit von 99.9% untersucht. Bei spannungskontrollierten Versuchen wurde nicht nur ein besseres Ermüdungsverhalten im Vergleich zu kaltverformtem, sondern auch im Vergleich zu 99.99% reinem, ECAP-verformtem Kupfer festgestellt.

Außerdem konnte in beiden Fällen mittels EBSD keine Änderung der Mikrostruktur und auch kein Kornwachstum beobachtet werden.

Die zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurven zeigten hier eine Entfestigung bei hoher Spannungsamplitude (255 MPa), während Proben, die mit niedriger Spannungsamplitude belastet wurden (180 MPa), leichte, aber kontinuierliche Verfestigung zeigten.

An der Oberfläche der Proben wurden Scherbänder sowie Extrusionen und Intrusionen gefunden.

Die geringe Verringerung der Reinheit (99.9% zu 99.99%) dürfte also bei Kupfer zu einer deutlichen Stabilisierung der Mikrostruktur führen.

Lukáš et al. [33] untersuchten außerdem den Einfluss von Kerben auf das Ermüdungsverhalten von 99.9% reinem, ultrafeinkörnigem Kupfer. Es zeigte sich eine um einen Faktor von ca. 1.8 höhere Kerbempfindlichkeit. In unmittelbarer Nähe des Risses konnte außerdem eine Veränderung der Mikrostruktur festgestellt werden, die Körner sind deutlich gestreckt, jedoch ohne Vergrößerung.

2.3.4. Wärmebehandlung

Durch eine Wärmebehandlung, die zu einer bimodalen Korngrößenverteilung mit großen Körnern, die in einer ultrafeinkörnigen Matrix eingebettet sind, führt, lässt sich unter dehnungskontrollierten Versuchsbedingungen eine längere Lebensdauer erzielen. Bei zyklischer Belastung entwickelt sich in den groben Körnern eine labyrinthartige Struktur, die darauf schließen lässt, dass die plastische Verformung dort konzentriert ist.

Bei Kupfer zeigt eine Auslagerung bei 170 °C für 2 Stunden die besten Ergebnisse [28]. So behandeltes Kupfer hat nicht nur bessere LCF-Eigenschaften als nicht wärmebehandeltes, ECAP-verformtes Kupfer, sondern auch als nicht ECAP-verformtes, grobkörniges Kupfer, welches im LCF-Bereich ansonsten längere Lebensdauern aufweist. Bei anderen Materialien (Al, α -Messing) konnte die Lebensdauer im LFC-Bereich durch eine passende Wärmebehandlung zwar deutlich erhöht werden, sie liegt aber in diesen Fällen noch immer unterhalb der des grobkörnigen Materials [25].

Die zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve von Kupfer mit ultrafeinkörniger Struktur zeigt bei einer plastischen Dehnungsamplitude von 10^{-3} ein wesentlich höheres Spannungsniveau und eine kürzere Lebensdauer. Durch die oben erwähnte Wärmebehandlung sinkt das Spannungsniveau. Die Lebensdauer gleicht sich der von grobkörnigem Kupfer an, obwohl das Spannungsniveau noch immer höher ist [28].

Die durch die Wärmebehandlung entstehenden, größeren Körner sorgen also für eine bessere Duktilität des Materials, während die noch immer vorhandenen ultrafeinkörnigen Strukturen weiterhin eine erhöhte Festigkeit bewirken.

3. Experimentelle Durchführung

Im Mittelpunkt der Experimente stand ein Ultraschallresonanzsystem zur Wechselbelastung. Durch die beschränkte Größe der Proben war es aber notwendig, den Standard-Aufbau etwas zu modifizieren und Träger zu konstruieren, die die streifenförmigen, gekerbten Proben aufnehmen konnten.

Im hier verwendeten Ultraschallresonanzsystem findet die Wechselbelastung mit einer Frequenz von 20 kHz statt, es kann deshalb im Bereich sehr geringer Belastungsamplituden, also sehr hoher Lebensdauern, gemessen werden (Ultrahigh Cycle Fatigue – UHCF). In der vorliegenden Arbeit wurden Untersuchungen bis zu einer Zyklenzahl von 10^9 durchgeführt, eine Messung dauerte dann ca. 14 Stunden.

3.1. Probenpräparation und Probengeometrie

Untersucht wurde Kupfer von unterschiedlichem Reinheitsgrad, 99.99% (sauerstofffrei, hochleitend) und 99.9%, ersteres wurde bei einem Druck von 2 und 4 GPa HPT-verformt, zweiteres bei 2 GPa. Es wurden bei allen Proben 2 volle Umdrehungen durchgeführt. Die Verformung geschah bei Raumtemperatur und einer Geschwindigkeit von 0.2 Umdrehungen pro Minute.

Zur HPT-Verformung wurden mit einer Funkenerosionssäge 0.8 mm dicke Kupferscheiben mit einem Durchmesser von 10 mm präpariert. Die Oberfläche wurde nach dem Schneiden mit Salpetersäure leicht geätzt, um Verunreinigungen zu entfernen. Danach wurden die Proben bei einer Temperatur von 550 °C für 1 Stunde homogenisiert.

Die HPT-Verformung wurde am Erich Schmid Institut der Österreichischen Akademie der Wissenschaften in Leoben durchgeführt. Details dieser SPD-Technik sind in Kapitel 2.1.1 zu finden. Während der Verformung wurde das Drehmoment gemessen (siehe z.B. [44]), in Abb. 11 ist es gegen die Anzahl der Umdrehungen für zwei ausgewählte Proben aufgetragen.

Man sieht, dass die Proben bei höherem hydrostatischen Druck schneller verfestigen und das Drehmoment auf einem höheren Niveau in Sättigung geht. Allerdings ist das hier aufgetragene, gemessene Drehmoment die Summe aus dem Drehmoment, das nötig ist, die Probe zu verformen, und dem vom Grad herrührenden, wo das herausfließende Material mit den Stempeln reibt.

Die Kupferscheiben hatten nach der HPT-Verformung eine Höhe von ca. 0.6 mm, abhängig vom Druck während der Verformung (bei höherem Druck verfestigen die Proben früher und bleiben somit etwas dicker).

Nun wurde eine Seite der Scheiben mechanisch poliert, danach wurden aus jeder Scheibe bei einem Radius von ca. 2 mm je zwei Streifen mit einer Breite von 0.65 mm geschnitten, siehe Abb. 12a.

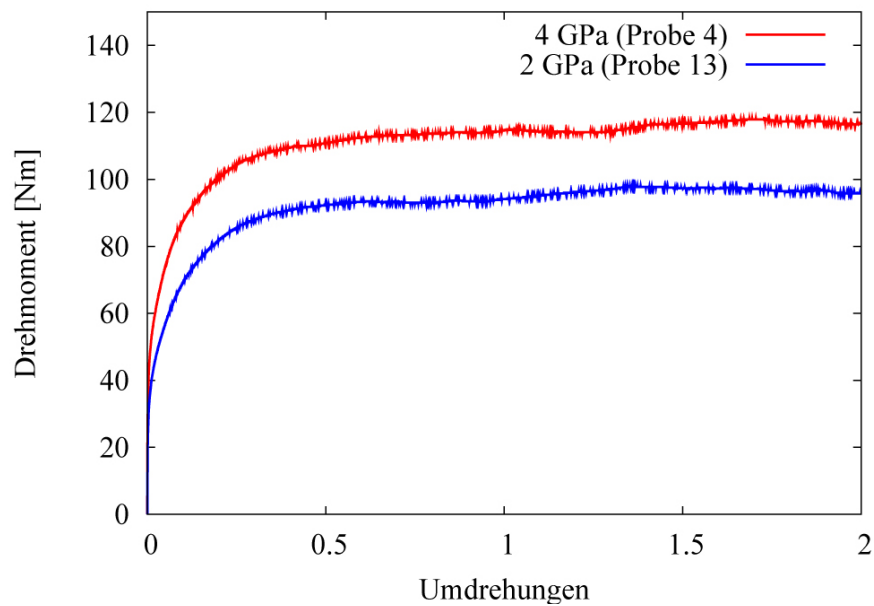


Abbildung 11: Drehmoment während der HPT-Verformung bei unterschiedlichem hydrostatischem Druck.

Nachdem die Kanten der Streifen ebenfalls poliert wurden – die Breite betrug danach 0.6 mm – wurden mittels Funkenerosion symmetrische, halbkreisförmige Kerben an den Querseiten der Kupferstreifen angebracht, siehe Abb. 12b.

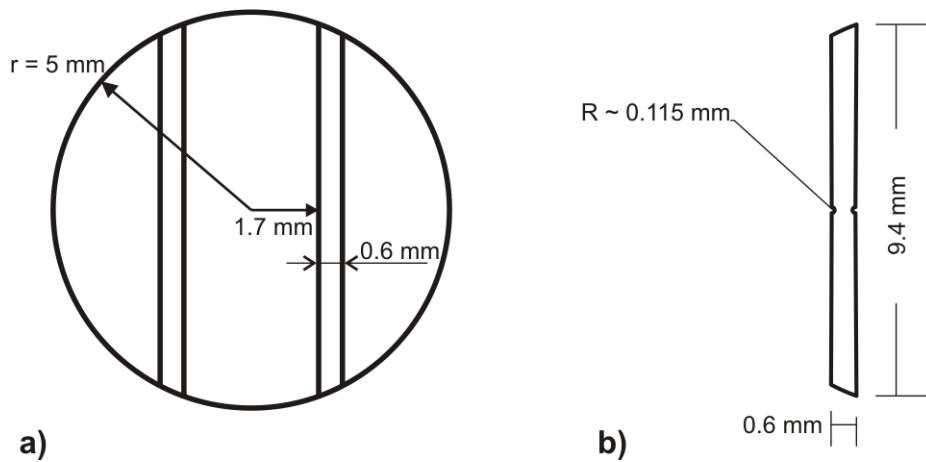


Abbildung 12: Probenpräparation: a) HPT-Scheibe mit Probenstreifen, b) Probenstreifen mit Kerben.

Zuletzt wurden die Streifen auf ihre endgültige Dicke von 0.2 mm geschliffen und auch die zuvor unbearbeitete Unterseite mechanisch poliert.

Die bei diesen HPT-Parametern bei einem Radius von 2 mm entstehende Scherdehnung ist laut Gl. 2.2:

$$\gamma = \frac{2\pi \cdot N \cdot r}{h} = \frac{2\pi \cdot 2 \cdot 2}{0.6} = 42 \quad (3.1)$$

Damit sollte eine Sättigung der Mikrostrukturverfeinerung erreicht sein [6], der höhere Druck sollte zu einer kleineren Korngröße und zu einer höheren Versetzungsdichte führen [45].

Vergleichsmaterialien

Als zusätzliche Vergleichsmaterialien wurden – bei gleicher Probengeometrie – ECAP-verformtes, 99.9% reines und unverformtes, 99.99% reines Kupfer untersucht.

Das ECAP-verformte Kupfer wurde von der High Cycle Fatigue Group des Institut of Physics of Materials der Academy of Science of the Czech Republic unter Leitung von Prof. Petr Lukáš bereitgestellt. Es ist ident mit dem in [33, 34] untersuchten Material. Es wurden 8 ECAP-Pressungen unter Verwendung von Route B_C durchgeführt. Die Probenstreifen wurden wie in Abb. 13 dargestellt geschnitten.

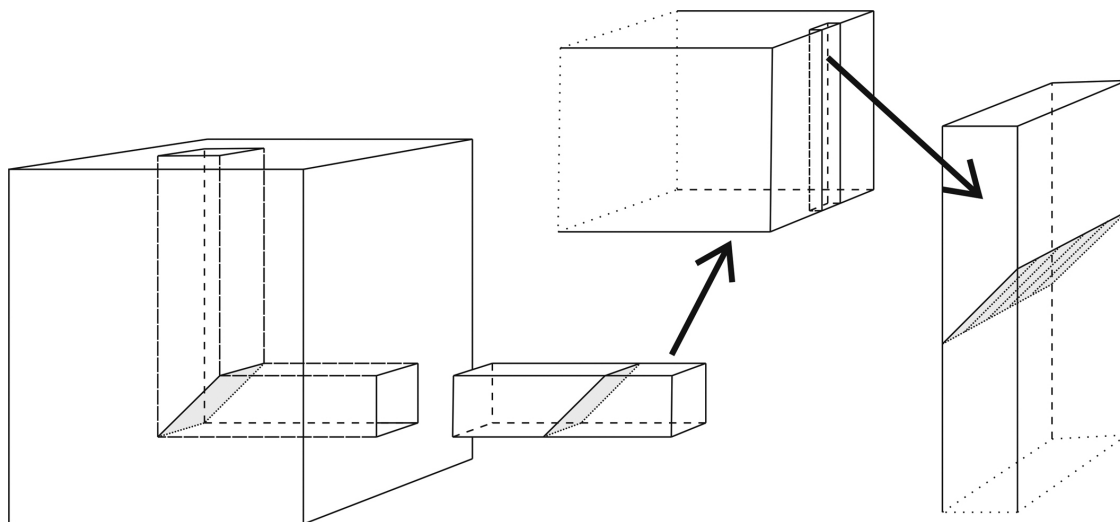


Abbildung 13: ECAP-verformtes Kupfer: Probenpräparation mit eingezeichneter Scherebene der letzten ECAP-Pressung, schematisch.

Das hochreine, unverformte Kupfer wurde wie die HPT-Scheiben präpariert, also geschnitten, geätzt und homogenisiert. Da hier keine Abhängigkeit der Mikrostruktur vom Radius vorlag, konnten aus einer Scheibe mehr als zwei Proben geschnitten werden.

3. Experimentelle Durchführung

Alle untersuchten Materialien sind in Tabelle 2 zusammengefasst, zusätzlich sind in Anhang A Details der untersuchten Proben aufgelistet und Bilder ausgewählter Proben zu sehen.

Tabelle 2: Übersicht über die untersuchten Materialien.

	Material	Reinheit	Verformung
1	Cu	99.99%	HPT - 4 GPa - 2 Umdrehungen
2	Cu	99.99%	HPT - 2 GPa - 2 Umdrehungen
3	Cu	99.9%	HPT - 2 GPa - 2 Umdrehungen
4	Cu	99.9%	ECAP - 8 Durchläufe - Route B _C
5	Cu	99.99%	homogenisiert

3.2. Ultraschallresonanzsystem

3.2.1. Schallwellen in Festkörpern

Für die Geschwindigkeit longitudinaler Schallwellen in einem homogenen, isotropen Festkörper gilt [46]:

$$c_l = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \sqrt{\frac{1-\mu}{(1+\mu)(1-2\mu)}} \quad (3.2)$$

E ... Elastizitätsmodul ρ ... Dichte μ ... Querkontraktionszahl

Betrachtet man einen langen Stab, dessen Querschnitt deutlich kleiner als die Wellenlänge ist, so kann die Querkontraktion vernachlässigt werden und aus Gl. 3.2 wird:

$$c_l = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (3.3)$$

Für die Kreisfrequenz einer longitudinalen Schallwelle in einem Stab ergibt sich daraus:

$$c = \lambda f = \lambda \frac{\omega}{2\pi} \quad (3.4)$$

$$\omega = \frac{2\pi}{\lambda} c \quad (3.5)$$

$$\omega = \frac{2\pi}{\lambda} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (3.6)$$

f ... Frequenz λ ... Wellenlänge ω ... Kreisfrequenz

Das Ultraschallresonanzsystem arbeitet mit stehenden Wellen. Aus der Wellengleichung und den Anfangsbedingungen, dass die Auslenkung am Beginn maximal und bei der Länge L minimal sein soll, ergibt sich:

$$u(x,t) = u_0 \cos\left(\frac{\pi x}{L}\right) \sin(\omega t) \quad (3.7)$$

u ... Auslenkung u_0 ... Bewegungsamplitude

Die Dehnung ist die Ableitung der Auslenkung nach der Ortskoordinate, sie ist am Beginn und nach der Länge L gleich null und besitzt in der Mitte ein Maximum:

$$\frac{\partial u}{\partial x} = \varepsilon(x,t) = -\frac{\pi}{L} u_0 \sin\left(\frac{\pi x}{L}\right) \sin(\omega t) \quad (3.8)$$

Die x -Abhängigkeiten der Gleichungen 3.7 und 3.8 sind in Abb. 14 im Bereich zwischen 0 und L schematisch dargestellt. Das Bild beschreibt die Phase der Druckbelastung, da die Auslenkung im Nullpunkt positiv ist (also in positiver x -Richtung). Bei L ist sie negativ, es ergibt sich dazwischen eine negative Dehnung, also eine Stauchung.

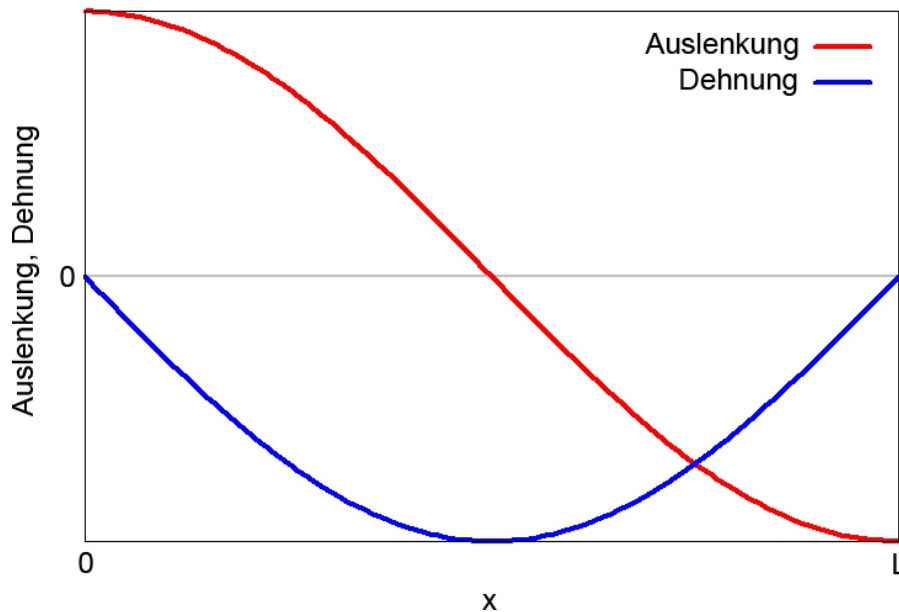


Abbildung 14: Auslenkung einer stehenden Welle und Dehnung in Abhängigkeit der Ortskoordinate im Bereich zwischen 0 und L.

3.2.2. Aufbau und Funktionsweise eines Ultraschallresonanzsystems zur Wechselbelastung

Der Aufbau eines Ultraschallresonanzsystems zur Wechselbelastung ist in Abb. 15 zu sehen. Ein Computer steuert einen Ultraschall-Generator, der eine 20 kHz Schwingung erzeugt und damit einen piezoelektrischen Schwinger anregt. Dieser wandelt die elektrischen Schwingungen in mechanische um. Die Schwingung wird nun über ein akustisches Horn, das mechanisch die Amplitude verstärkt, auf die Probe übertragen. Die Verstärkung ist dabei vom Verhältnis der Querschnitte der beiden Stirnseiten des Horns abhängig. Die Verlängerung zwischen Horn und Probe beeinflusst die Amplitude nicht, sie erhöht aber die Dämpfung des Systems [47].

Das gesamte System und damit auch die Probe wird zu longitudinalen Zug-Druck-Schwingungen angeregt. Das Spannungsverhältnis $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$ ist gleich -1 .

Die Längen der einzelnen Teile sind so bemessen, dass sich entlang des gesamten Systems eine stehende Welle ausbildet, und entsprechen jeweils einer halben Wellenlänge. Damit ist die Auslenkung an den Enden der Probe am größten, während sie in der Mitte gleich null ist. Die Dehnung wiederum ist an Orten der größten Auslenkung null und hat damit ihr Maximum in der Mitte der Probe. In Abb. 16 ist die Dehnung entlang der Probe im Resonanzsystem im Vergleich zu einem konventionellen Zugversuch schematisch zu sehen.

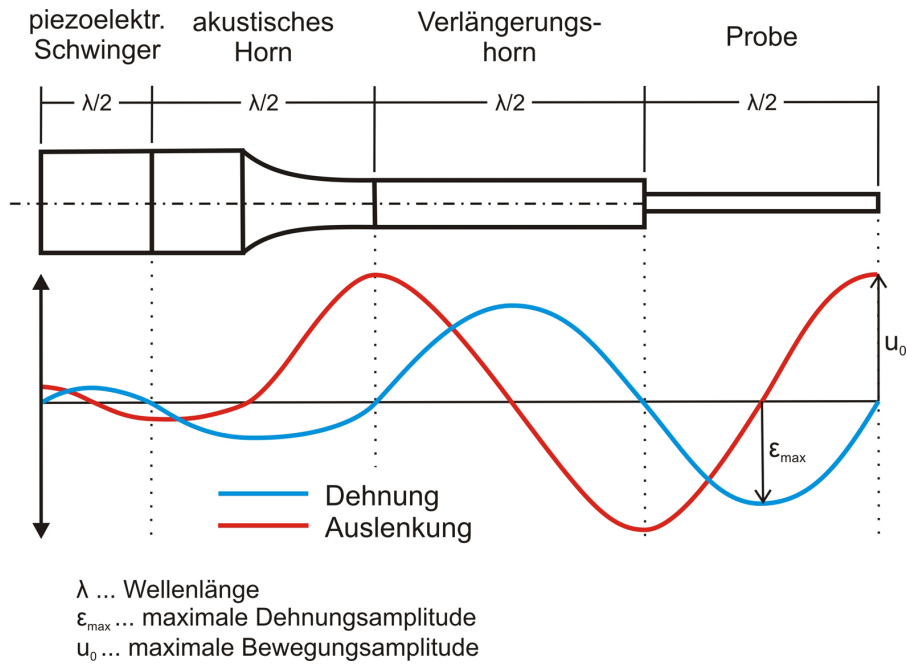


Abbildung 15: Aufbau eines Ultraschallresonanzsystems zur Wechselbelastung und stehende longitudinale Wellen. Skizze nach [48].

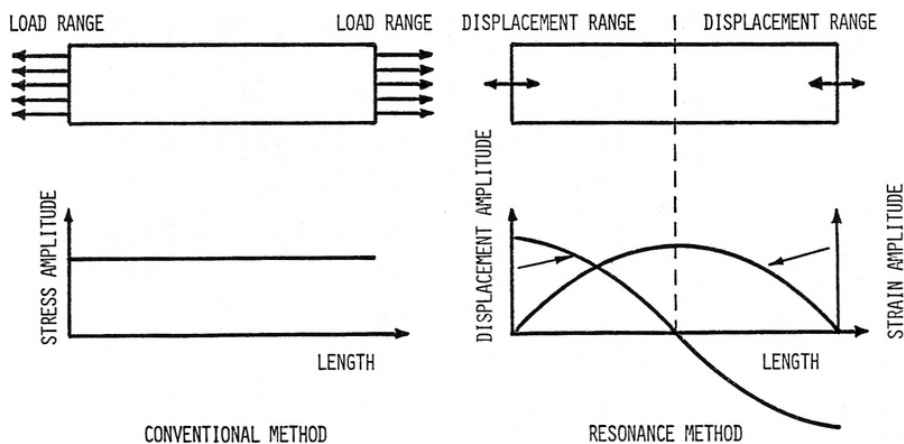


Abbildung 16: Dehnungsverteilung entlang einer Probe im Ultraschallresonanzsystem im Vergleich zu konventioneller Belastung [48].

Über die Stärke des elektrischen Eingangssignals und den Querschnitt des akustischen Horns (und damit dessen Verstärkungsfaktor) lässt sich die Auslenkung an den Probehenden kontrollieren. Damit kann auch die Höhe des Maximums der gesamten Dehnung eingestellt werden.

Die Dehnungsamplitude kann an einem beliebigen Punkt entlang der stehenden Welle – am sinnvollsten natürlich im Maximum – mit einem Dehnmessstreifen gemessen werden.

Ein Dehnmessstreifen (DMS) besteht aus einem nur wenige Mikrometer dicken Draht, der mäanderförmig auf eine Kunststoffolie aufgebracht ist. Er wird an der zu messenden Stelle auf die Probe geklebt. Wird der Draht gedehnt, so ändert sich der elektrische Widerstand des DMS. Die Messung der Widerstandsänderung erfolgt mit einer Brückenschaltung. Da die Widerstandsänderung sehr gering ist, muss das gewonnene Spannungssignal noch verstärkt werden, bevor es auf einem Oszilloskop sichtbar gemacht wird und die Schwingbreite (ΔU) abgelesen werden kann. Der vom Hersteller für eine bestimmte Dehnmessstreifen-Serie angegebene k-Faktor gibt den (linearen) Zusammenhang zwischen der in einer Brückenschaltung gemessenen Spannung und der Dehnung des Messgitters an. In der hier vorliegenden Arbeit wurden meistens DMS vom Typ 1-LY11-0.6/120 der Firma HBM mit einem k-Faktor von 1.7, einer Messgitterlänge von 0.6 mm und einem Widerstand im unbelasteten Zustand von 120Ω verwendet. Das Spannungssignal wurde 1000fach verstärkt und dann die Schwingbreite gemessen. Für die Dehnung ergibt sich damit:

$$\Delta \varepsilon = \frac{\Delta U}{f \cdot k} \quad (3.9)$$

$$\varepsilon = \Delta \varepsilon / 2 \quad (3.10)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta U}{2 \cdot 1000 \cdot 1.7} \quad (3.11)$$

$\Delta \varepsilon$... Schwingbreite der Dehnung ΔU ... Schwingbreite der Spannung
 f ... Verstärkungsfaktor k ... k-Faktor des DMS ε ... Dehnungsamplitude

Misst man im Bereich sehr geringer Dehnungen (gesamte Dehnungsamplitude im Bereich von 10^{-4}), so kann der plastische Teil der Dehnung praktisch vernachlässigt werden, die Dehnung also als rein elastisch gesehen werden. Aus der elastischen Dehnung kann durch Multiplikation mit dem Elastizitätsmodul (Hook'sches Gesetz) die Spannung berechnet werden.

Da in der Mitte der Probe zwar die Dehnung maximal, die Auslenkung jedoch gleich null ist, kann der Rissverlauf dort sehr einfach mit Hilfe eines Lichtmikroskops verfolgt werden. Bricht die Probe, gerät das System außer Resonanz und stoppt.

3.2.3. Adaption für kleine Probengeometrie

Im oben beschriebenen Ultraschallresonanzsystem muss die Probenlänge auf die Frequenz von 20 kHz angepasst sein, sie muss einer halben Wellenlänge entsprechen. Aus Gl. 3.3 kann die Wellenlänge für Kupfer (Dichte $\rho = 8.9 \text{ g/cm}^3$, Elastizitätsmodul

$E = 120 \text{ GPa}$) berechnet werden:

$$\lambda = \frac{c}{f} = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \frac{1}{20000} = 0.18 \text{ m} \quad (3.12)$$

$$L = \lambda/2 = 0.09 \text{ m} \quad (3.13)$$

Eine Kupferprobe muss also eine Länge von 9 cm haben. Da solch eine Probengröße bei HPT-verformten Materialien nicht möglich ist, wurde der im vorigen Kapitel beschriebene Standardaufbau modifiziert.

Die Idee war, statt der massiven Probe einen Probenträger aus Titan zu verwenden, der in der Mitte ein Loch hat, über das die Probe geklebt wird. Sie kann damit im Bereich maximaler Dehnung frei schwingen, siehe Abb. 17. Die Abmessungen des Trägers betragen 125 mm x 20 mm x 8 mm, das Loch hatte einen Durchmesser von 1.5 mm.

Ein ähnliches Prinzip wurde schon erfolgreich bei Messungen an dünnen Folien angewandt, siehe z.B. [49].

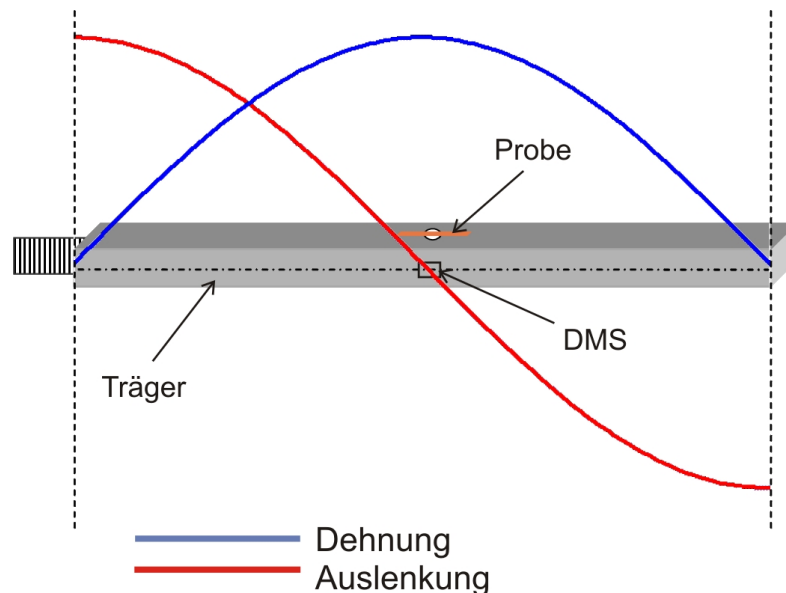


Abbildung 17: Träger mit aufgeklebter Probe: Auslenkungs- und Dehnungsverteilung, schematisch.

Erste Experimente zeigten allerdings, dass die Proben nicht, wie erhofft, in der Mitte brechen, sondern am Rand des Loches, es also dort eine höhere, undefinierte Spannung gibt, die keine korrekten Messungen zulässt. Deshalb wurden in der Mitte der kleinen Kupferstreifen zusätzliche Spannungskonzentratoren eingebracht – also Kerben geschnitten (siehe auch Abb. 12b). Diese hatten weiters den positiven Effekt, dass eine niedrigere Bewegungsamplitude nötig war und damit die Erwärmung des Systems verringert werden konnte.

Die Proben wurden mit kommerziellem Dehnmessstreifenkleber (Schnellkleber Z70 von HBM) auf den Träger geklebt. Dabei wurde mit Hilfe einer Beilagscheibe lokal an den Enden der Probe Druck ausgeübt. Es wurde in der Mitte der Probe, also über dem Loch, kein Druck ausgeübt, da sich die Probe sonst nach innen gebogen hätte.

Nach einem Bruch der Probe oder einer genügend hohen Zyklenzahl wurde der Kleber mit Aceton gelöst. Ein Bruch der kleinen Probe am Träger bringt das gesamte Ultraschallresonanzsystem natürlich nicht außer Resonanz (was zu einem Stopp der Maschine führen würde), es war also nicht möglich, die zwei Probenteile bei Bruch sofort zu trennen. Sie wurden bei jeder weiteren Schwingung gegeneinander gepresst und somit war es nicht mehr möglich, die Bruchflächen zu analysieren.

Durch die hohe Frequenz der Verformung kommt es zu Wärmebildung vor allem an Orten großer Bewegungsamplituden. Deshalb wurden die Proben während der Messung mit Druckluft gekühlt. Der Druck betrug ca. 2 bar und war lokal auf die Probe gerichtet.

Bei den einzelnen Messungen wurde die Dehnung des Probenträgers und die Zyklenzahl bis zum Bruch der Probe bestimmt. Für die Bestimmung der Zyklenzahl wurde die Probenoberfläche mit Hilfe eines Distanzmikroskops von einer Videokamera gefilmt. Nach einem Bruch wurde außerdem ein Mikroskopbild der Probe gemacht.

3.2.4. Kalibrationsmessungen, Spannungsbestimmung und Fehlerabschätzung

Das Loch im Träger ergibt eine Spannungskonzentration (vgl. Seite 13). Die verwendete Geometrie (Träger 125 mm x 20 mm x 8 mm, kreisförmiges Loch mit Durchmesser 1.5 mm in der Mitte) ergibt einen theoretischen Spannungskonzentrationsfaktor $K_t = 2.8$ [18]. Allerdings bezieht sich dieser auf die Seiten eines Loches und nicht auf einen Streifen, der über ein Loch geklebt ist. Der theoretische Wert ist also wenig aussagekräftig. Deshalb wurde die Dehnung der Probenstreifen experimentell ermittelt.

Dies geschah folgendermaßen: Auf die Seitenfläche des Trägers wurde auf gleicher Höhe wie die Probe ein Dehnmessstreifen geklebt (siehe Abb. 17). Nun wurde die Dehnung des Trägers mit der Dehnung eines Probenstreifens (ohne Kerben) kalibriert. Dazu wurde ein Mini-DMS vom Typ EA-06-015DJ-120/LE der Firma Vishay auf einen 0.6 mm breiten und 0.2 mm dicken Kupfer-Streifen (dieser hatte also bis auf die Kerben die gleiche Geometrie wie die Proben) geklebt und dieser dann auf den Träger. Das Dehnungsverhältnis wurde bei verschiedenen Bewegungsamplituden bestimmt. Die Kalibration wurde zwei Mal durchgeführt, es ergaben sich Verstärkungsfaktoren von 1.58 und 1.60.

Die Probengeometrie ist nochmals in Abb. 18 zu sehen, die Breite der Streifen betrug im Mittel $598 \mu\text{m}$ mit einer Standardabweichung von 4%, die Höhe $203 \mu\text{m} \pm 10\%$. Die mittlere Breite der Kerben betrug $231 \mu\text{m} \pm 5\%$ und war durch den Drahtdurchmesser der Funkenerosionssäge bedingt, welcher $200 \mu\text{m}$ betrug. Dieser legte auch den Radius der Kerben auf ca. $115 \mu\text{m}$ fest. Die Kerbtiefe war im Mittel $133 \mu\text{m} \pm 15\%$. Da die Kerben nacheinander mit der Funkensäge geschnitten wurden und es nicht einfach war, hier eine exakte Schnitttiefe einzustellen, kam es auch zu Unterschieden zwischen den Tiefen der beiden Kerben ein und derselben Probe. Im Mittel lagen diese bei $19 \mu\text{m}$, das Maximum war $47 \mu\text{m}$. Zur Bestimmung des theoretischen Spannungskonzentrationsfaktors wurde jeweils die mittlere Kerbtiefe verwendet. Der Spannungskonzentrationsfaktor wurde für jede Probe einzeln berechnet und lag zwischen 1.62 und 1.78, im Mittel bei 1.71.

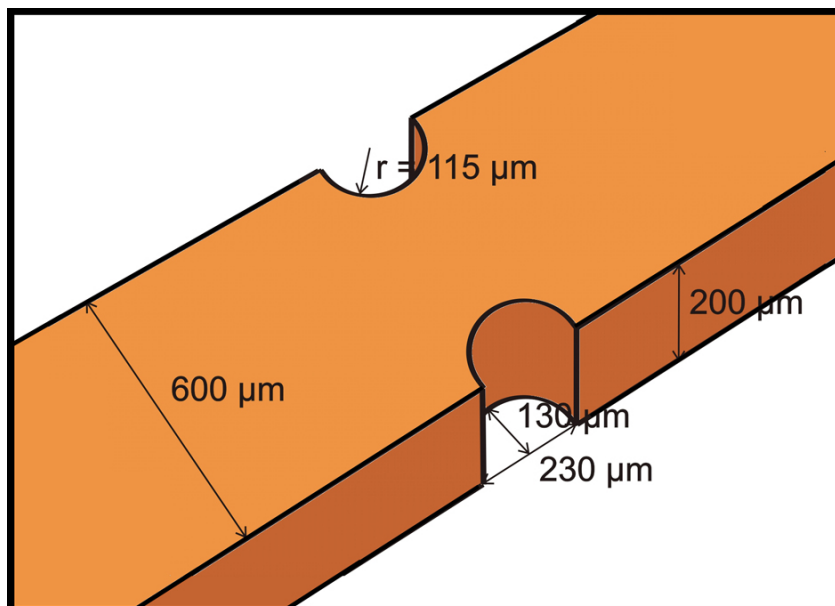


Abbildung 18: Geometrie der Kupfer-Proben, schematisch.

Proben, deren Kerben versetzt zueinander waren, wurden überhaupt nicht für Messungen benutzt.

Bei einigen wenigen Proben war der Drahtdurchmesser der Funkenerosionssäge nicht $200 \mu\text{m}$, sondern $250 \mu\text{m}$, die Kerben hatten dann einen dementsprechend größeren Radius und verursachten eine geringere Spannungskonzentration.

Bei den einzelnen Messungen wurde nun immer die Dehnung des Probenträgers gemessen, für die Spannung an der Probe wurde diese gemessene Dehnung zuerst mit dem experimentell bestimmten Verstärkungsfaktor des Loches (1.6), dann mit dem Elastizitätsmodul und diese Spannung außerdem mit dem theoretischen Spannungskonzentrationsfaktor der jeweiligen Kerbengeometrie (im Mittel 1.71) multipliziert.

3. Experimentelle Durchführung

Da der Elastizitätsmodul bei einer so kleinen Probe nicht experimentell gemessen werden konnte, wurde der mittlere Wert eines texturfreien Kupfers verwendet, also 120 GPa.

Überlegungen zur Messgenauigkeit von Spannung und Zyklenzahl:

- Die Messgenauigkeit der Spannung hängt linear von der Dehnung ab, die über einen Dehnmessstreifen gemessen wurde. Bei der Ablesung des Dehnungssignals des DMS am Probenträger ergab sich abhängig vom Messwert eine relative Ungenauigkeit von höchstens 2%, im selben Bereich bewegte sich der Fehler durch eine zeitliche Änderung des Signals. Durch eine subjektive Applikationsweise des DMS kann jedoch ein relativer Fehler von 5% verursacht werden [47].
- Die Zyklenzahl bis zum Bruch wurde mit Hilfe einer Videokamera bestimmt, die Ablesegenauigkeit liegt dabei bei einer Sekunde. Bei einer niedrigen Bruchzyklenzahl führt dies zu einer relativen Ungenauigkeit von 2%, bei höheren Zyklenzahlen wird sie kleiner. Die Frequenz des Ultraschallresonanzsystems ist nicht exakt stabil, es waren durchaus Änderungen während den Messungen von ± 30 Hz zu beobachten. Es wurde am Beginn jeder Messung die exakte Frequenz aufgeschrieben und zur Berechnung der Zyklenzahl aus der verstrichenen Zeit verwendet. Bei hohen Zyklenzahlen kann eine Frequenzänderung zu einer relativen Messgenauigkeit von 0.2% führen.

Da die Materialermüdung von Natur aus ein statistischer Vorgang ist, kommt es bei den Ergebnissen zu einer Streuung, die auch bei bester Probenqualität und Messgenauigkeit vorhanden ist. Die Bruchzyklenzahl folgt dabei einer Lognormalverteilung [19].

Die oben aufgezählten Unsicherheiten bei der Bestimmung von Spannung und Zyklenzahl sind somit nicht schwerwiegend, da sie von statistischen Abweichungen übertroffen werden.

Einen größeren Einfluss könnte jedoch die Kalibration der Dehnung zwischen Probenträger und Probe haben. Obwohl sie in Bezug auf die Ausrichtung der Probe und die Applikation des Dehnmessstreifens besonders sorgfältig durchgeführt und zur Überprüfung wiederholt wurde, kann sie wohl als die größte Fehlerquelle betrachtet werden. Es handelt sich hierbei um einen systematischen Fehler, der sich auf alle Proben in gleicher Weise auswirkt. Die einzelnen Messreihen bleiben somit untereinander vergleichbar, beim Vergleich mit Daten, die mit einem unterschiedlichen Messaufbau gewonnen wurden, ist jedoch Vorsicht geboten.

3.3. Rasterelektronenmikroskopie

Rasterelektronenmikroskopie-Aufnahmen wurden einerseits zur Studie des Rissverlaufs gemacht, andererseits wurden mittels rückgestreuter Elektronen im Channeling-Kontrast Mikrostrukturbestimmungen vor und nach der Ermüdung durchgeführt. Für erstere wurden die Proben vor, für zweitere nach der Wechselbelastung elektrolytisch poliert.

Die Bruchfläche selbst konnte nicht untersucht werden, da es nicht möglich war, die Probenteile sofort nach dem vollständigen Bruch zu trennen und so die beiden Hälften immer wieder gegeneinander gedrückt wurden, was zu einer Abplattung der Bruchflächen führte.

Die Proben wurden ungefähr 10 bis 15 Sekunden lang elektrolytisch poliert, als Elektrolyt diente eine Mischung aus 500 ml Phosphorsäure, 500 ml Methanol und 100 ml Propanol. Die Spannung wurde auf ca. 8 V eingestellt, der Strom betrug etwa 0.2 A.

Die Aufnahmen wurden einerseits am Erich Schmid Institut der Österreichischen Akademie der Wissenschaften in Leoben an einem REM Zeiss LEO 1525, das mit einem Detektor für rückgestreute Elektronen ausgestattet war, und andererseits am Institut für Ur- und Frühgeschichte der Universität Wien an einem REM Zeiss EVO 60 XVP gemacht.

Die Rückstreuung primärer Elektronen geschieht durch elastische Streuung an den positiv geladenen Atomrümpfen an der Oberfläche der Probe. Die Stärke der Rückstreuung hängt nun vom Atomgewicht und auch von der Orientierung des untersuchten Materials ab, siehe Abbildung 19.

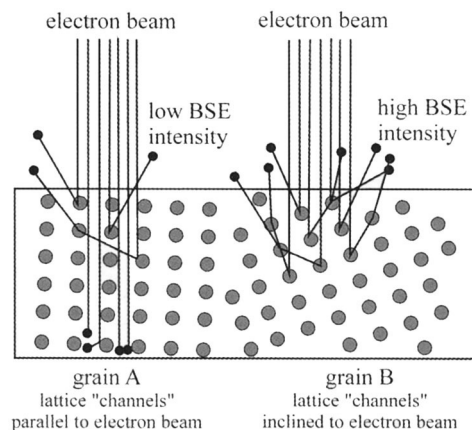


Abbildung 19: Kontrast durch rückgestreute Primärelektronen (backscattered electrons – BSE) im Rasterelektronenmikroskop [20].

Unterschiedlich orientierte Körner ergeben also einen unterschiedlichen Kontrast (Channeling-Kontrast). Im Inneren der Körner geben außerdem unterschiedliche Versetzungsanordnungen einen Kontrast.

3.4. Weitere Untersuchungen

3.4.1. Mikrohärte

Bei der Härtemessung nach Vickers wird eine Diamantpyramide mit quadratischer Grundfläche und einem Winkel von 136° zwischen den gegenüberliegenden Seiten mit einer definierten Kraft in die Oberfläche der Probe gedrückt, siehe Abb. 20. Die Längen der Diagonalen des Eindrucks (d_1 , d_2) spiegeln die Härte des Materials wider, je größer, desto weicher.

Die Kontaktfläche des Eindruck-Körpers mit der Probe wird nun mit der verwendeten Kraft in Beziehung gesetzt und die Härte nach folgender Formel berechnet (d ist der Mittelwert der beiden Diagonalen d_1 und d_2 in Metern, F die Kraft in Newton):

$$HV = 0.189 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (3.14)$$

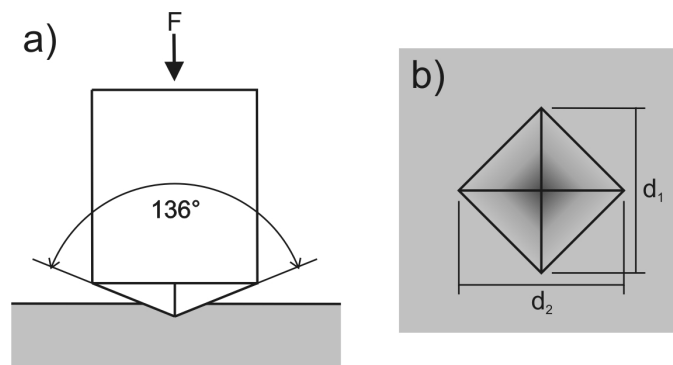


Abbildung 20: Prinzip der Mikrohärtebestimmung nach Vickers: a) Geometrie des Eindruck-Körpers, b) Eindruck in die Oberfläche der Probe.

Die Messungen wurden an einem Zeiss Axioplan Lichtmikroskop mit einer Paar MHT-4 Eindruckapparatur durchgeführt. Eine Kraft von 0.7 N wurde für eine Zeitspanne von 10 s ausgeübt. Die Kraftauftragung erfolgte mit 0.1 N/s. Es wurden für jede Messung mindestens 14 Mikrohärteeindrücke ausgewertet.

3.4.2. Zugversuche

Für monotone Belastungstests wurden aus den HPT-Scheiben bei einem Radius von 2 mm hantelförmige Proben mittels Funkenerosion gestanzt. Sie hatten eine Messlänge von 3.5 mm und einen quadratischen Querschnitt von 0.6 mm x 0.6 mm, siehe Abb. 21.

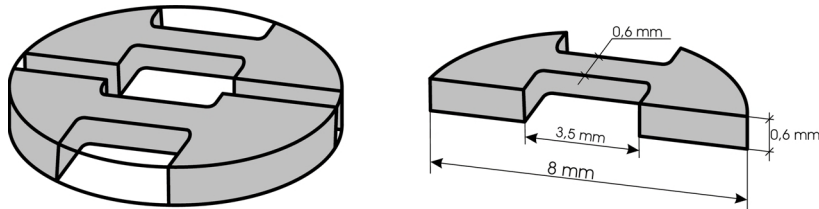


Abbildung 21: Geometrie der Zugversuchproben [50].

Die Zugversuche wurden an einer speziellen Miniaturzugmaschine durchgeführt, bei der die Probe nicht fix eingespannt ist, sondern an den Enden von Stiften auseinander gezogen wird, siehe Abb. 22. Die Dehnrage betrug 10^{-3} s^{-1} .

Bei Belastung richten sich die Proben zuerst gerade aus, dies muss bei der Bestimmung der Dehnung berücksichtigt werden. Streckgrenze und Bruchdehnung sind somit weniger genau bestimmbar als die Zugfestigkeit.



Abbildung 22: Miniaturzugmaschine mit hantelförmiger Probe. Die Dehnung der Probe erfolgt durch Bewegung des mittleren Teils nach links [50].

4. Ergebnisse und Diskussion

4.1. Materialcharakterisierung

4.1.1. Mechanische Kennwerte

Wie in den Kapiteln 3.4.1 und 3.4.2 beschrieben, wurden an den zu untersuchenden Materialien Mikrohärtmessungen und Zugversuche durchgeführt. Die Mikrohärt wurde an polierten Oberflächen unbelasteter Probenstreifen bestimmt, bei den HPT-Scheiben also bei einem Radius von 2 mm. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 zusammengefasst. Es ist zu beachten, dass für die Zugfestigkeit ein gemittelter, gerundeter Wert angegeben ist.

Tabelle 3: Mikrohärt und Zugfestigkeit der untersuchten Materialien.

	Material	Mikrohärt	Zugfestigkeit [MPa]
1	Cu 99.99% – HPT 4 GPa	140 ± 4	460
2	Cu 99.99% – HPT 2 GPa	139 ± 4	
3	Cu 99.9% – HPT 2 GPa	189 ± 4	500
4	Cu 99.9% – ECAP	151 ± 7	400
5	Cu 99.99% – gegläht	71 ± 3	250

Man kann erkennen, dass HPT-verformtes Kupfer im Vergleich zu geglähtem Kupfer gleicher Reinheit eine ca. doppelt so große Mikrohärt und eine um ca. 80% höhere Zugfestigkeit aufweist. Der Druckunterschied von 2 GPa während der HPT-Verformung führt bei den Proben mit höherer Reinheit zu keinem Unterschied in den oben angegebenen mechanischen Eigenschaften, eine geringere Reinheit bringt allerdings eine Erhöhung der Werte. Das untersuchte ECAP-Material besitzt eine geringere Härte und Zugfestigkeit als das HPT-verformte Material gleicher Reinheit.

4.1.2. Korngröße

Die Korngröße des geglähten, hochreinen Kupfers wurde anhand von Lichtmikroskop-Aufnahmen geätzter Proben durch die Linienschnittmethode bestimmt. Es wurden 3 Bilder mit insgesamt 53 Linien vermessen, als Beispiel für die Korngrößenverteilung ist in Abb. 23 ein Ausschnitt eines untersuchten Bildes zu sehen. Als mittlerer Korndurchmesser ergab sich $42 \pm 4 \mu\text{m}$.

Die Korngröße der nanostrukturierten Materialien kann mit Hilfe von rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen abgeschätzt werden. Ausschnitte sind in Abb. 24 zu sehen. Die Abbildungen 24a und 24b zeigen hochreines, bei 4 GPa HPT-verformtes Kupfer, Abb. 24c zeigt 99.9% reines, HPT-verformtes Kupfer (2 GPa) und Abb. 24d zeigt

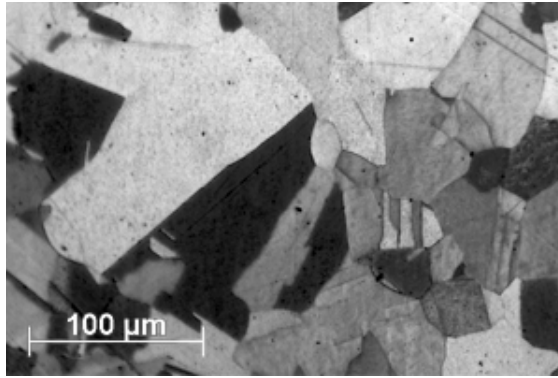


Abbildung 23: Korngrößenverteilung des geglähten, hochreinen Kupfers – mikroskopische Aufnahme einer geätzten Probe.

ECAP-verformtes Kupfer. Die Aufnahmen stammen von elektrolytisch polierten Oberseiten unbelasteter Probenstreifen.

Es lassen sich folgende Aussagen treffen:

- Die Korngröße des hochreinen Kupfers wurde durch die HPT-Verformung von ca. 40 μm auf ca. 300 nm verringert (Abb. 24a). Es finden sich jedoch auch Körner mit Durchmessern bis zu einigen Mikrometern in der ansonsten ultrafeinkörnigen Struktur, siehe Abb. 24b.
- Das HPT-verformte Kupfer geringerer Reinheit (Abb. 24c) weist eine etwas kleinere Korngröße von ca. 150 - 250 nm auf. Die Mikrostruktur ist homogener, es finden sich keine Körner im Mikrometer-Bereich.
- Die Mikrostruktur des ECAP-verformten, 99.9%-reinen Kupfers ist ebenfalls homogen, die Korngröße ist jedoch größer als die HPT-verformten Kupfers gleicher Reinheit. Wie schon erwähnt, wurde dieses Material von der Gruppe um Prof. Petr Lukáš bereitgestellt, in [33] wird die Korngröße mit 305 ± 30 nm angegeben (Messung an TEM-Aufnahmen).

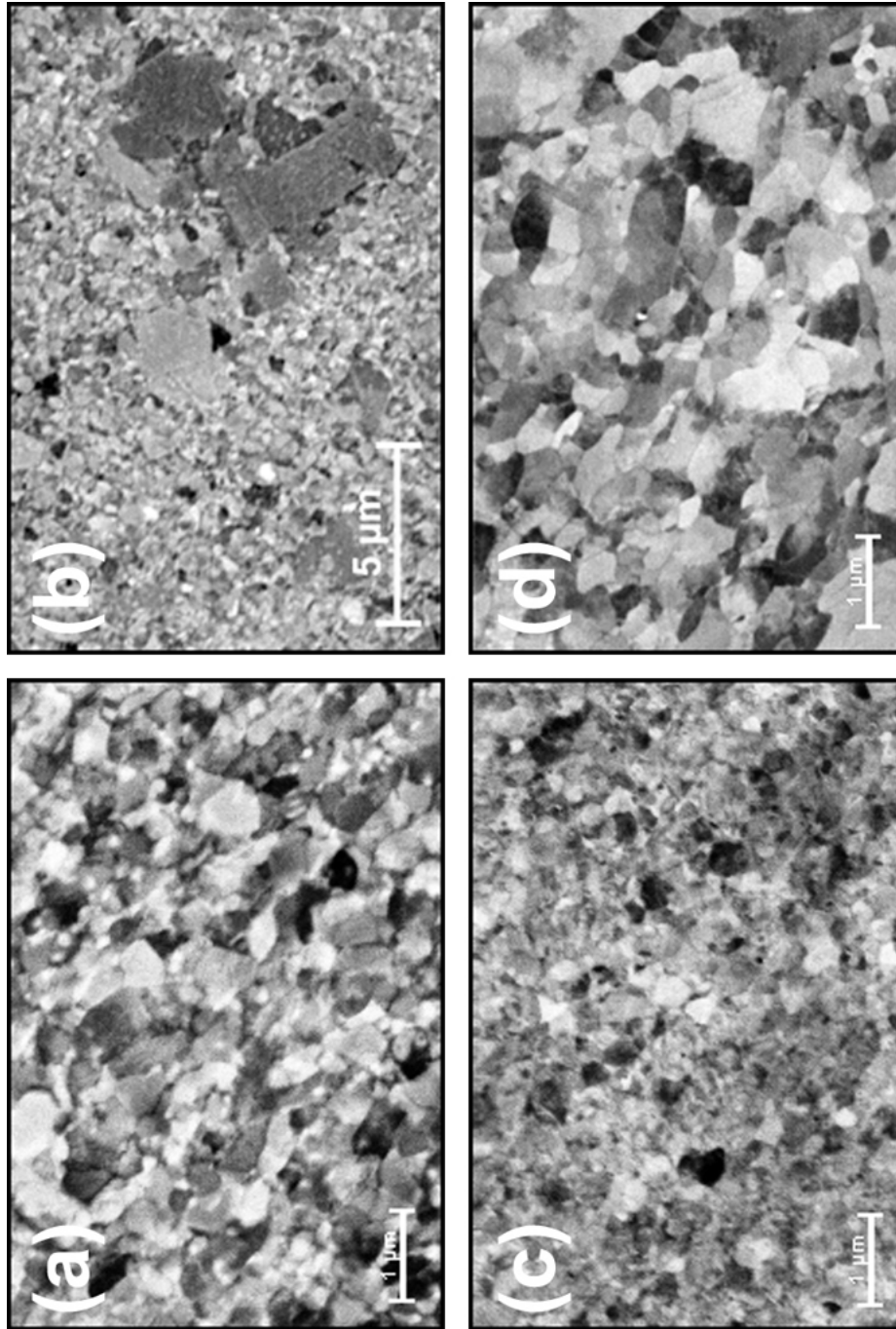


Abbildung 24: REM-Aufnahmen, rückgestreute Elektronen im Channelling Kontrast: (a), (b) HPT-Cu 99.99%, (c) HPT-Cu 99.9%, (d) ECAP-Cu 99.9%. Zu beachten ist in Abb. (b) der unterschiedliche Maßstab.

4.2. Lebensdauerkurven

In Abbildung 25 sind die Lebensdauerkurven (Spannung gegen Zyklenzahl bis zum Bruch) von hochreinem, bei unterschiedlichem Druck HPT-verformtem Kupfer zu sehen. Pfeile kennzeichnen sogenannte Durchläufer, also Proben, die trotz einer oftmaligen Belastung nicht gebrochen sind.

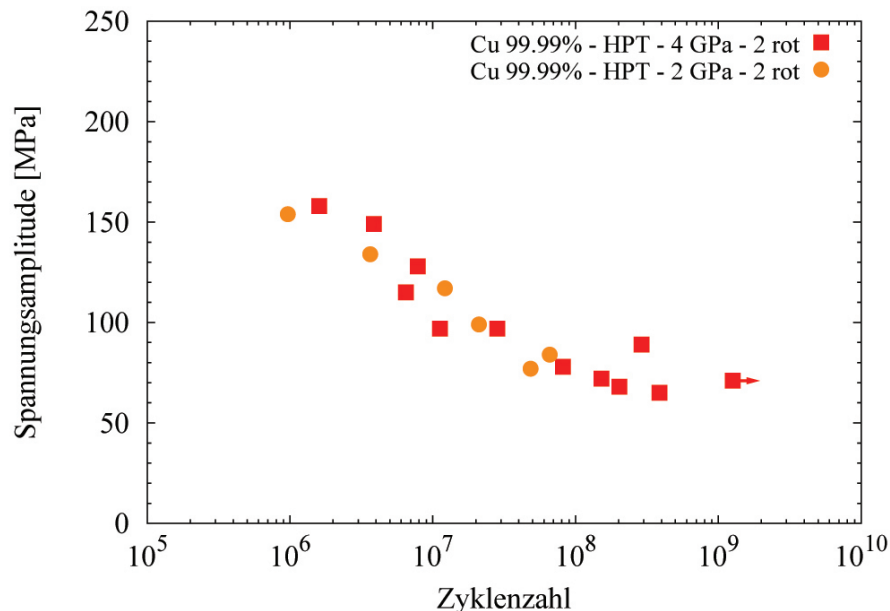


Abbildung 25: S/N-Plot: unterschiedlicher Druck bei der HPT-Verformung von hochreinem Kupfer.

Man sieht, dass mit abnehmender Spannung die Zyklenzahl bis zum Bruch ständig zunimmt. Der Abfall der Kurve ist dabei anfangs relativ stark, ab ca. 10⁸ Zyklen flacht die Kurve ab und erreicht ein Niveau von ca. 70 MPa. Die Proben, die bei 2 und 4 GPa HPT-verformt wurden, zeigen dabei kein unterschiedliches Verhalten, die Messpunkte fallen in ein gemeinsames Streuband. Da auch die sonstigen mechanischen Eigenschaften (z.B. Mikrohärtigkeit) keine Unterschiede aufzeigen, ist dieses Verhalten nicht überraschend, da die Ermüdungseigenschaften eines Materials stark mit denen bei monotoner Belastung zusammenhängen.

Abbildung 26 zeigt nun das Ermüdungsverhalten von hochreinem, HPT-verformtem Kupfer im Vergleich zu hochreinem, gegläutetem Kupfer, das bei gleicher Geometrie getestet wurde.

HPT-verformtes Kupfer zeigt bis zu einer Zyklenzahl von ca. 10⁷ ein deutlich besseres Ermüdungsverhalten, der wesentlich stärkere Abfall der Kurve führt aber zu niedrigeren Spannungen bei Bruchzyklenzahlen über 10⁸. Dieses Verhalten mag aufgrund anderer mechanischer Eigenschaften, wie zum Beispiel Zugfestigkeit, überraschend wirken,

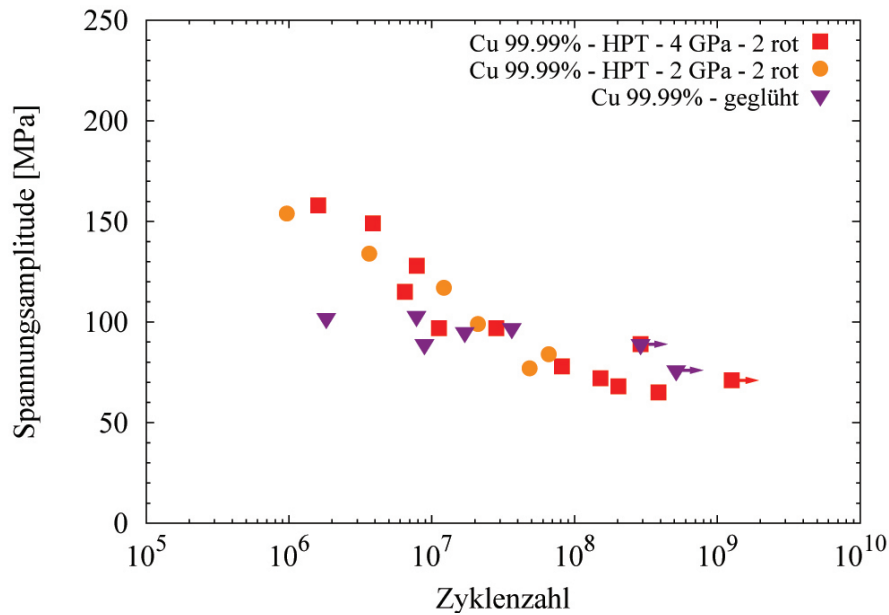


Abbildung 26: S/N-Plot: Vergleich zwischen HPT-verformtem und geglühtem, jeweils hochreinem Kupfer.

wird aber durch Mikrostrukturuntersuchungen an ermüdetem HPT-Kupfer (siehe Kapitel 4.4) verständlich.

Weiters ist zu sagen, dass bei Biege-wechselfestigkeitsversuchen an ECAP-verformtem, 99.99% reinem Kupfer der starke Abfall der S/N-Kurve zu gleichen Spannungsniveaus von verformtem und unverformtem Kupfer bei ca. 10^7 Zyklen führte [31, 32].

Auch erhebt sich die Frage, ob Kerben fein- und grobkörnige Materialien unterschiedlich stark beeinflussen. Untersuchungen an ECAP-verformtem, 99.9% reinem Kupfer zeigten eine 1.8 mal höhere Kerbempfindlichkeit im Vergleich zu grobkörnigem Kupfer [33]. Es war jedoch leider nicht möglich, die hier verwendeten kleine Proben ohne die zusätzliche Spannungskonzentration der Kerben zu testen, also Aussagen über die Kerbempfindlichkeit der Proben zu treffen.

In Abbildung 27 ist nun zusätzlich zu der Ermüdungskurve von hochreinem auch die von weniger reinem (99.9%) HPT-verformtem Kupfer aufgetragen.

Hier zeigt sich ein deutlicher Unterschied. Eine geringere Reinheit hat eine positive Auswirkung auf das Ermüdungsverhalten, bei gleicher Spannungsamplitude bricht kommerziell reines Kupfer nach einer wesentlich höheren Zyklenzahl als hochreines Kupfer. Dieser Effekt ist vor allem bei höheren Zyklenzahlen beträchtlich. Im Bereich von 10^6 Zyklen fallen die Kurven noch zusammen, diejenige von 99.9% reinem Kupfer fällt jedoch deutlich weniger stark ab (ca. 120 MPa bei 10^9 Zyklen). Solch ein Reinheitseinfluss wurde auch schon an ECAP-verformtem Kupfer beobachtet [34, 51]. Außerdem weist weniger reines HPT-Kupfer neben einer geringeren Korngröße auch eine höhere

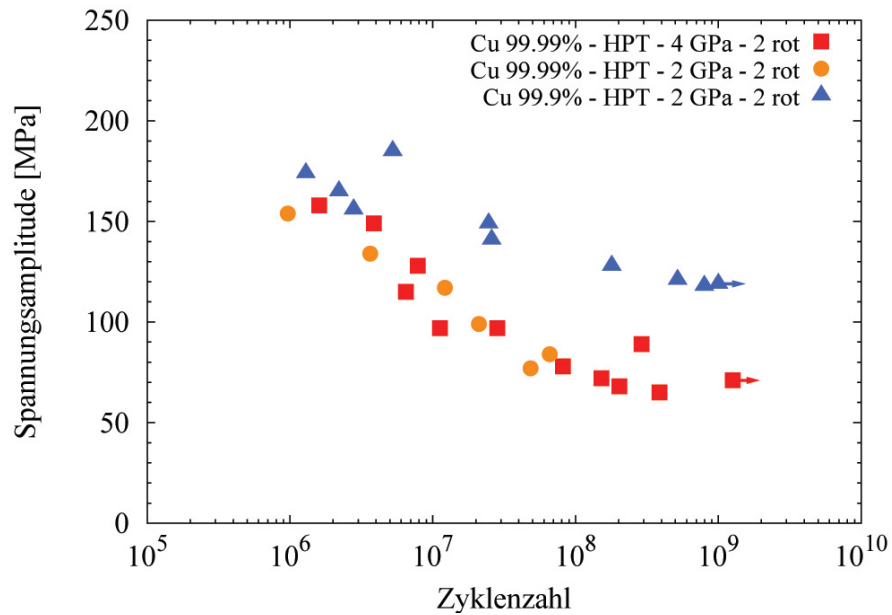


Abbildung 27: S/N-Plot: HPT-verformtes Kupfer unterschiedlicher Reinheit.

Zugfestigkeit und eine größere Mikrohärtigkeit als hochreines HPT-Kupfer auf. Auch Untersuchungen an der ermüdeten Mikrostruktur (Kapitel 4.4) zeigen deutliche Unterschiede.

Als Vergleichsmaterial wurde ECAP-verformtes Kupfer untersucht, das Ergebnis ist in Abbildung 28 zu sehen. Man sieht, dass die Lebensdauerkurve von HPT-verformtem Kupfer im Vergleich zu der von ECAP-verformtem zu höheren Spannungen verschoben ist. Wieder ist dieses Ergebnis analog zu Mikrohärtigkeit und Zugfestigkeit, auch ist die Korngröße des HPT-Kupfers kleiner.

In Tabelle 4 sind nun die Dauerfestigkeitswerte aller untersuchten Materialien zusammengestellt. Dauerfestigkeit bedeutet hier die Spannung, bei der das Material nicht vor 10^9 Zyklen bricht. Außerdem sind alle Messwerte in Anhang B angeführt.

Tabelle 4: Dauerfestigkeitswerte der untersuchten Materialien, basierend auf einer Zyklenzahl von 10^9 .

	Material	Dauerfestigkeit [MPa]
1	Cu 99.99% – HPT	70
2	Cu 99.9% – HPT	120
3	Cu 99.9% – ECAP	100

Abbildung 29 zeigt nun die Ergebnisse der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimente im Vergleich mit verfügbaren Literaturwerten, der Übersichtlichkeit wegen

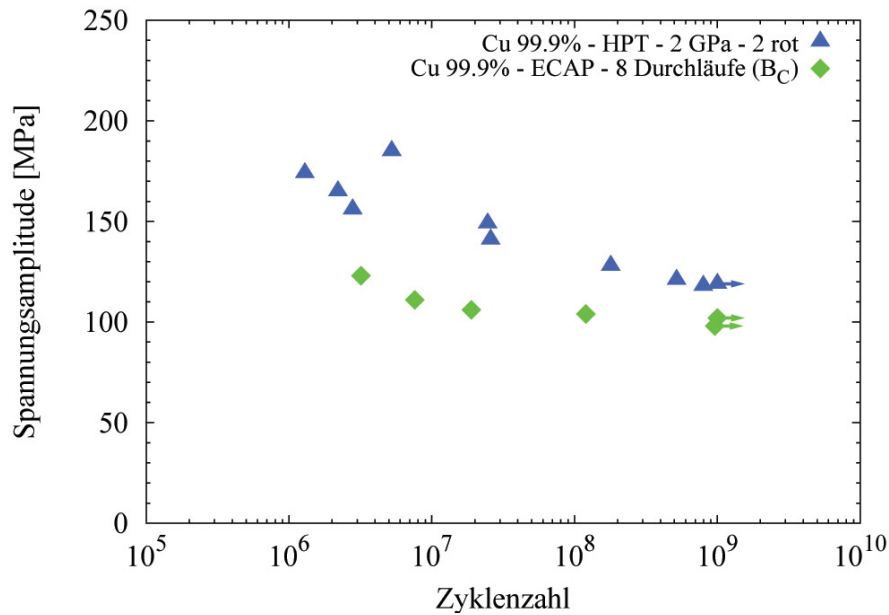
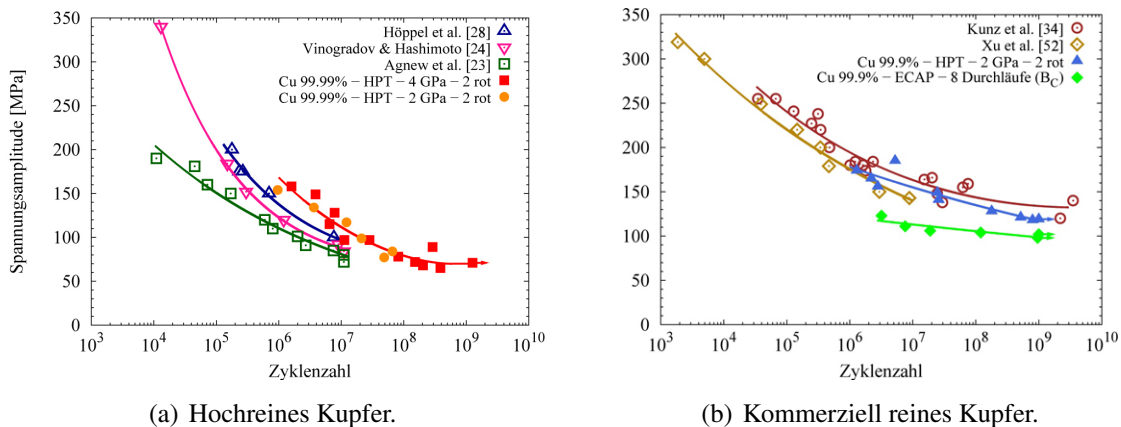


Abbildung 28: S/N-Plot: Vergleich zwischen HPT- und ECAP-verformtem Kupfer.

aufgeteilt in hochreines und kommerziell reines Kupfer.



(a) Hochreines Kupfer.

(b) Kommerziell reines Kupfer.

Abbildung 29: S/N-Plot: Vergleich der gewonnenen Daten mit Literaturwerten.

Es zeigt sich eine einigermaßen gute Übereinstimmung. Obwohl das hier untersuchte ECAP-Material dasselbe ist wie in der Studie von Kunz et al. [34], ist es nicht überraschend, dass die Ergebnisse nicht völlig übereinstimmen, da die angewandten Messverfahren sehr unterschiedlich waren – einerseits hinsichtlich der Methode (im Besonderen die hier verwendete Ultraschallfrequenz von 20 kHz), andererseits hinsichtlich der Probengeometrie (Kunz et al. testeten zylindrische Proben mit Durchmessern von einigen Millimetern, während hier gekerbte, streifenförmige Miniaturproben untersucht wurden). Aus diesen Gründen ist kein absoluter Vergleich der Messdaten möglich.

4.3. Rissverlauf

Die Bestimmung der Zyklenzahl bis zum Bruch erfolgte mittels einer Videokamera, die an einem Distanzmikroskop angebracht und während der Wechselverformung auf die Probenoberseite gerichtet war. Aufnahmen aus einem dieser Bruchvideos sind in Abb. 30 zu sehen. Bei solchen Aufnahmen war der Riss ab einer Länge von ca. 20 μm erkennbar, die weitere Ausbreitung bis zum endgültigen Bruch war dann gut verfolgbar.

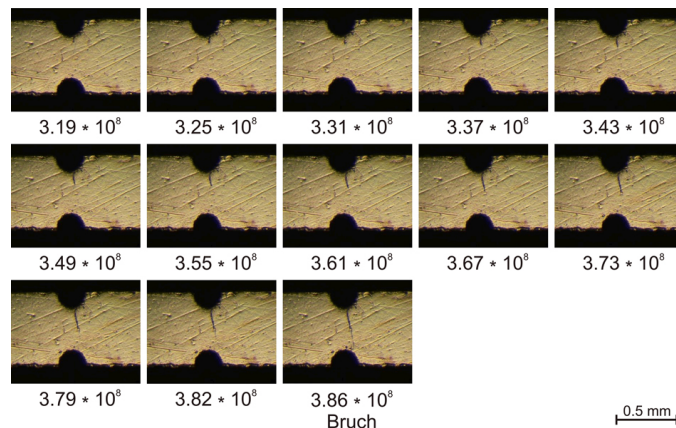


Abbildung 30: Von links oben nach rechts unten: Serie lichtmikroskopischer Aufnahmen während der Wechselverformung: 99.99% Cu HPT (4 GPa), Spannungsamplitude 65 MPa. Unter den einzelnen Aufnahmen ist die Anzahl der Belastungszyklen angegeben. Das erste Bild entspricht 83% der Gesamtlebensdauer.

Zur genaueren Untersuchung des Rissverlaufs wurden zusätzlich rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen gemacht, die Proben befanden sich dazu noch auf den Trägern und wurden vor der Belastung elektropoliert. Verschiedene Typen des Rissverlaufs sind in Abb. 31 gegenübergestellt, die Abbildungen 31a und 31b zeigen dabei hochreine HPT-Proben, die im Bereich von 10^6 bzw. 10^8 gebrochen sind. Abbildung 31c zeigt eine 99.9% reine HPT-Probe, die im Bereich von $N = 10^8$ gebrochen ist.

Es sind grundsätzliche Unterschiede erkennbar, denn während das hochreine Kupfer bei hohen Spannungsamplituden (und geringen Bruchzyklenzahlen) einen geraden Rissverlauf aufweist, ist dieser bei niedrigeren Spannungen durch Ablenkungen und damit Eigenschaften eines transkristallin kristallographischen Bruchs gekennzeichnet, bei dem sich der Riss entlang des jeweils aktiven Gleitsystems ausbreitet. Anders ist die Situation bei weniger reinem Kupfer: hier ist der Rissverlauf auch bei niedrigen Spannungsamplituden gerade.

Bei allen Bildern ist der Restbruch mit einem Knick im Rissverlauf erkennbar.

Diese auf den ersten Blick sichtbaren Unterschiede werden von den Detailaufnahmen in den Abbildungen 32 bis 35 noch unterstützt. Die Abbildungen 32 sowie 33 zeigen par-

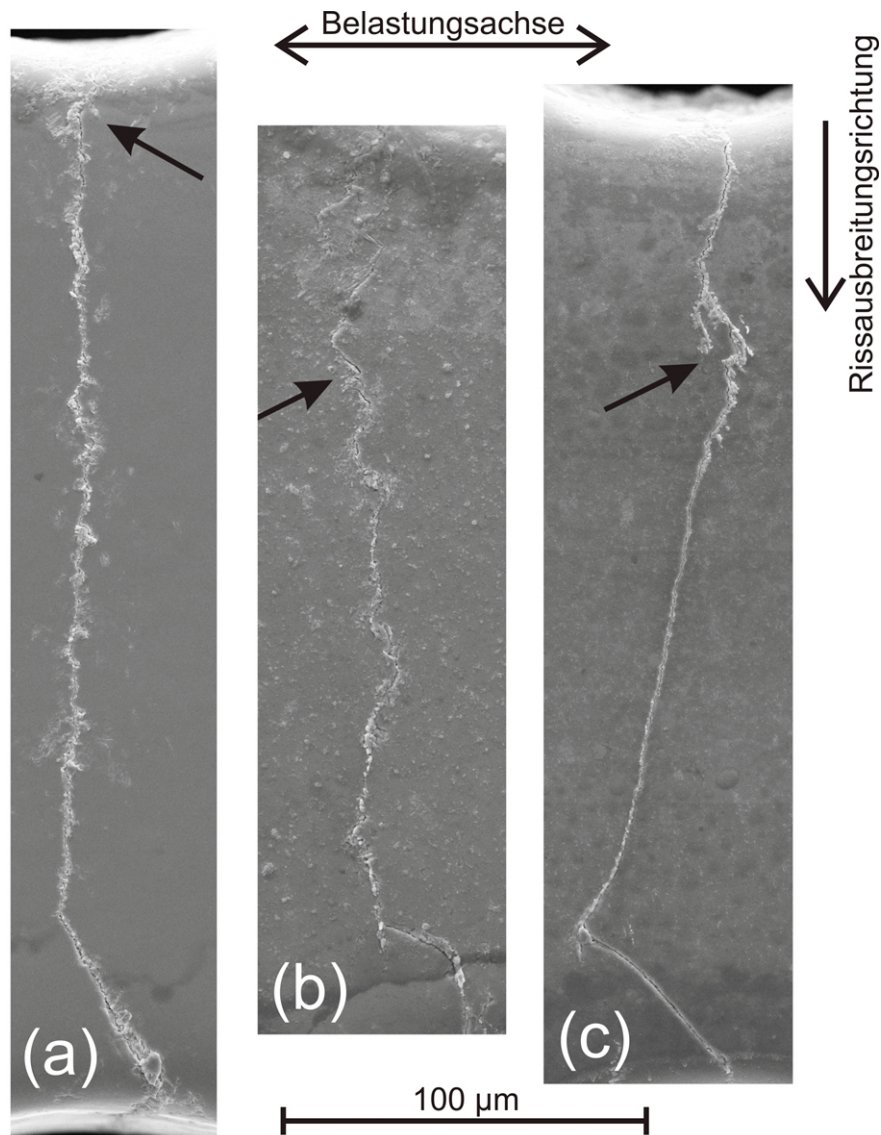


Abbildung 31: REM-Aufnahmen der Rissmorphologie. (a) 99.99% Cu HPT (4 GPa), $\sigma = 91$ MPa, $N_f = 4 \times 10^6$. (b) 99.99% Cu HPT (4 GPa), $\sigma = 68$ MPa, $N_f = 2 \times 10^8$. (c) 99.9% Cu HPT (2 GPa), $\sigma = 121$ MPa, $N_f = 5 \times 10^8$. Alle Bilder sind im selben Maßstab, Pfeile kennzeichnen die Stellen, die in den Abbildungen 32, 34 und 35 zu sehen sind.

alle Extrusionen im Bereich der Kerbe, an der der Riss initiiert wurde. Im Unterschied zu Untersuchungen an ECAP-verformtem Kupfer, wo Scherbänder mit Extrusionen entlang der Scherebene der letzten ECAP-Pressung beobachtet wurden [40, 51, 52, 53], besitzen die hier sichtbaren Extrusionen keine Vorzugsrichtung.

In Abb. 34 ist ein vergrößerter Ausschnitt eines Risses in hochreinem HPT-Kupfer bei niedriger Spannungsamplitude zu sehen, man kann deutlich die Ablenkungen des Risspfades erkennen.

4. Ergebnisse und Diskussion

Abbildung 35 schließlich ist eine Detailaufnahme von Extrusionen, die, wenn auch in wesentlich geringerer Anzahl als in hochreinem, auch in weniger reinem HPT-Kupfer vorhanden sind.

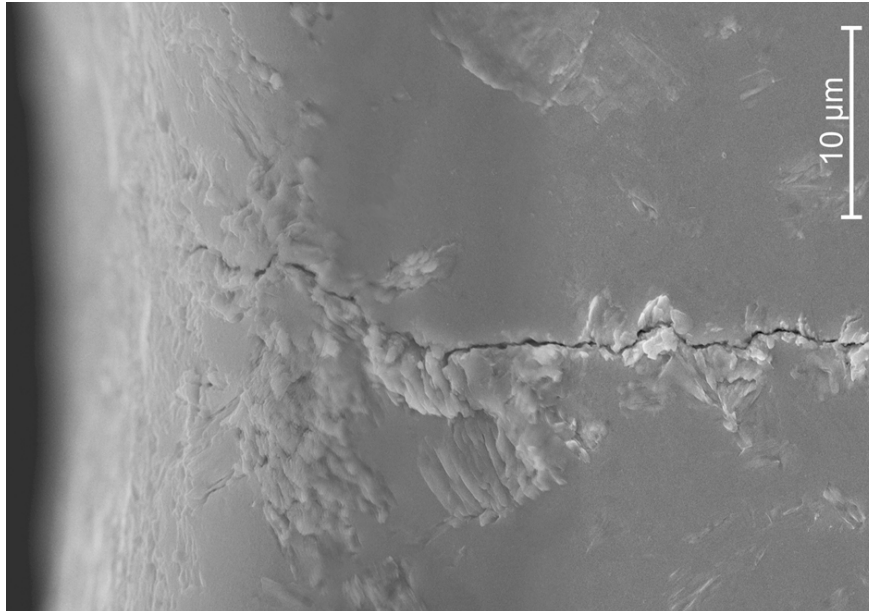


Abbildung 32: Detail aus Abb. 31a: Extrusionen im Bereich der Kerbe (links), an der der Riss initiiert wurde. (Bild relativ zu Abb. 31 um 90° gedreht.)

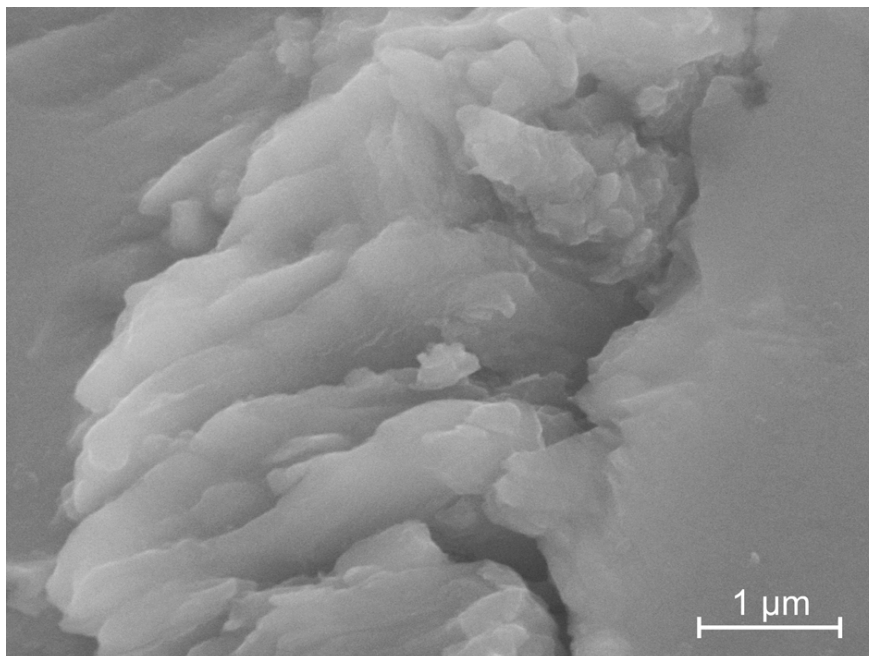


Abbildung 33: Detail aus Abb. 31a: Vergrößerte Aufnahme der parallelen Extrusionen.

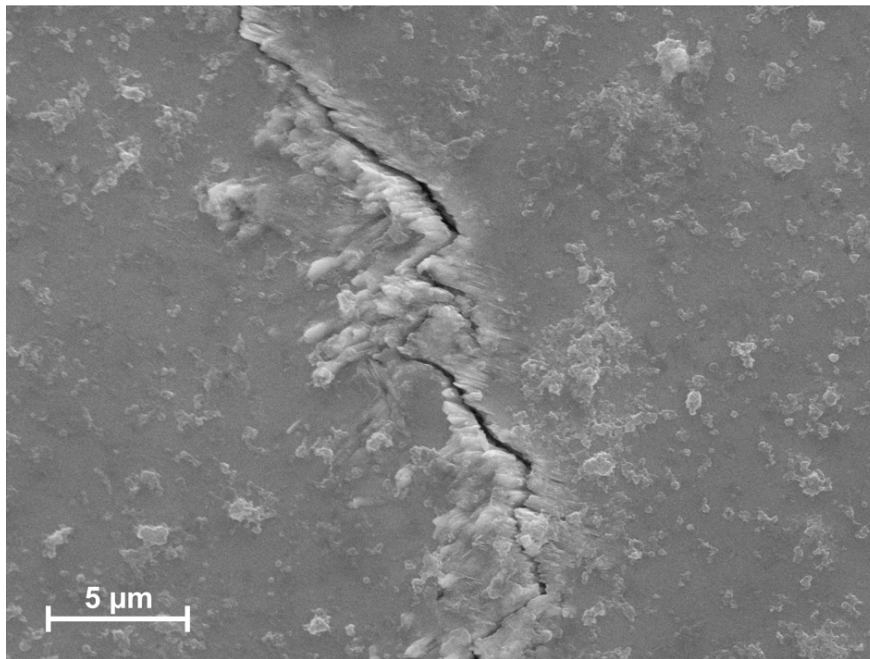


Abbildung 34: Detail aus Abb. 31b: Rissverlauf und Extrusionen bei geringer Spannungsamplitude.

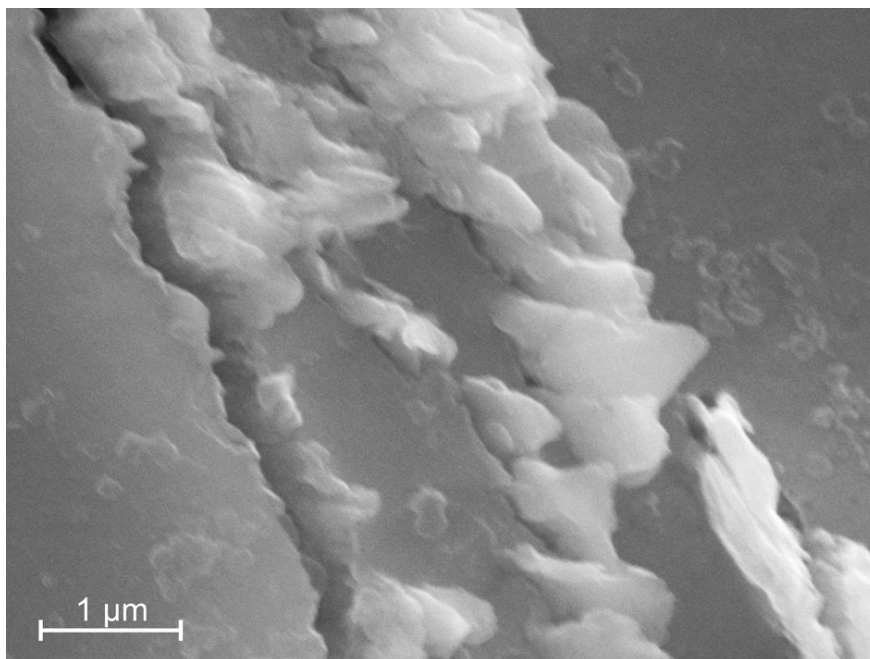


Abbildung 35: Detail aus Abb. 31c: Extrusionen auf der Oberfläche einer 99.9% reinen Cu-Probe.

Untersuchungen des Risswachstumsverhaltens nanokristalliner und ultrafeinkörniger Materialien zeigen vor allem bei niedrigen Spannungsintensitätsfaktoren (ΔK , siehe Gl. 2.11) ein schnelleres Risswachstum im Vergleich zu grobkörnigem Material [21, 54, 55, 56]. Dies wird darauf zurückgeführt, dass bei niedrigem ΔK der Rissverlauf kristallographisch (das heißt entlang des aktiven Hauptgleitsystems) und in grobkörnigerem Material somit gewundener ist. Dieser gewundene Rissverlauf führt zu einem rauigkeitsbedingten Schließen des Risses, wodurch das Risswachstum langsamer ist [17].

Wie im nächsten Kapitel noch ausführlich diskutiert wird, ist hochreines, nanostrukturiertes Kupfer bei Wechselbelastung nicht stabil und zeigt Kornwachstum. Dies erklärt auch die Unterschiede in der Rissmorphologie:

In hochreinem Kupfer wachsen die Körner vor allem im Bereich der Kerben auf Größen um die 10 Mikrometer, man kann daher nicht mehr von ultrafeinkörnigem Material sprechen. Der Rissverlauf gleicht dementsprechend eher dem eines grobkörnigen Materials. Er ist also bei geringer Belastungsamplitude kristallographisch und gewunden.

99.9% reines HPT-Kupfer zeigt selbst bei hohen Zyklenzahlen nur sehr geringes Kornwachstum, der Riss kann sich dadurch geradlinig ausbreiten. Messungen der Risslänge in Abhängigkeit der Zyklenzahl zeigen außerdem ein wesentlich schnelleres Risswachstum als bei 99.99% reinem Kupfer.

Dies ist in Abb. 36 zu sehen, wo während der Verformung aufgenommene Risswachstumskurven abgebildet sind.

Da dies nicht die Hauptaufgabe der vorliegenden Arbeit war, sind nicht zu allen Messungen Daten für derartige Kurven vorhanden. Jedoch lässt sich anhand der in Abb. 36 dargestellten Kurven für das weniger reine HPT-Kupfer eine höhere Risswachstumsgeschwindigkeit (also steilere Kurven), als für das hochreine HPT-Kupfer feststellen. Dies könnte damit erklärt werden, dass in hochreinem Kupfer die Korngröße während der Wechselbelastung zunimmt, während dies für weniger reines Kupfer nicht der Fall ist.

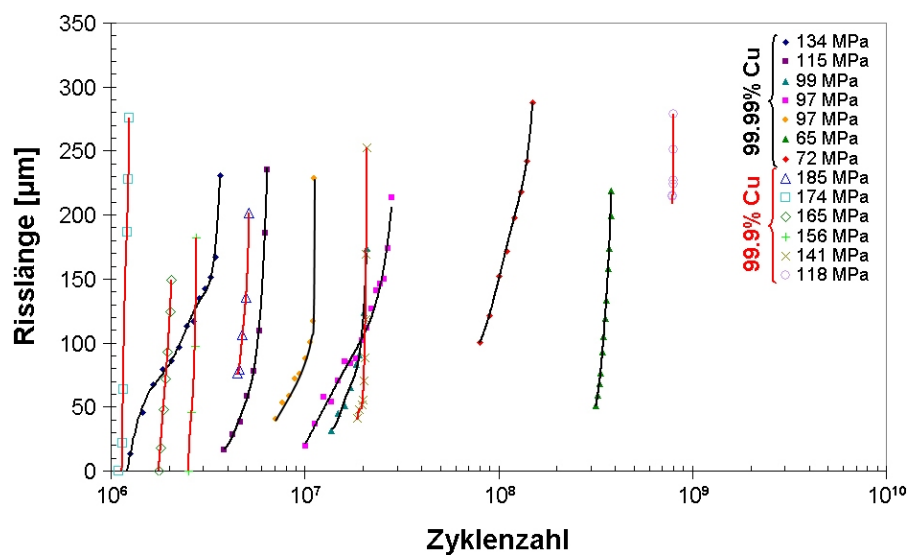


Abbildung 36: Risswachstumskurven von 99.99% reinem, HPT-Kupfer (schwarze Linien) und 99.9% reinem, HPT-Kupfer (rote Linien) bei unterschiedlichen Spannungsamplituden.

4.4. Mikrostrukturentwicklung

Rasterelektronenmikroskop-Untersuchungen an belasteten, gebrochenen sowie ungebrochenen, hochreinen, HPT-verformten Kupfer-Proben zeigen zusammengefasst folgendes Ergebnis:

1. Im Bereich der höchsten Spannung, das heißt insbesondere in der Umgebung der Kerben, kommt es zu einer Vergrößerung der Mikrostruktur.
2. Die Ausdehnung dieses grobkörnigen Bereichs nimmt mit zunehmender Zyklenzahl zu.

Abbildung 37 zeigt, wie bei einer Probe, die im Bereich von 10^8 Zyklen gebrochen ist, die grobkörnige Region unmittelbar neben der feinkörnigen liegt.

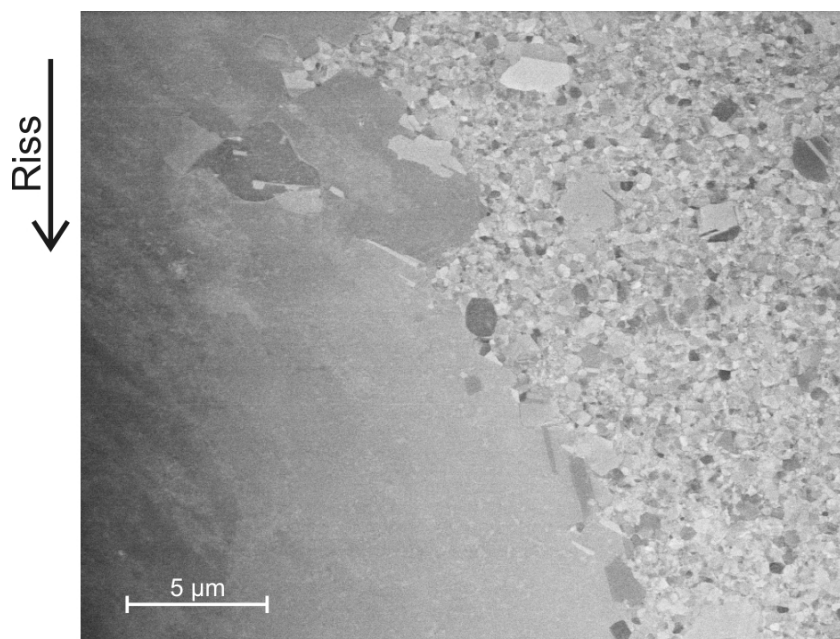


Abbildung 37: Kornvergrößerung im Bereich des Risses. Probe 99.99% Cu HPT (4 GPa) gebrochen nach 3.9×10^8 Zyklen bei 65 MPa.

Bei den nicht gebrochenen Proben lässt sich die Größe des grobkörnigen Bereichs an der Probenoberseite quantitativ abschätzen (z.B. Abb. 38), nicht jedoch bei den gebrochenen. Bei diesen wurde einerseits durch das elektrolytische Polieren die Risskante abgetragen, andererseits finden sich hier zum Teil auch entlang des Risses grobkörnige Bereiche, wobei es nicht mehr möglich ist zu sagen, ob diese vor der Rissinitiierung entstanden sind oder erst, als sich der Riss in dieses Gebiet ausgebreitet hat.

Es wurden drei ungebrochene Proben mit grobkörnigen Bereichen untersucht, siehe Tabelle 5. Beim Vergleich der beiden hochreinen Proben, die mit einer ähnlichen Spannungsamplitude belastet wurden, zeigt sich deutlich, dass die Ausdehnung des grobkörnigen Bereichs mit steigender Zyklenzahl zunimmt.

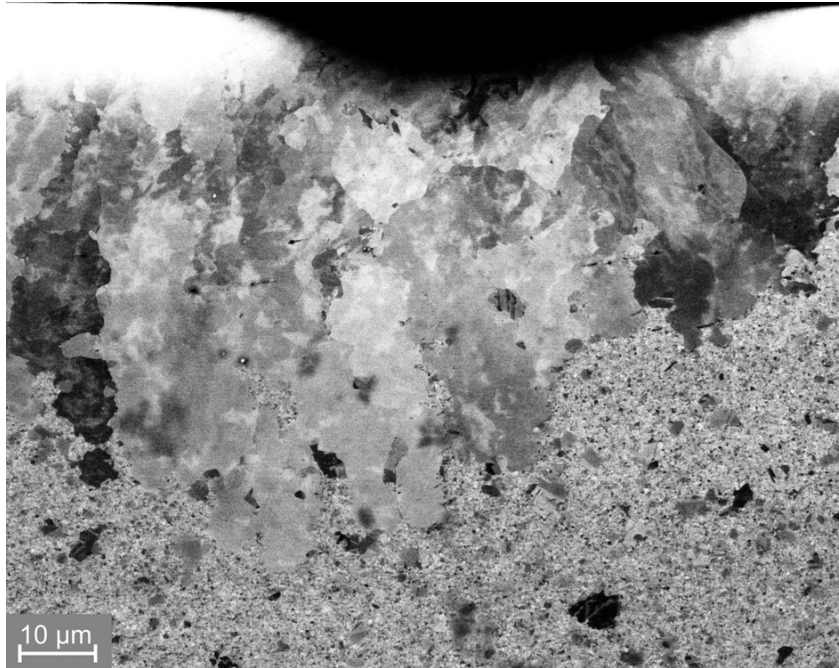


Abbildung 38: Kornvergrößerung im Bereich der Kerbe (oben im Bild). Probe 99.99% Cu HPT (4 GPa). 2×10^8 Zyklen bei 69 MPa (kein Bruch).

Tabelle 5: Abschätzung der Größe des grobkörnigen Bereichs verschiedener belasteter, aber nicht gebrochener HPT-Proben. (σ ... Spannungsamplitude, N ... Zyklenzahl)

Material	σ	N	Grobkörniger Bereich	Abb.
Cu 99.99% HPT	69 MPa	2×10^8	60 μm - einseitig	38
Cu 99.99% HPT	71 MPa	1×10^9	70 μm - beidseitig symm.	–
Cu 99.9% HPT	114 MPa	1×10^9	50 μm - einseitig, Riss	40

Die ultrafeinkörnige Struktur des weniger reinen, HPT-verformten Kupfers ist, anders als die des hochreinen, weitgehend stabil (siehe Abb. 39). Nur bei einer einzigen Probe wurden nach 10^9 Zyklen grobe Körner gefunden, siehe Abb. 40. Dies ist zusätzlich ein interessanter Fall, da bereits ein Riss initiiert wurde, dieser sich aber bei der angegebenen Zyklenzahl nicht über den grobkörnigen Bereich hinaus fortpflanzen konnte und nicht zum Bruch führte. Der Verlauf ist dort gewunden und kristallographisch.

Im untersuchten ECAP-Material (Reinheit 99.9%) konnte an keiner Probe Kornwachstum beobachtet werden. Da an HPT-Kupfer gleicher Reinheit jedoch nur an einer einzigen Probe Vergrößerung entdeckt wurde, kann man daraus nicht schließen, dass ECAP-Material stabiler wäre als HPT-verformtes. Dazu wären weitere Untersuchungen und eventuell höhere Zyklenzahlen notwendig.

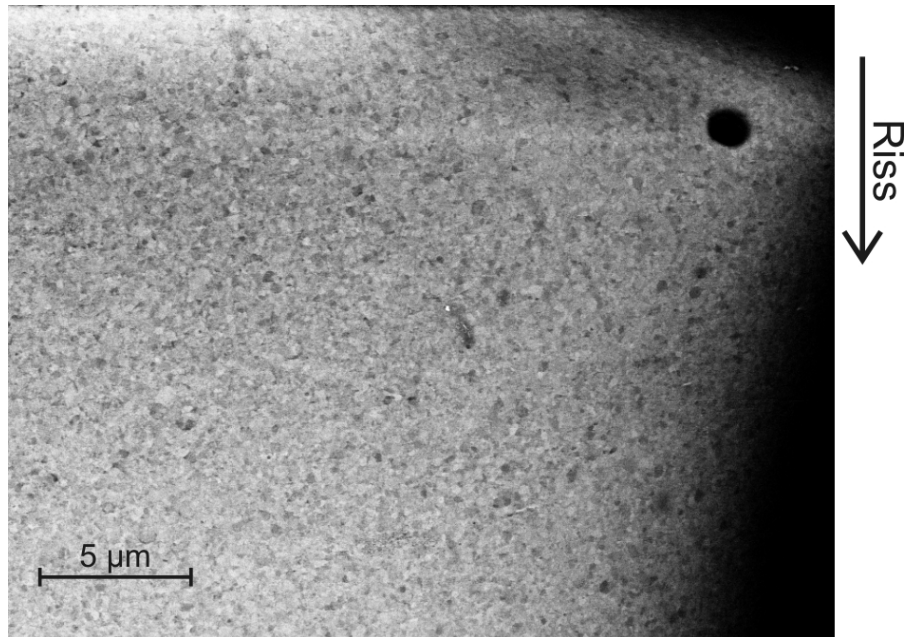


Abbildung 39: Keine Änderung der Mikrostruktur in einer 99.9% Cu Probe (HPT 2 GPa) gebrochen nach 2.6×10^7 Zyklen bei einer Spannung von 141 MPa. Oben rechts ist ein kleiner Ausschnitt der Kerbe zu sehen, entlang des rechten Bildrands verläuft der Bruch. Der schwarze Punkt in der rechten oberen Ecke ist eine durch das Elektropolieren entstandene Unebenheit.

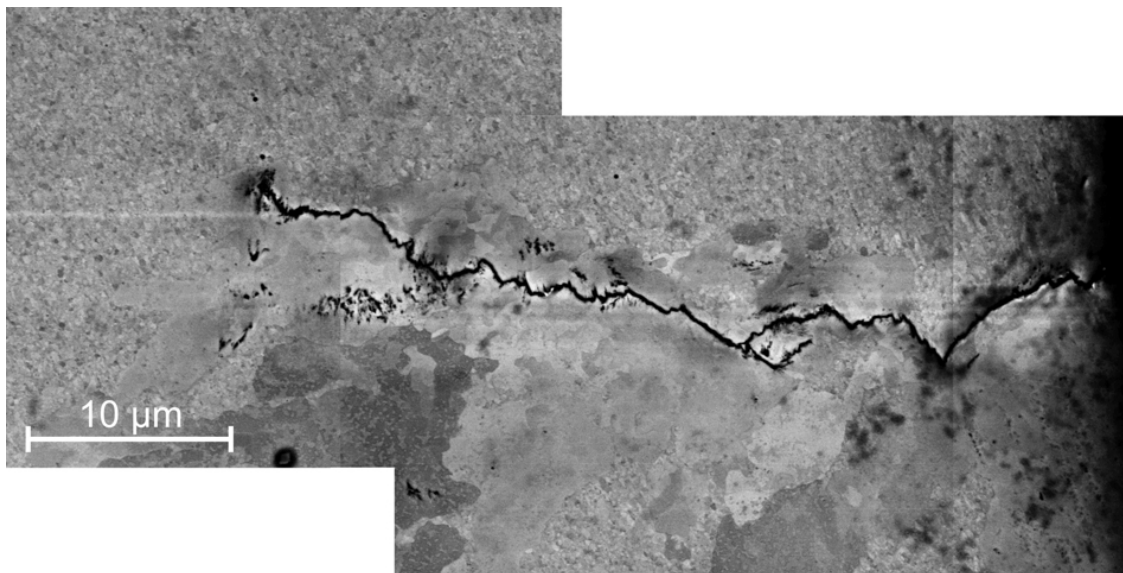


Abbildung 40: Kornvergrößerung im Bereich der Kerbe (rechts im Bild) und dort initiiertes Riss. Probe 99.9% Cu HPT (2 GPa) nach 10^9 Zyklen bei einer Spannung von 114 MPa.

Für die Kornvergrößerung in hochreinem Kupfer bietet sich folgende Erklärung an: Die in Form von Gitterdefekten, vor allem Versetzungen, in SPD-verformten Materialien gespeicherte Energie ist sehr groß und unterstützt gemeinsam mit der geringen Korngröße und dem Nichtgleichgewichtszustand der Korngrenzen dynamische Rekristallisation und Kornwachstum [57], welche ansonsten höhere Temperaturen benötigen würden.

Hochreines, nanostrukturiertes Kupfer ist nicht stabil und wird durch thermische Energie als auch durch Energie, die durch plastische Verformung (das heißt Gitterdefekte und innere Spannungen) ins Material gebracht wird, zu Kornwachstum angeregt.

Die Größe der Körner nach hohen Zyklenzahlen (um die 10 μm) lässt sich nicht allein durch dynamische primäre Rekristallisation erklären, da es durch die ursprünglich geringe Korngröße eine große Anzahl an Rekristallisationskeimen geben müsste und damit die entstehende Korngröße ebenfalls gering sein sollte [57]. Entscheidend muss also Kornwachstum, das heißt sekundäre Rekristallisation, sein. Durch eine Verringerung der Korngrenzen wird die im Material gespeicherte Energie deutlich verringert.

Verunreinigungen besitzen ein enormes Potential, die Beweglichkeit von Korngrenzen einzuschränken und damit das Kornwachstum zu hemmen [57]. In nur 99.9% reinem HPT-Kupfer kommt es deshalb erst bei sehr hohen Zyklenzahlen zur Bildung grobkörniger Bereiche und damit zu wesentlich längeren Lebensdauern.

Das zu Kornwachstum neigende, hochreine HPT-Kupfer zeigt im Vergleich zu den anderen untersuchten SPD-Materialien auch einen wesentlich stärkeren Abfall der S/N-Kurve. Da im Laufe der zyklischen Belastung die kleinen Körner, die eine Rissbildung erschweren würden [17], vergrößern und im Bereich der höchsten Spannung an den Kerben nicht mehr vorhanden sind, findet die Rissbildung früher statt und die gesamte Lebensdauer der Probe wird merklich vermindert.

Wie schon in Kapitel 2.3.2 erwähnt, wurde auch an ECAP-verformtem, hochreinem Kupfer häufig eine Vergrößerung der Mikrostruktur durch Wechselbelastung beobachtet, siehe z.B. [24, 25].

Die hier angeführten Ergebnisse und Interpretationen decken sich auch mit denen von Höppel et al. [38], die einen zeitabhängigen Prozess – dynamische Rekristallisation – für die Vergrößerung verantwortlich machen.

Allerdings stehen sie auch im Gegensatz zu den Ergebnissen von Lukáš et al. [41], die an ECAP-Kupfer mit einer Reinheit von 99.9998% keine Vergrößerung feststellten.

5. Zusammenfassung & Schlussfolgerungen

Im Rahmen dieser Diplomarbeit ist es gelungen, Lebensdauerkurven von HPT-verformtem Kupfer aufzunehmen. Da die Probengröße bei dieser SPD-Technik beschränkt ist, war es zuerst notwendig, geeignete Miniaturproben (Querschnitt $600\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$) anzufertigen. Am besten erwies sich die Herstellung mittels Funkenerosionssäge. Vor allem die Kerben, die ebenfalls mit einer Funkenerosionssäge seitlich in die Proben geschnitten wurden, stellten eine Herausforderung da. Am Ende war es jedoch möglich, die Proben in annehmbar reproduzierbarer Form herzustellen.

Durch Einsatz eines Ultraschallresonanzsystems zur Wechselbelastung mit einer Frequenz von 20 kHz war es möglich, bis zu sehr hohen Zyklenzahlen (10^9) zu messen. Dazu wurden die Miniaturproben auf Titan-Träger geklebt, die in der Mitte ein Loch hatten, sodass die Kupferproben im Bereich maximaler Dehnung frei schwingen konnten. Neben hochreinem (99.99%) und kommerziell reinem (99.9%), HPT-verformtem Kupfer wurde bei gleicher Geometrie auch hochreines, geglühtes sowie kommerziell reines, ECAP-verformtes Kupfer untersucht.

Die SPD-Verformung führt zur Ausbildung einer ultrafeinkörnigen Struktur. Eine geringere Reinheit bewirkt dabei kleinere Körner und eine homogenere Verteilung, HPT führt im Vergleich zu ECAP zu einer geringeren Korngröße.

Die Ergebnisse der Ermüdungsversuche können wie folgt zusammengefasst werden: HPT-verformtes Kupfer zeigt ein besseres Ermüdungsverhalten als ECAP-verformtes gleicher Reinheit, das heißt, die S/N-Kurve ist zu höheren Spannungsamplituden verschoben. Dieses Ergebnis ist analog zur Zugfestigkeit und Mikrohärtigkeit der beiden Materialien. Die durch HPT im Unterschied zu ECAP erreichte kleinere Korngröße (200 nm statt 300 nm) führt zu einem höheren Dauerfestigkeitswert wie auch zur Verbesserung der Materialeigenschaften bei monotoner Belastung.

Im Vergleich zu kommerziell reinem HPT-Kupfer fällt die S/N-Kurve von hochreinem HPT-Kupfer deutlich stärker ab, der Dauerfestigkeitswert ist sogar niedriger als der des hochreinen, geglühten Kupfers. Die Ursache dafür ist die geringe Stabilität der stark verformten, ultrafeinkörnigen Struktur. Durch die Wechselbelastung kommt es zu dynamischer Rekristallisation und Kornwachstum, wobei die Größe des grobkörnigen Bereichs mit zunehmender Zyklenzahl zunimmt. Außerdem kommt es an der Oberfläche zur Bildung von parallelen Extrusionen.

Im Bereich der Kerben entstehen Körner mit Größen um die $10\ \mu\text{m}$, welche die Rissinitiierung unterstützen. Diese ist vor allem im Bereich sehr hoher Zyklenzahlen wesentlich für die Gesamtlebensdauer der Probe. Die großen Körner führen auch dazu, dass der

Rissverlauf in diesem Bereich bei geringer Spannung eher kristallographisch (d.h. transkristallin) verläuft und gewunden ist.

Eine Variation des hydrostatischen Drucks bei der HPT-Verformung zwischen 2 und 4 GPa führt zu keinem unterschiedlichen Ergebnis in der S/N-Kurve, analog zu den Werten der Mikrohärtigkeit.

Die Instabilität des hochreinen HPT-Kupfers ist durch die hohe Anzahl an Korngrenzen und Defekten und der darin gespeicherten Energie begründet, welche dynamische Rekristallisation und Kornwachstum schon bei niedrigen Temperaturen möglich machen.

Kornwachstum ist in kommerziell reinem, SPD-verformtem Kupfer nur wenig ausgeprägt, die Fremdatome hemmen die Bewegung der Korngrenzen, und die ultrafeinkörnige Struktur bleibt auch nach 10^9 Belastungszyklen weitgehend erhalten. Dies führt zu einem geringeren Abfall der S/N-Kurve und damit zu einem höheren Dauerfestigkeitswert. Auch ist der Rissverlauf bei niedriger Belastungsamplitude gerade.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die geringe Stabilität von hochreinem, HPT-verformtem Kupfer einen beträchtlichen negativen Einfluss auf das Verhalten bei Wechselbelastung hat. Es kommt zu zeitabhängigem Kornwachstum, welches wiederum zu einer verringerten Lebensdauer führt. Eine Verringerung der Reinheit führt jedoch zu einer Stabilisierung der ultrafeinkörnigen Struktur und damit zu einer deutlichen Verbesserung der Ermüdungseigenschaften.

Beim Vergleich der gemessenen S/N-Kurven mit Literaturwerten von ECAP-verformtem Kupfer zeigt sich eine gute Übereinstimmung, wegen des nicht standardmäßigen Messaufbaus und der geringen Probengröße ist ein direkter Vergleich jedoch nicht verlässlich. Eine zeitabhängige Vergrößerung der Mikrostruktur von hochreinem, SPD-verformtem Kupfer wird von der Literatur allerdings nur teilweise bestätigt, was weitere Untersuchungen erforderlich macht.

Literatur

- [1] E. Hornbogen, H. Warlimont. *Metallkunde*. Springer (2001).
- [2] M.J. Zehetbauer, J. Kohout, E. Schafner, F. Sachslehner, A. Dubravina. *Plastic deformation of nickel under high hydrostatic pressure*. Journal of Alloys and Compounds 378 (2004) 329–334.
- [3] M.J. Zehetbauer, H.P. Stüwe, A. Vorhauer, E. Schafner, J. Kohout. *The Role of Hydrostatic Pressure in Severe Plastic Deformation*. Advanced Engineering Materials 5 (2003) 330–337.
- [4] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. *Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation*. Progress in Materials Science 45 (2000) 103–189.
- [5] K.S. Kumar, H. Van Swygenhoven, S. Suresh. *Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys*. Acta Materialia 51 (2003) 5743–5774.
- [6] T. Hebesberger, H.P. Stüwe, A. Vorhauer, F. Wetscher, R. Pippan. *Structure of Cu deformed by high pressure torsion*. Acta Materialia 53 (2005) 393–402.
- [7] A. Vorhauer, R. Pippan. *On the homogeneity of deformation by high pressure torsion*. Scripta Materialia 51 (2004) 921–925.
- [8] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. *The process of grain refinement in equal-channel angular pressing*. Acta Materialia 46 (1998) 3317–3331.
- [9] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. *The use of severe plastic deformation for microstructural control*. Materials Science and Engineering A 324 (2002) 82–89.
- [10] E. Schafner, M.B. Kerber. *Microstructural investigation of the annealing behaviour of high-pressure torsion (HPT) deformed copper*. Materials Science and Engineering A 462 (2007) 139–143.
- [11] Y.T. Zhu, T.G. Langdon. *The fundamentals of nanostructured materials processed by severe plastic deformation*. JOM 56(10) (2004) 58–63.
- [12] R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, Y.T. Zhu, T.C. Lowe. *Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation*. Journal of Materials Research 17 (2002) 5–8.
- [13] F.A. Mohamed, Y. Li. *Creep and superplasticity in nanocrystalline materials: current understanding and future prospects*. Materials Science and Engineering A 298 (2001) 1–15.

- [14] M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson. *Mechanical properties of nanocrystalline materials*. Progress in Materials Science 51 (2006) 427–556.
- [15] M. Klesnil, P. Lukáš. *Fatigue of Metallic Materials*. Elsevier Scientific Publishing Company (1980).
- [16] P. Lukáš, L. Kunz. *Specific features of high-cycle and ultra-high-cycle fatigue*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures 25 (2002) 747–753.
- [17] S. Suresh. *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press (1991).
- [18] R.E. Peterson. *Stress concentration factors*. John Wiley and Sons (1974).
- [19] L. Pook. *Metal Fatigue*. Springer (2007).
- [20] U. Krupp. *Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys*. Wiley-VCH (2007).
- [21] A. Vinogradov. *Fatigue limit and crack growth in ultra-fine grain metals produced by severe plastic deformation*. Journal of Materials Science 42 (2007) 1797–1808.
- [22] A.W. Thompson, W.A. Backofen. *The effect of grain size on fatigue*. Acta Metallurgica 19 (1971) 597–606.
- [23] S.R. Agnew, A. Vinogradov, S. Hashimoto, J.R. Weertman. *Overview of fatigue performance of Cu processed by severe plastic deformation*. Journal of Electronic Materials 28 (1999) 1038–1044.
- [24] A. Vinogradov, S. Hashimoto. *Multiscale phenomena in fatigue of ultra-fine grain materials - an Overview*. Materials Transactions 42 (2001) 74–84.
- [25] H. Mughrabi, H.W. Höppel, M. Kautz. *Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation*. Scripta Materialia 51 (2004) 807–812.
- [26] H.W. Höppel, M. Kautz, C. Xu, M. Murashkin, T.G. Langdon, R.Z. Valiev, H. Mughrabi. *An overview: Fatigue behaviour of ultrafine-grained metals and alloys*. International Journal of Fatigue 28 (2006) 1001–1010.
- [27] H.W. Höppel. *Mechanical properties of ultrafine grained metals under cyclic and monotonic loads: An Overview*. Materials Science Forum 503-504 (2006) 259–266.
- [28] H.W. Höppel, M. Brunnbauer, H. Mughrabi, R.Z. Valiev, A.P. Zhilyaev. *Cyclic deformation behaviour of ultrafine grain size copper produced by equal channel angular extrusion*. In *Proceedings of Werkstoffwoche 2000* (<http://www.materialsweek.org/proceedings>).

- [29] W.-J. Kim, C.-Y. Hyun, H.-K. Kim. *Fatigue strength of ultrafine-grained pure Ti after severe plastic deformation*. Scripta Materialia 54 (2006) 1745–1750.
- [30] V. Patlan, A. Vinogradov, K. Higashi, K. Kitagawa. *Overview of fatigue properties of fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing*. Materials Science and Engineering A 300 (2001) 171–182.
- [31] M. Goto, S.Z. Han, T. Yakushiji, S.S. Kim, C.Y.Lim. *Fatigue strength and formation behavior of surface damage in ultrafine grained copper with different non-equilibrium microstructures*. International Journal of Fatigue 30 (2008) 1333–1344.
- [32] S.Z. Han, M. Goto, C. Lim, C.J. Kim, S. Kim. *Fatigue behavior of nano-grained copper prepared by ECAP*. Journal of Alloys and Compounds 434-435 (2007) 304–306.
- [33] P. Lukáš, L. Kunz, M. Svoboda. *Fatigue notch sensitivity of ultrafine-grained copper*. Materials Science and Engineering A 391 (2005) 337–341.
- [34] L. Kunz, P. Lukáš, M. Svoboda. *Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper*. Materials Science and Engineering A 424 (2006) 97–104.
- [35] S.R. Agnew, J.R. Weertman. *Cyclic softening of ultrafine grain copper*. Materials Science and Engineering A 244 (1998) 145–153.
- [36] H. Mughrabi, H.W. Höppel, M. Kautz, R.Z. Valiev. *Annealing treatments to enhance thermal and mechanical stability of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation*. Zeitschrift für Metallkunde 94 (2003) 1079–1083.
- [37] A. Vinogradov, Y. Kaneko, K. Kitagawa, S. Hashimoto, V. Stolyarov, R. Valiev. *Cyclic response of ultrafine-grained copper at constant plastic strain amplitude*. Scripta Materialia 36 (1997) 1345–1351.
- [38] H.W. Höppel, Z.M. Zhou, H. Mughrabi, R.Z. Valiev. *Microstructural study of the parameters governing coarsening and cyclic softening in fatigued ultrafine-grained copper*. Philosophical Magazine A 82 (2002) 1781–1794.
- [39] H.W. Höppel, C. Xu, M. Kautz, N. Barta-Schreiber, T.G. Langdon, H. Mughrabi. *Cyclic deformation behaviour and possibilities for enhancing the fatigue properties of ultrafine-grained metals*. In 2nd International Conference „Nanomaterials by Severe Plastic Deformation: Fundamentals - Processing - Applications“ (2003).

- [40] S.D. Wu, Z.G. Wang, C.B. Jiang, G.Y. Li, I.V. Alexandrov, R.Z. Valiev. *The formation of PSB-like shear bands in cyclically deformed ultrafine grained copper processed by ECAP*. Scripta Materialia 48 (2003) 1605–1609.
- [41] P. Lukáš, L. Kunz, M. Svoboda, M. Buksa, Q. Wang. *Mechanisms of cyclic plastic deformation in ultrafine-grain copper produced by severe plastic deformation*. Proceedings of the Hael Mughrabi Honorary Symposium TMS (2008) 161–166.
- [42] G. Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer (2007).
- [43] A. Vinogradov, S. Hashimoto. *Fatigue of Severely Deformed Metals*. Advanced Engineering Materials 5 (2003) 351–358.
- [44] F. Wetscher, A. Vorhauer, R. Pippan. *Strain hardening during high pressure torsion deformation*. Materials Science and Engineering A 410-411 (2005) 213–216.
- [45] E. Schafler, A. Dubravina, B. Mingler, H.P. Karnthaler, M. Zehetbauer. *On the microstructure of HPT processed Cu under variation of deformation parameters*. Materials Science Forum 503-504 (2006) 51–56.
- [46] H. Schumann, H. Oettel. *Metallografie*. Wiley-VCH (2005).
- [47] A. Hadrboletz. *Rissausbreitung im Bereich kleiner Wachstumsraten bei schwingender Beanspruchung in kubisch flächenzentrierten Metallen*. Dissertation, Universität Wien (1983).
- [48] R. Stickler, B. Weiss. *Review of the application of ultrasonic fatigue test methods for the determination of crack growth and threshold behavior of metallic materials*. Ultrasonic Fatigue, Conf. Proc. AIME (1982).
- [49] A. Hadrboletz, B. Weiss, G. Khatibi. *Fatigue and fracture properties of thin metallic foils*. International Journal of Fracture 107 (2001) 307–327.
- [50] A. Wiczorek. *Physical reasons for ductility in nanocrystalline metals*. Seminarvortrag 20.12.2006, Universität Wien.
- [51] C. Xu, Q. Wang, M. Zheng, J. Li, M. Huang, Q. Jia, J. Zhu, L. Kunz, M. Buksa. *Fatigue behavior and damage characteristic of ultra-fine grain low-purity copper processed by equal-channel angular pressing (ECAP)*. Materials Science and Engineering A 475 (2008) 249–256.
- [52] P. Lukáš, L. Kunz, M. Svoboda. *Effect of low temperature on fatigue life and cyclic stress-strain response of UFG copper*. Metallurgical and Materials Transactions A 38A (2007) 1910–1915.

- [53] M. Goto, S.Z. Han, T. Yakushiji, C.Y. Lim, S.S. Kim. *Formation process of shear bands and protrusions in ultrafine grained copper under cyclic stresses*. Scripta Materialia 54 (2006) 2101–2106.
- [54] T. Hanlon, E.D. Tabachnikova, S. Suresh. *Fatigue behavior of nanocrystalline metals and alloys*. International Journal of Fatigue 27 (2005) 1147–1158.
- [55] P.S. Pao, H.N. Jones, S.F. Cheng, C.R. Feng. *Fatigue crack propagation in ultrafine grained Al–Mg alloy*. International Journal of Fatigue 27 (2005) 1164–1169.
- [56] L.W. Meyer, K. Sommer, T. Halle, M. Hockauf. *Microstructure and mechanical properties affecting crack growth behaviour in AA6060 produced by equal-channel angular extrusion*. Materials Science Forum 584-586 (2008) 815–820.
- [57] F.J. Humphreys, M. Haterly. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Pergamon (1995).

A. Probengeometrie

Tabelle 6: Untersuchte Proben: Probennummer, Reinheit, (Verformungs-) Zustand, Radius (nur bei HPT-Proben), Breite und Höhe der Probenstreifen, theoretischer Spannungskonzentrationsfaktor der Kerbgeometrie.

Probennr.	Reinheit	Zustand	Radius [mm]	Breite [μm]	Höhe [μm]	K_t
1 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	2.46	621	240	1.62
1 IV	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	1.64	538	204	1.63
3 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	2.07	611	188	1.64
3 IV	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	2.11	606	197	1.68
4 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	2.09	615	218	1.69
5 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	2.66	627	246	1.71
6 IV	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	2.05	614	200	1.72
7 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	2.15	607	204	1.73
7 IV	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	1.97	600	209	1.74
8 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	1.99	607	189	1.78
8 IV	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	2.25	591	198	1.74
9 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	2.31	589	169	1.69
19 IV	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.05	590	160	1.66
20 IV	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	1.88	594	145	1.67
21 II	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.43	605	210	1.71
21 IV	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.00	596	223	1.68
22 II	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.14	611		1.68
22 IV	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.07	595	200	1.69
99.9% – 2 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.05	609	203	1.72
99.9% – 4 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.01	596	187	1.73
99.9% – 5 II	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.27	599	177	1.69
99.9% – 5 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	1.95	612	181	1.77
99.9% – 6 II	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.54	554	201	1.69
99.9% – 6 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	1.93	579	210	1.77
99.9% – 7 II	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.11	579	213	1.65
99.9% – 7 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.11	577	200	1.70
99.9% – 8 II	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	2.36	593	213	1.74
99.9% – 8 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	1.88	594	201	1.77
ECAP a	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C		618	219	1.69
ECAP c	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C		577	199	1.71
ECAP d	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C		579	200	1.72
ECAP e	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C		585	191	1.62
ECAP f	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C		608	193	1.64
ECAP g	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C		589	193	1.61
ECAP h	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C		609	192	1.78
init L	99.99%	geglüht		582	217	1.72
init M	99.99%	geglüht		617	221	1.69
init N	99.99%	geglüht		609	219	1.70
init S	99.99%	geglüht		530	203	1.56

A. Probengeometrie

init T	99.99%	geglüht	599	201	1.54
init U	99.99%	geglüht	552	190	1.74
init X	99.99%	geglüht	619	213	1.76

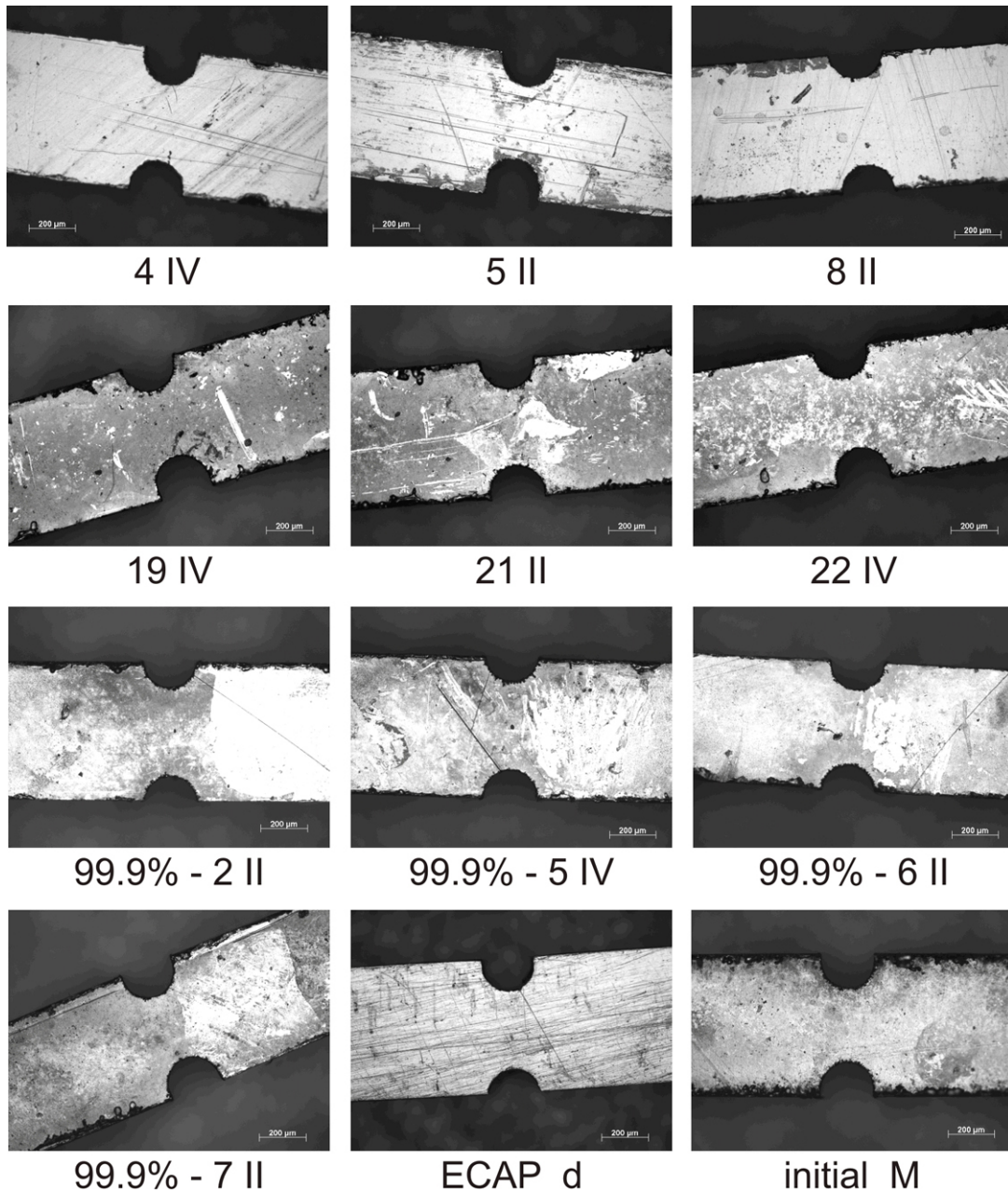


Abbildung 41: Auswahl einiger lichtmikroskopischer Aufnahmen der Kerbgeometrie der Proben.

B. Messwerte

Tabelle 7: Probennummer, Reinheit, (Verformungs-) Zustand, Spannungsamplitude und Zyklenzahl.

Probennr.	Reinheit	Zustand	Spannung [MPa]	Zyklenzahl	
1 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	78	8.16×10^7	kein Bruch
1 IV	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	68	2.03×10^8	
3 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	115	6.49×10^6	
3 IV	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	128	7.83×10^6	
4 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	97	1.12×10^7	
5 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	97	2.83×10^7	
6 IV	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	65	3.86×10^8	
7 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	89	2.90×10^8	
7 IV	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	71	1.26×10^9	
8 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	158	1.60×10^6	
8 IV	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	149	3.87×10^6	
9 II	99.99%	HPT: 4 GPa, 2 rot	72	1.52×10^8	
19 IV	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	154	9.60×10^5	
20 IV	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	134	3.65×10^6	
21 II	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	99	2.11×10^7	
21 IV	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	84	6.59×10^7	
22 II	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	77	4.84×10^7	
22 IV	99.99%	HPT: 2 GPa, 2 rot	117	1.22×10^7	
99.9% – 2 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	185	5.24×10^6	kein Bruch
99.9% – 4 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	165	2.20×10^6	
99.9% – 5 II	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	141	2.58×10^7	
99.9% – 5 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	174	1.29×10^6	
99.9% – 6 II	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	118	7.97×10^8	
99.9% – 6 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	119	1.00×10^9	
99.9% – 7 II	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	121	5.18×10^8	
99.9% – 7 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	156	2.79×10^6	
99.9% – 8 II	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	128	1.79×10^8	
99.9% – 8 IV	99.9%	HPT: 2 GPa, 2 rot	149	2.46×10^7	
ECAP a	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C	104	1.20×10^8	kein Bruch
ECAP c	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C	98	9.60×10^8	
ECAP d	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C	123	3.19×10^6	kein Bruch
ECAP e	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C	111	7.59×10^6	
ECAP f	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C	102	1.00×10^9	
ECAP g	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C	106	1.89×10^7	
ECAP h	99.9%	ECAP: 8 passes, B _C	222	3.20×10^5	
init L	99.99%	geglüht	89	2.90×10^8	kein Bruch
init M	99.99%	geglüht	76	5.15×10^8	kein Bruch
init N	99.99%	geglüht	89	8.87×10^6	
init S	99.99%	geglüht	95	1.70×10^7	
init T	99.99%	geglüht	102	1.82×10^6	
init U	99.99%	geglüht	103	7.81×10^6	
init X	99.99%	geglüht	97	3.63×10^7	

Danksagung

Vielen Dank an Ao. Univ. Prof. Dr. Michael Zehetbauer für die Ermöglichung dieser Diplomarbeit und die Gelegenheit, bereits während des Diplomstudiums an internationalen Konferenzen teilnehmen zu können.

Ich danke außerdem der gesamten Gruppe „Physik Nanostrukturierter Materialien“ für ein nettes und angenehmes Arbeitsklima sowie die Unterstützung bei diversen Problemstellungen, besonders Dr. Golta Khatibi für die Hilfe bei der Durchführung der Experimente und die gute Zusammenarbeit.

Ich möchte auch allen Kolleginnen und Kollegen aus der „Copyteria“ danken, die die Pausen zwischen Vorlesungen deutlich kurzweiliger und die Studienzeit insgesamt lustiger gemacht haben.

Ganz besonderer Dank gilt meinen Eltern, die mich im Verlauf des Studiums immer unterstützt haben.

Lebenslauf

Jelena Maria Horky
Am Rauschberg 8
A-4101 Feldkirchen/Donau

Geboren am 12.9.1983 in Linz
Staatsangehörigkeit: Österreich
Familienstand: ledig

Ausbildung

1990-1994 Volksschule Feldkirchen/Donau
1994-2002 Bundesrealgymnasium Linz Fadingerstraße
2002-2008 Diplomstudium Physik an der Universität Wien