

Untersuchungen zur homogenen Versetzungsnukleation mittels Nanoindentierung

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades
doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)

vorgelegt der
Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
(mathematisch-naturwissenschaftlicher Bereich)
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

von Herrn Dirk Lorenz
geb. am 28. 06. 1971 in Altenburg

Gutachter:

1. Prof. Dr. P. Grau
2. Prof. Dr. H.-R. Höche
3. Prof. Dr. P. Pauffler

Halle, den 16.11.2001

urn:nbn:de:gbv:3-000002656

[<http://nbn-resolving.de/urn/resolver.pl?urn=nbn%3Ade%3Agbv%3A3-000002656>]

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Der elastische Kontakt	4
2.1	Bipotentialgleichung.....	5
2.2	Axialsymmetrischer Spannungszustand	7
2.2.1	Lösung mittels Hankeltransformation	8
2.2.2	Lösung von Sneddon	10
2.3	Axialsymmetrische Eindringkörper mit Potenzfunktion als Einhüllfunktion	13
2.3.1	Hertzscher Kontakt.....	15
2.4	Materialanisotropie und -inhomogenität sowie nichtaxialsymmetrische Indenter..	18
2.4.1	Hillsche Mittelung	18
2.4.2	Oberflächenschichten, Materialinhomogenitäten	21
2.4.3	Nichtaxialsymmetrische Indenter	22
3	Irreversible Kristalldeformation.....	24
3.1	Theoretische Schubfestigkeit von Kristallen.....	24
3.2	Versetzungen	25
3.3	Homogene Nukleation eines Versetzungsloops	28
3.3.1	Perfekter Loop	29
3.3.2	Shockleyscher Loop bzw. Stapelfehlerloop	30
3.4	Hochdruck-Phasenumwandlung.....	34
3.5	Rißbildung	37
4	Experimentelles.....	39
4.1	Nano-Indenter [®] II	39
4.1.1	Versuchsregime	42
4.1.2	Indenterspitzenform.....	43

4.2	Versetzungsnachweis.....	44
4.2.1	Versetzungssätzung.....	44
4.2.2	Kathodolumineszenz bei Rasterelektronenmikroskopie (KL)	45
4.2.3	Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).....	46
4.3	Proben.....	47
5	Charakteristiken des Pop-In-Effektes	48
5.1	Pop-In-Effekt ist sprunghafter Verformungsschub	48
5.1.1	Pop-In-Sprung beim Eindruckversuch	49
5.1.2	Pop-In-Sprung beim Ritzexperiment.....	50
5.2	Verformung vor dem Pop-In-Effekt ist rein elastisch	52
5.3	Pop-In-Effekt tritt nur bei lokal versetzungsfreien Probenoberflächen auf	53
5.4	Versetzungsnukleation während des Pop-In-Sprunges	56
5.4.1	Versetzungsnachweis mittels Kathodolumineszenz.....	56
5.4.2	Versetzungsnachweis mittels Transmissionselektronenmikroskopie.....	57
5.5	Unabhängigkeit des Pop-In-Effektes von der Belastungsgeschwindigkeit.....	60
5.6	Pop-In-Effekt bei verschiedenen Oberflächenorientierungen	61
5.7	Reproduzierbarkeit des Pop-In-Effektes	63
5.7.1	Statistische Streuung der Kenngrößen des Pop-In-Effektes.....	64
5.7.2	Pop-In-Effekt bei Heteroschichtsystemen	66
5.7.3	Einfluß von Punktdefekten auf den Pop-In-Effekt.....	68
6	Auswertung und Interpretation	69
6.1	Auswertung des rein elastischen Kontaktes vor dem Pop-In-Sprung	69
6.1.1	Exponenten der potenzfunktionsförmigen Kraft-Eindringtiefen-Verläufe	70
6.1.2	Auswertung nach der Hertzchen Lösung	72
6.2	Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes	75
6.2.1	Der mittlere Kontaktdruck zu Beginn des Pop-In-Sprunges	75
6.3	Reproduzierbarkeit und Skalenabhängigkeit des Pop-In-Effektes.....	77
6.3.1	Abhängigkeit von der Versetzungsdichte.....	77
6.3.2	Ausdehnung des Spannungsfeldes.....	80
6.4	Vergleich der experimentell ermittelten Schubspannung zur homogenen Versetzungsnukleation mit den versetzungstheoretischen Vorhersagen.....	83
6.5	Einbeziehung des Pop-In-Effektes in die Interpretation der Härtemessung an Kristallen.....	84
6.5.1	Szenario des Pop-In-Effektes	84
6.5.2	Kraft-Eindringtiefen-Verlauf nach dem Pop-In-Effekt	85
6.5.3	Vergleich der Kennwerte des Pop-In-Effektes mit denen der Härtemessung	88
6.6	Anwendungsmöglichkeiten des Pop-In-Effektes und zukünftige Ziele	91

7 Zusammenfassung.....	93
8 Literaturverzeichnis	96
Anhang	I
I. Ableitung der Spannungsfelder für den Kontakt mit zylindrischem Stempel, Kegel und Kugel.....	I
I.1 Zylindrischer Stempel.....	I
I.2 Kegel.....	II
I.3 Kugel	IV
II. Einfluß der Querkontraktionszahl (Poissonzahl) auf das Spannungsfeld unter dem Kugeleindruck.....	V
III. Graphische Darstellung der numerischen Lösungen für Indenter mit potenzfunktionsförmiger Einhüllender.....	VI

1 Einleitung

Der Trend zur Miniaturisierung von Bauteilen und die mittlerweile fast beliebige Funktionalisierung dünner Schichten erfordern entsprechend verfeinerte Methoden zur Charakterisierung der mechanischen Belastbarkeit. So ist zum Beispiel eines der Hauptprobleme des kommerziellen Einsatzes von schmutzabweisenden, mikrostrukturierten Oberflächenbeschichtungen (Lotus-Effect[®]) deren mechanische Beständigkeit. Zur Untersuchung derartiger Mikrostrukturen auf ihre mechanischen Kennwerte erweist sich die registrierende Härtemessung als probate Untersuchungsmethode. Durch das kontrollierte Belasten eines spitzen Indenters wird das Material stark lokalisiert beansprucht und aus dem meßbaren Kraft-Eindringtiefen-Verlauf folgen die Härte und der Elastizitätsmodul als verformungsspezifische Materialkenngrößen. Durch die Weiterentwicklung der Meßempfindlichkeit von elektronischen Kraft- und Wegmeßwertwandlern können Nanometerstrukturen untersucht werden, und diese Nanohärtemessung schließt die Lücke zu den Möglichkeiten der Atomkraftmikroskopie. Eine solche mechanische Mikro- bzw. Nano-sonde erlaubt demzufolge qualitative und vor allem auch quantitative Einblicke in die physikalisch-mikroskopischen Verformungsmechanismen unter hoher lokaler Belastung sowie die dabei wirksamen Kräfte und mechanischen Spannungen.

Einen festkörperphysikalisch sehr interessanten, aber bisher meßtechnisch schwer zugänglichen Prozeß stellt die homogene Versetzungsnukleation, also die Versetzungsentstehung im zuvor perfekten Kristallgitter, dar. Die Versetzungstheorie sagt diesen Prozeß für Schubspannungen nahe der theoretischen Festigkeitsgrenze voraus. Wird von den Besonderheiten möglicher lokaler Spannungskonzentrationen an Oberflächenstufen, Rißspitzen und Einschlüssen abgesehen, lassen sich derart hohe mechanische Spannungen bei makroskopischer Belastung technischer Materialien aufgrund der schon vorhandenen Versetzungen nur bedingt aufbauen und würden dann auch eher zum Bruch als zur homogenen Versetzungsnukleation führen. Mittels der hochmodernen Nanoindentierung ist es hingegen möglich, die Belastung auf einen lokal versetzungs- und anrißfreien Bereich zu konzentrieren und sie zu kontrollieren. Die experimentelle Verifizierung, die zu dieser Spannungskonzentration und dadurch zur homogener Versetzungsnukleation führt,

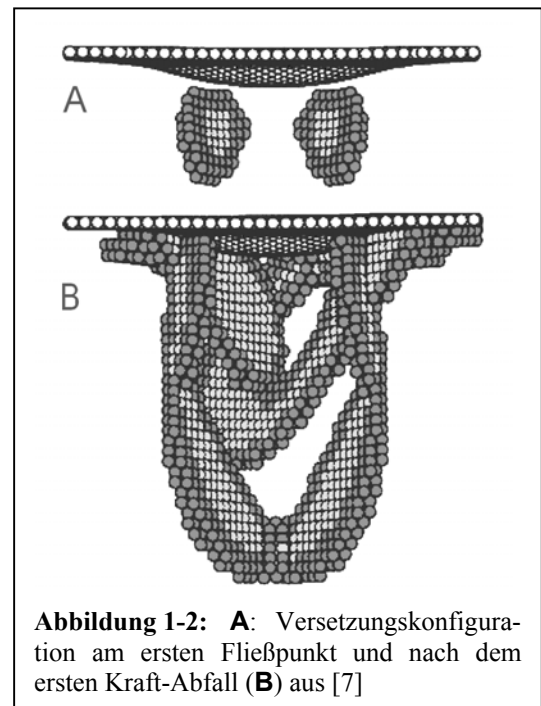
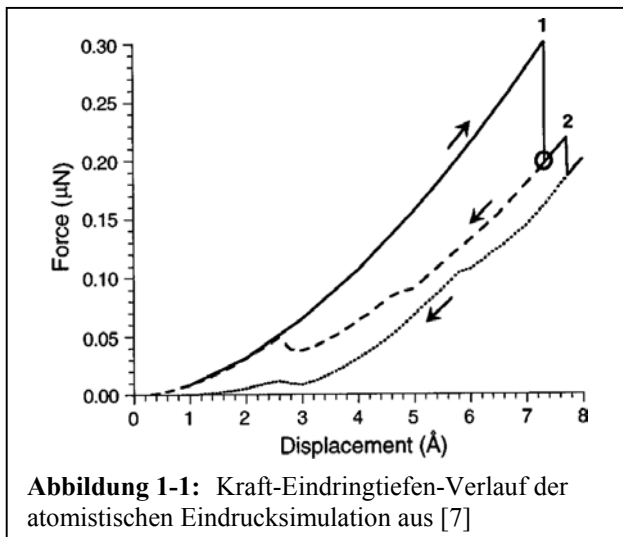
und die Quantifizierung der dazu notwendigen Schubspannungen sind Ziel dieser Arbeit. Um diesbezüglich grundlegende Aussagen zu können, wurden einerseits verschiedene Materialien wie Metalle, Halbleiter und Ionenkristalle untersucht und andererseits eine umfassende analytische Beschreibung des Kontaktexperimentes entwickelt.

Die während der Indentierung kristalliner Materialien mit nahezu versetzungsfreien Oberflächen auftretende homogene Versetzungsnukleation äußert sich in der Kraft-Eindringtiefen-Meßkurve als plötzlicher Verformungsschub, das heißt als Kraft- bzw. Eindringtiefe sprung. Diese Anomalie wurde erst durch die Entwicklung der Nanoindentierung beobachtbar. In der Literatur wird dieser Verformungssprung allgemein als „Pop-In-Effekt“ bezeichnet und erstmalig in [1] vermutet, daß er durch einen Versetzungsnukleationsmechanismus verursacht wird. Seit etwa drei Jahren häufen sich Publikationen [2, 3, 4, 5, 6] zu diesem Thema, welche den Pop-In-Effekt als Ausdruck einer homogenen Versetzungsgeneration mit nachfolgender rascher Plastifizierung aufgrund der hohen erreichten Kontaktspannungen erklären. Bis heute fehlen jedoch eine grundlegende und verallgemeinernde Charakterisierung dieses Effektes sowie eine einheitliche theoretische Beschreibung. Auch anwendungsbezogene Überlegungen zu diesem Effekt wurden bislang noch nicht veröffentlicht. Diese Lücken sollen mit den im Rahmen dieser Arbeit angestellten Untersuchungen und Interpretationen geschlossen werden. Aus der experimentellen Sicht der Nanoindentierung ist dabei der Kraft-Eindringtiefe-Verlauf maßgeblich. Eine zusätzlich abbildende „in situ“-Betrachtung der homogenen Versetzungsentstehung ist bisher technisch noch nicht realisiert worden. Aus dem beobachtbaren Zustand nach Indentierung läßt sich nur sehr bedingt auf den Ablauf des Nukleationsprozesses rückschließen. Die Erkenntnisse über den Pop-In-Effekt werden daher in dieser Arbeit vornehmlich als indirekte Schlußfolgerungen aus seinen charakteristischen Merkmalen gewonnen.

Einen anderen, rein theoretischen Zugang zu den mikroskopischen Vorgängen, die in der Kraft-Eindringtiefe-Kurve zum Pop-In-Effekt führen, stellt die atomistische Simulation, die in [7] veröffentlicht wurde, dar. Deren Ergebnisse sollen hier einleitend wiedergegeben werden, da sie die selbst gewonnenen Interpretationen der Experimente unterstützen und hervorragend veranschaulichen. Die Autoren untersuchten den Plastifizierungsbeginn eines aus 470000 Atomen bestehenden Goldquaders bei Indentierung mit einer starren Kugel von 80Å Radius. Die in [7] betrachtete Oberfläche war in (111)-Richtung orientiert, passiviert, und der Kontakt wurde ohne Berücksichtigung von Reibung behandelt. Thermische Anregungen wurden ebenfalls ausgeklammert, also die Rechnungen für eine Temperatur von null Kelvin durchgeführt. Abbildung 1-1 zeigt den Kraft-Eindringtiefe-Verlauf für diese Experimentsimulation. Der eindringtiefe gesteuerte Belastungszyklus läuft bis zum Punkt 1 rein elastisch und gehorcht dem Hertzchen $F \sim h^{1,5}$ -Gesetz. Die mittlere Kontaktspannung und damit auch die in den Gitterebenen wirksamen Scherspannungen erhöhen sich dabei proportional zur Wurzel der Eindringtiefe.

Am Punkt 1 (erster Fließpunkt) hat sich die Spannung dann so weit aufgebaut, daß plastische Verformung einsetzt, und der damit verbundene Spannungsabbau führt zu einem Einbruch in der Reaktionskraft des Materials bis auf den durch einen Kreis markierten Wert. Wird nach diesem Zustand entlastet, regeneriert sich das Material, und trotz Hysterese endet die Kraft-Eindringtiefen-Kurve wieder im Ausgangspunkt (gestrichelte Linie in Abbildung 1-1). Wird die Eindringtiefe jedoch weiterhin erhöht, fällt die Kraft an einem zweiten Fließpunkt (Punkt 2 in Abbildung 1-1) abermals ab, und eine anschließende Entlastung hinterläßt eine bleibende Deformation (gepunktete Linie endet bei displ.>0).

Abbildung 1-2 zeigt die zu dem ersten Kraftsprung gehörende Versetzungsbildung. Teil A gibt den Zustand am ersten Fließpunkt, also im Punkt 1 in Abbildung 1-1, wieder. Die beim Hertzischen Kontakt in die Gleitsysteme aufgeprägten Scherspannungen führen zur Bildung embryonaler Partialloops mit eingeschlossenen Stapelfehlern, die etwa in einer Tiefe des halben Kontaktradius innerhalb des Materials zu finden sind. Die bei der isotropen Berechnung des Hertzischen Kontaktes folgende maximale Scherspannung



lokalisiert zwar in dieser Tiefe, liegt aber auf der Symmetrieachse in einem Winkel von 45° . Die elastische als auch plastische Anisotropie des simulierten Materials bedingen deshalb die homogene Versetzungsloopgeneration in zwei der vier möglichen $\{111\}$ -Gleitebenen, da diese am günstigsten zur maximal möglichen Scherspannung orientiert sind. Bei Überschreitung der Fließspannung in Punkt 1 wachsen diese embryonalen Loops überkritisch, stoßen zur Oberfläche vor, schneiden und vervielfältigen sich. Diese Prozesse reduzieren die zuvor aufgestauten mechanischen Spannungen und führen zu dem sprunghaftem Nachlassen der aufprägbaren Eindruckkraft. Teil B von Abbildung 1-2 zeigt die Versetzungskonfiguration nach diesem Kraftabfall. Trotz der entstandenen Versetzungen führt erst eine weitere plastische Verformung, also auch weitere Versetzungsmultiplikation und -bewegung, über den zweiten Fließpunkt hinaus zu einem irreversiblen Kraft-Eindringtiefen-Verlauf.

2 Der elastische Kontakt

In diesem Kapitel werden die analytischen Beziehungen zur Charakterisierung des Spannungszustandes bei elastischem Kontakt zwischen axialsymmetrischem Eindringkörper und planer Probenoberfläche abgeleitet. Vorausgesetzt wird dabei isotropes, linear elastisches Materialverhalten. Sollen auch nichtaxialsymmetrische Eindringkörper, Materialanisotropie, nichtlinear elastische oder sogar plastische Deformation berücksichtigt werden, ist eine Lösung des Kontaktproblems nur numerisch, zum Beispiel mittels Finite Elemente Methode (FEM), möglich. Dreidimensionale FEM-Rechnungen sind sehr zeit- und rechenkapazitätsaufwendig und müssen jeweils für das entsprechende Material einzeln durchgeführt werden. Wesentlich ist aber in diesem Zusammenhang, daß FEM-Programme auf kontinuumstheoretische Ansätze zur Materialcharakterisierung beschränkt sind. Eine Einbindung der für diese Arbeit essentiellen mikroskopischen Plastifizierungsmechanismen über Versetzungen ist demnach nur bedingt möglich. Überdies erfolgen die Betrachtungen der Versetzungsmechanismen (siehe Kapitel 3) auch nur im Rahmen der isotropen, linear elastischen Beschreibung. Eine Alternative zu den hier im folgenden angestellten theoretischen Beschreibungen stellt dagegen die atomistische Simulation des Eindruckversuches dar (siehe Kapitel 1).

Die erste grundlegende Arbeit zum Kontaktproblem geht auf Joseph Boussinesq [8] zurück, der das Spannungsfeld für den punktbelasteten elastischen Halbraum berechnete. Wichtigstes Ergebnis seiner Lösung ist, daß die Verschiebungen bzw. Spannungen im Unendlichen mit $1/r$ bzw. $1/r^2$ (r ist der Abstand zum Kontaktpunkt) abklingen. Die Lösung des Problems für den elastischen Kontakt zweier Kugeln wurde 1882 von Heinrich Hertz in der noch heute maßgeblichen Arbeit „Über die Berührung fester elastischer Körper“ [9] angegeben. Wird für eine der beiden Kugeln ein unendlicher Radius angenommen, folgt der in der Härte- und auch für die AFM-Messung [10] verwendete Kraft-Eindringtiefe-Zusammenhang für den elastischen Kontakt $F \sim h^{1.5}$. Eine Erweiterung der Hertzschen Lösung auf beliebig axialsymmetrische Eindringkörper geht auf Ian N. Sneddon [11, 12] zurück und soll im folgenden skizziert werden. Als Eindringkörper werden dabei Rotationskörper verwendet, die durch eine Potenzfunktion umhüllt werden. Dieser Ansatz

führt auf ebenfalls potenzfunktionsförmige Kraft-Eindringtiepen-Zusammenhänge und enthält die Spezialfälle Kegel, Kugel (Parabelnäherung) sowie Zylinder.

2.1 Bipotentialgleichung

Zur Formulierung der Elastizitätstheorie wird der Begriff der mechanischen Spannung als Kraft pro Fläche σ_{ij} (i : Richtung der Flächennormale, j : Richtung der Kraft) eingeführt. Die so definierte Größe hat folglich Tensorcharakter (3×3 Komponenten) und kann in verschiedenen Basisdarstellungen (z.B. Zerlegung in Hauptspannungen) behandelt werden. Außer den Oberflächenkräften, die durch den Spannungstensor beschrieben werden, wirken noch Volumenkräfte (f_j , z.B. Schwerkraft), und äquivalent zum Newtonschen Kräftegleichgewicht gelten für die Komponenten des Spannungstensors an jedem infinitesimalen Volumenelement:

$$\text{Momentengleichgewicht (i,j=1,2,3):} \quad \sigma_{ij} = \sigma_{ji} \quad (2-1)$$

$$\text{Kräftegleichgewicht (3 DGL, i,j=1,2,3):} \quad \frac{\delta \sigma_{ji}}{\delta x_i} + f_j = 0 \quad (2-2)$$

Zur Formulierung der geometrischen Formänderung werden der Verschiebungsvektor u_i und der Dehnungs- bzw. Verzerrungstensor ε_{ij} genutzt. Der Verschiebungsvektor ist der Verbindungsvektor zwischen einem Punkt vor und nach Deformation. Die Darstellung des Verzerrungstensors folgt aus der deformationsbedingten Metrikänderung (Änderung des Linienelementes) und wird für kleine Deformationen linearisiert behandelt und ist dann als relative Verschiebung bzw. relative Längenänderung interpretierbar.

$$\text{Dehnung bzw. Verzerrung (6 DGL, } \varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}\text{):} \quad \varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\delta u_i}{\delta x_j} + \frac{\delta u_j}{\delta x_i} \right) \quad (2-3)$$

Die Verknüpfung von Spannung und Dehnung geschieht über das Materialverhalten. Experimentell ermittelte Robert Hooke einen linearen Zusammenhang zwischen der Belastung und der Verlängerung an Drähten, die er 1676 in Form eines Anagramms („ceiinosstuv“ \rightarrow „ut tensio sic vis“) bekanntgab. In allgemeiner tensorieller Form entspricht dies:

$$\sigma_{ij} = E_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl} \quad (2-4).$$

Der zwischen Spannung und Dehnung vermittelnde Tensor E_{ijkl} enthält $3^4=81$ Komponenten, von denen bei größtmöglicher Anisotropie (trikline Symmetrie) 21 unabhängig voneinander sind. Für die hier untersuchten Materialien mit kubischer Symmetrie reduziert sich diese Zahl auf drei (siehe Kapitel 2.4.1), und elastisch isotrope Materialien

lassen sich mit zwei unabhängigen Materialparametern charakterisieren. Entsprechend reduziert sich das Hookesche Gesetz für isotropes Material in beliebigen orthogonalen Koordinatensystemen auf sechs Gleichungen.

$$\sigma_{ij} = 2\mu \cdot \varepsilon_{ij} + \lambda \delta_{ij} \cdot \varepsilon_{kk} \quad (2-5)$$

Dabei sind δ_{ij} das Kroneckersymbol, μ und λ die materialspezifischen Laméschen Konstanten. Die über einachsige Zug- bzw. Druckversuche sowie Scher- bzw. Torsionsexperimente definierten mechanischen Kenngrößen Elastizitätsmodul E , Schubmodul G und Querkontraktions- bzw. Poissonzahl ν ergeben sich aus den Laméschen Konstanten über:

$$E = \frac{\sigma_{11}}{\varepsilon_{11}} = \frac{\mu(2\mu + 3\lambda)}{\mu + \lambda} \quad G = \frac{\sigma_{12}}{\varepsilon_{12}} = \mu \quad \nu = -\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{33}} = \frac{\lambda}{2(\mu + \lambda)} \quad (2-6).$$

Sowohl die Gleichgewichtsbedingung der Spannungen als auch die obige Definition der Dehnung setzen geometrisch kleine Deformationen voraus, und auch das Hookesche Gesetz wird bei vielen Materialien nur bei geringen Deformationen erfüllt. Zum Beispiel zeigen Metalle linear elastisches Verhalten nur bis zu einer Dehnung im Bereich von zehntel Prozent. Die im folgenden angestrebte Beschreibung des elastischen Kontaktes mittels der linearen Elastizitätstheorie ist somit immer unter dem Gesichtspunkt zu beurteilen, daß die grundlegende Voraussetzung kleiner Dehnungen zumindest im kontaktnahen Bereich nicht mehr erfüllt wird.

Mit den insgesamt 15 Gleichungen aus (2-2), (2-3) und (2-5) läßt sich die linear elastische Verformung isotroper Medien über die 15 Variablen (u_i , ε_{ij} , σ_{ij}) vollständig beschreiben. Speziell für die Randwertformulierung beim Eindruckversuch über die Verschiebungen u_i bietet sich die Eliminierung der Dehnungen durch Einsetzen von (2-5) und (2-3) in (2-2) an, und es ergeben sich die drei Navierschen Gleichungen:

$$\mu \cdot \frac{\delta^2 u_i}{\delta x_j^2} + (\lambda + \mu) \cdot \frac{\delta^2 u_j}{\delta x_i \delta x_j} + f_i = 0 \quad \text{bzw.} \quad \mu \cdot \Delta \bar{u} + (\lambda + \mu) \cdot \text{grad} \cdot \text{div} \cdot \bar{u} + \vec{f} = 0 \quad (2-7)$$

Bei Vernachlässigung der Volumenkräfte f_i folgt aus (2-7) durch Divergenzbildung ($\text{div} \cdot \Delta \bar{u} = 0$), daß die erste Invariante des Verzerrungstensors eine Potential- bzw. harmonische Funktion darstellt. Da die Spannungen und Dehnungen aus Linearkombinationen der ersten Ableitung der Verschiebung hervorgehen, gelten für diese genau wie für die Verschiebung Bipotentialgleichungen:

$$\Delta \Delta \tilde{\sigma} = 0 \quad \Delta \Delta \tilde{\varepsilon} = 0 \quad \Delta \Delta \bar{u} = 0 \quad (2-8)$$

Die Gleichungen (2-8) sind charakteristisch für die isotrop lineare Elastizitätstheorie, und Elastizitätsprobleme können somit auch aus der Bipotentialtheorie gewonnen werden. Allerdings muß überprüft werden, ob die gefundene Lösung von (2-8) auch (2-7) erfüllt, da die Bipotentialgleichungen durch Differentiation aus den Grundgleichungen hervorgehen und somit eine größere Lösungsmenge als diese besitzen können.

2.2 Axialsymmetrischer Spannungszustand

Bis auf wenige Ausnahmen [13] beschränken sich die bisher gefundenen analytischen Lösungen des Kontaktproblems auf in einer Richtung unendlich ausgedehnte Eindringkörper, wie zum Beispiel Kanten [13, 14] und axialsymmetrische Indenterformen [11]. In beiden Fällen reduziert sich das zu lösende Problem auf zwei Dimensionen. Im folgenden soll hier der axialsymmetrische Spannungszustand, der bei idealisierter Spitzenverrundung und isotropem Materialverhalten vorliegt, näher betrachtet werden. Die Formulierung der entsprechenden Grundgleichungen der Elastizitätstheorie analog Abschnitt 2.1 in Zylinderkoordinaten (r , φ und z) ist:

$$\text{Gleichgewichtsbedingungen:} \quad \begin{cases} 0 = \frac{1}{r} \frac{\delta}{\delta r} (r \cdot \sigma_{rr}) + \frac{1}{r} \frac{\delta \tau_{r\varphi}}{\delta \varphi} + \frac{\delta \tau_{rz}}{\delta z} + \frac{\sigma_{\varphi\varphi}}{r} + f_r \\ 0 = \frac{1}{r^2} \frac{\delta}{\delta r} (r^2 \cdot \tau_{r\varphi}) + \frac{1}{r} \frac{\sigma_{\varphi\varphi}}{\delta \varphi} + \frac{\delta \tau_{\varphi z}}{\delta z} + f_\varphi \\ 0 = \frac{1}{r} \frac{\delta}{\delta r} (r \cdot \tau_{rz}) + \frac{1}{r} \frac{\delta \tau_{\varphi z}}{\delta \varphi} + \frac{\delta \sigma_{zz}}{\delta z} + f_z \end{cases} \quad (2-9)$$

$$\text{Dehnung und Verschiebung:} \quad \begin{cases} \varepsilon_{rr} = \frac{\delta u_r}{\delta r} & \varepsilon_{\varphi\varphi} = \frac{1}{r} \frac{\delta u_\varphi}{\delta \varphi} + \frac{u_r}{r} & \varepsilon_{zz} = \frac{\delta u_z}{\delta z} \\ \varepsilon_{r\varphi} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{r} \frac{\delta u_r}{\delta \varphi} + \frac{\delta u_\varphi}{\delta r} - \frac{u_\varphi}{r} \right) \\ \varepsilon_{zr} = \frac{1}{2} \left(\frac{\delta u_z}{\delta r} + \frac{\delta u_r}{\delta z} \right) & \varepsilon_{\varphi z} = \frac{1}{2} \left(\frac{\delta u_\varphi}{\delta z} + \frac{1}{r} \frac{\delta u_z}{\delta \varphi} \right) \end{cases} \quad (2-10)$$

$$\text{Hookesches Gesetz (isotrop):} \quad \begin{cases} \sigma_{rr} = 2\mu \cdot \varepsilon_{rr} + \lambda(\varepsilon_{rr} + \varepsilon_{\varphi\varphi} + \varepsilon_{zz}) & \text{usw.} \\ \tau_{r\varphi} = 2\mu \cdot \varepsilon_{r\varphi} & \text{usw.} \end{cases} \quad (2-11)$$

Die ebenso ableitbaren Bipotentialgleichungen (2-8) enthalten dementsprechend den Laplaceoperator Δ in Zylinderkoordinaten:

$$\Delta \Delta u_i = 0 \quad \Delta \Delta \sigma_{ij} = 0 \quad \Delta \Delta \varepsilon_{ij} = 0 \quad \text{mit} \quad \Delta(\dots) = \left(\frac{\delta^2}{\delta r^2} + \frac{1}{r} \frac{\delta}{\delta r} + \frac{1}{r^2} \frac{\delta^2}{\delta \varphi^2} + \frac{\delta^2}{\delta z^2} \right) (\dots) \quad (2-12)$$

Bei Axialsymmetrie zur z -Achse entfallen alle Scherkomponenten in Richtung des Umlaufwinkels φ , also $\tau_{r\varphi}$, $\tau_{z\varphi}$, und die entsprechenden Dehnungen sowie alle Ableitungen nach φ . Der Verschiebungsvektor enthält nur noch z - und r -abhängige Komponenten, das heißt $u_i = (u_r, 0, u_z)$. Einen allgemeinen Ansatz zur Lösung des verbleibenden Problems stellt die Überführung des Verschiebungsvektors in die sogenannte Lovesche Verschiebungsfunktion $Z(r, z)$ dar [15].

$$2\mu \cdot u_r = -\frac{\delta^2 Z}{\delta r \delta z} \quad 2\mu \cdot u_z = \left[2(1-\nu)\Delta - \frac{\delta^2}{\delta z^2} \right] Z \quad (2-13)$$

Dieser Ansatz erfüllt sowohl die Bipotentialgleichung als auch die Navierschen Gleichungen, wenn auch $Z(r,z)$ eine Bipotentialfunktion darstellt, also $\Delta\Delta Z(r,z)=0$ ist. Vorteilhaft an dieser Transformation ist die Reduktion auf eine skalare Lösungsfunktion $Z(r,z)$. Das Hookesche Gesetz formuliert über die Lovesche Verschiebungsfunktion ergibt sich durch Einsetzen von (2-13) in (2-10) und anschließend in (2-11).

$$\text{Hookesches Gesetz: } \begin{cases} \sigma_{rr} = \frac{\delta}{\delta z} \left(\nu \Delta - \frac{\delta^2}{\delta r^2} \right) Z = \frac{\delta}{\delta z} \left[\frac{\delta^2 Z}{\delta z^2} - (1-\nu) \Delta Z \right] + \frac{1}{r} \frac{\delta^2 Z}{\delta r \delta z} \\ \sigma_{\varphi\varphi} = \frac{\delta}{\delta z} \left(\nu \Delta - \frac{\delta}{\delta r} \right) Z \\ \sigma_{zz} = \frac{\delta}{\delta z} \left((2-\nu) \Delta - \frac{\delta^2}{\delta z^2} \right) Z \\ \tau_{rz} = \frac{\delta}{\delta r} \left((1-\nu) \Delta - \frac{\delta^2}{\delta z^2} \right) Z \end{cases} \quad (2-14)$$

Zur Lösung müssen nunmehr die Bipotentialfunktionen gesucht werden, welche die entsprechenden Randbedingungen erfüllen. Aus (2-14) folgt dann das entsprechende Spannungsfeld.

2.2.1 Lösung mittels Hankeltransformation

In kartesischen Koordinaten vereinfacht sich die Bipotentialfunktion durch Fouriertransformation. Für Zylinderkoordinaten ist das entsprechende Analogon die Hankeltransformation, deren Definition und wichtigste Eigenschaften im folgenden aufgelistet sind [15].

$$\text{Definition: } \begin{aligned} H_n \{f(x)\} &= \tilde{f}(\alpha) = \int_0^\infty x \cdot f(x) \cdot J_n(\alpha x) dx \\ H_n^{-1} \{\tilde{f}(\alpha)\} &= f(x) = \int_0^\infty \alpha \cdot \tilde{f}(\alpha) \cdot J_n(\alpha x) d\alpha \end{aligned} \quad (2-15)$$

$$\text{mit Bessel-Funktion (Integraldarstellung): } J_n(x) = \frac{2(x/2)^n}{\sqrt{\pi} \cdot \Gamma(n + \frac{1}{2})} \int_0^1 (1-t^2)^{n-\frac{1}{2}} \cdot \cos(x \cdot t) dt$$

Eigenschaften:

$$\begin{aligned} H_1 \left\{ \frac{\delta}{\delta r} f(r,z); r \rightarrow \alpha \right\} &= -\alpha \cdot H_0 \{f(r,z); r \rightarrow \alpha\} \\ H_0 \{ \Delta f(r,z); r \rightarrow \alpha \} &= \left(\frac{\delta^2}{\delta z^2} - \alpha^2 \right) \cdot H_0 \{f(r,z); r \rightarrow \alpha\} \quad \text{mit } \Delta \triangleq \frac{\delta^2}{\delta r^2} + \frac{1}{r} \frac{\delta}{\delta r} + \frac{\delta^2}{\delta z^2} \\ H_0 \{ \Delta \Delta f(r,z); r \rightarrow \alpha \} &= \left(\frac{\delta^2}{\delta z^2} - \alpha^2 \right)^2 H_0 \{f(r,z); r \rightarrow \alpha\} \\ H_1 \left\{ \frac{\delta}{\delta r} \Delta f(r,z); r \rightarrow \alpha \right\} &= -\alpha \left(\frac{\delta^2}{\delta z^2} - \alpha^2 \right) \cdot H_0 \{f(r,z); r \rightarrow \alpha\} \end{aligned} \quad (2-16)$$

(immer vorausgesetzt: $r \cdot f(r, z) \rightarrow 0$ und $r \frac{\delta}{\delta r} f(r, z) \rightarrow 0$ für $r = 0$ und $r \rightarrow \infty$)

Durch Anwendung der Hankeltransformation auf $\Delta \Delta Z(r, z) = 0$ bezüglich r folgt eine gewöhnliche nur von z abhängige Differentialgleichung.

$$\left(\frac{\delta^2}{\delta z^2} - \alpha^2 \right)^2 \cdot \int_0^\infty r \cdot Z(r, z) \cdot J_0(\alpha r) dr = \left(\frac{\delta^2}{\delta z^2} - \alpha^2 \right)^2 \cdot \tilde{Z}_0(\alpha, z) = 0 \quad (2-17)$$

Die Lösung des rechten Teils läßt sich leicht durch entsprechende Integration finden und hat die Form:

$$\tilde{Z}_0(\alpha, z) = (A + B \cdot \alpha z) \cdot e^{-\alpha z} + (C + D \cdot \alpha z) \cdot e^{\alpha z} \quad (2-18).$$

Auch die Parameter A, B, C, D hängen von α ab. Die Hankeltransformierte der Loveschen Verschiebungsfunktion \tilde{Z}_0 ist somit bekannt und kann an die geforderten Randbedingungen angepaßt werden. Dazu müssen natürlich auch diese Verschiebungen und Spannungen in Abhängigkeit von \tilde{Z}_0 dargestellt werden. Wird (2-13) hankeltransformiert, folgt:

$$2\mu \cdot u_r = -\frac{\delta^2 Z}{\delta r \delta z} \Rightarrow 2\mu \cdot H_1\{u_r\} = -\frac{\delta}{\delta z} \int_0^\infty r \frac{\delta Z}{\delta r} J_1(\alpha r) dr = \alpha \frac{d}{dz} H_0\{Z(r, z)\} = \alpha \frac{d}{dz} \tilde{Z}_0.$$

Die entsprechende Rücktransformation ergibt:

$$2\mu \cdot u_r = \int_0^\infty \alpha^2 \frac{d\tilde{Z}_0}{dz} J_1(\alpha r) d\alpha \quad (2-19).$$

Analog folgt für die z-Komponente der Verschiebung:

$$2\mu \cdot u_z = \int_0^\infty \alpha \left[(1 - 2\nu) \frac{d^2 \tilde{Z}_0}{dz^2} - 2(1 - \nu) \alpha^2 \cdot \tilde{Z}_0 \right] \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \quad (2-20).$$

Das Hookesche Gesetz nach (2-14) nimmt folgende Gestalt an (genauere Ableitung in [15]):

$$\sigma_{zz} = \int_0^\infty \alpha \left[(1 - \nu) \frac{d^3 \tilde{Z}_0}{dz^3} - (2 - \nu) \alpha^2 \frac{d\tilde{Z}_0}{dz} \right] \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \quad (2-21)$$

$$\tau_{rz} = \int_0^\infty \alpha^2 \left[\nu \frac{d^2 \tilde{Z}_0}{dz^2} + (1 - \nu) \alpha^2 \cdot \tilde{Z}_0 \right] \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \quad (2-22)$$

$$\sigma_{rr} = \int_0^\infty \alpha \left[\nu \frac{d^3 \tilde{Z}_0}{dz^3} + (1 - \nu) \alpha^2 \frac{d\tilde{Z}_0}{dz} \right] \cdot J_0(\alpha r) d\alpha - \frac{1}{r} \int_0^\infty \alpha^2 \frac{d\tilde{Z}_0}{dz} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \quad (2-23)$$

$$\sigma_{\varphi\varphi} = \nu \int_0^\infty \alpha \left[\frac{d^3 \tilde{Z}_0}{dz^3} - \alpha^2 \frac{d\tilde{Z}_0}{dz} \right] \cdot J_0(\alpha r) d\alpha + \frac{1}{r} \int_0^\infty \alpha^2 \frac{d\tilde{Z}_0}{dz} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \quad (2-24)$$

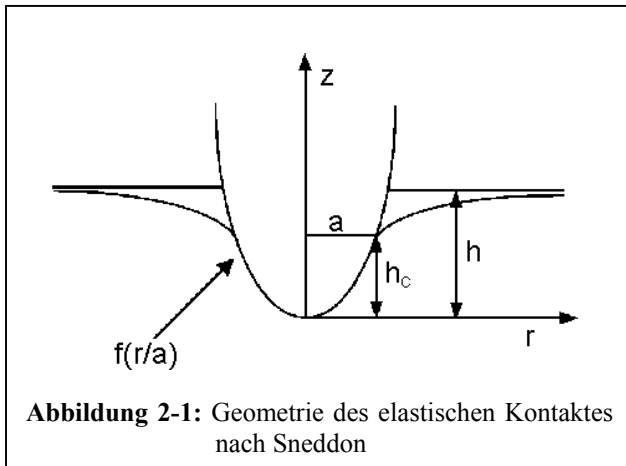
Die Gleichungen (2-18) bis (2-24) reduzieren somit die Formulierung des axialsymmetrischen Elastizitätsproblems auf die Bestimmung der Parameter A, B, C und D der hankeltransformierten Loveschen Verschiebungsfunktion \tilde{Z}_0 aus den entsprechenden

Randbedingungen und die anschließende Gewinnung der Spannungen und Verschiebungen über Integration. Wie und mit welchen Schwierigkeiten dies im Falle rotationssymmetrischer Eindringkörper mit potenzfunktionsförmiger Querschnittsumrandung zur Rotationsachse möglich ist, zeigen die folgenden Abschnitte.

2.2.2 Lösung von Sneddon

Ansätze zur Beschreibung des Kontaktproblems, die über den Hertzschen Kontakt hinausgehen, wurden von Ian N. Sneddon um 1950-1965 vorgestellt [11, 12]. Ausgehend von dem von Terezewa unter Voraussetzung der Druckverteilung im Kontaktbereich beschrittenen Lösungsweg für einen axialsymmetrisch belasteten Halbraum [15], formulierte Sneddon das Problem über die Verschiebung in z-Richtung. Diese Verschiebung u_z wird, wie in Abbildung 2-1 verdeutlicht, durch die Geometrie des Eindringkörpers $z=f(x)=f(r/a)$ vorgegeben. Die Funktion $f(x)$ wird so normiert, daß die kontaktgebende Eindringtiefe $h_c=f(x=1)$ ist. Als Randbedingungen ergeben sich:

$$\begin{aligned} 0 \leq r \leq a: & \quad \tau_{rz}(r,0) = 0, \quad u_z(r,0) = h - f(r/a) \\ r > a: & \quad \sigma_{zz}(r,0) = 0 \end{aligned} \quad (2-25).$$



Die erste Bedingung, daß innerhalb der Kontaktfläche (a ist der Kontaktradius) keine Scherspannungen herrschen, entspricht der Annahme eines reibungsfreien Kontaktes bzw. gleicher Verformung von Indenter- und Probenoberfläche. Dieses ist dann eine Näherung, wenn das Indenter- und Probenmaterial nicht die gleichen elastischen Eigenschaften aufweisen. Die Bedingungen

an u_z und σ_{zz} sind dagegen exakt bis auf die übliche Näherung, daß die Randbedingungen am unverformten Körper, also bei $z=0$, gesetzt werden. Als weitere Randbedingung gilt eine nur in Radialrichtung variable Druckverteilung innerhalb des Kontaktbereiches, die von Sneddon folgendermaßen definiert wurde.

$$\sigma_{zz}(r,0) = -\frac{\mu \cdot a}{1-\nu} p(r \cdot a) \quad 0 \leq r \leq a \quad (2-26)$$

Werden die Restriktionen an σ_{zz} und τ_{rz} hankeltransformiert, muß \tilde{Z}_0 die folgenden Differentialgleichungen erfüllen.

$$\begin{aligned} H_0 \{ \sigma_{zz} \} &= -\frac{\mu \cdot a}{1-\nu} \tilde{p}_0(\alpha) = (1-\nu) \frac{d^3 \tilde{Z}_0}{dz^3} - (2-\nu) \alpha^2 \frac{d\tilde{Z}_0}{dz} \\ H_1 \{ \tau_{rz} \} &= 0 = \nu \alpha \frac{d^2 \tilde{Z}_0}{dz^2} + (1-\nu) \alpha^3 \cdot \tilde{Z}_0 \quad (\text{immer } z=0) \end{aligned} \quad (2-27)$$

Da alle Spannungen und Verschiebungen im Unendlichen verschwinden sollen, sind $C=D=0$, und es bleibt $\tilde{Z}_0(\alpha, z) = (A + B \cdot \alpha z) \cdot e^{-\alpha z}$ als Ansatz für die Differentialgleichungen (2-27), woraus sich die Parameter A und B in Abhängigkeit von der hankeltransformierten Druckverteilung \tilde{p}_0 finden lassen.

$$A = -2\nu \frac{\mu \cdot a}{1-\nu} \frac{\tilde{p}_0(a \cdot \alpha)}{\alpha^3} \quad B = -\frac{\mu \cdot a}{1-\nu} \frac{\tilde{p}_0(a \cdot \alpha)}{\alpha^3} \quad (2-28)$$

Dementsprechend ergeben sich die Verschiebungen und Spannungen aus den Gleichungen (2-19) bis (2-24) folgendermaßen:

$$u_r = -\frac{a}{2(1-\nu)} \int_0^\infty (1-2\nu - \alpha z) \tilde{p}_0(a \cdot \alpha) \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \quad (2-29)$$

$$u_z = \frac{a}{2(1-\nu)} \int_0^\infty [2(1-\nu) + \alpha z] \cdot \tilde{p}_0(a \cdot \alpha) \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \quad (2-30)$$

$$\sigma_{zz} = -\frac{\mu \cdot a}{1-\nu} \int_0^\infty \alpha(1 + \alpha z) \tilde{p}_0(a \cdot \alpha) \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \quad (2-31)$$

$$\tau_{rz} = -\frac{\mu \cdot a \cdot z}{1-\nu} \int_0^\infty \alpha^2 \tilde{p}_0(a \cdot \alpha) \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \quad (2-32)$$

$$\begin{aligned} \sigma_{rr} = & -\frac{\mu \cdot a}{1-\nu} \int_0^\infty \alpha(1 - \alpha z) \tilde{p}_0(a \cdot \alpha) \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \\ & + \frac{1}{r} \frac{\mu \cdot a}{1-\nu} \int_0^\infty [1 - 2\nu - \alpha z] \cdot \tilde{p}_0(a \cdot \alpha) \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \end{aligned} \quad (2-33)$$

$$\sigma_{\varphi\varphi} = -2(1+\nu) \frac{\mu \cdot a}{1-\nu} \int_0^\infty \alpha \tilde{p}_0(a \cdot \alpha) \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha - (\sigma_{rr} + \sigma_{zz}) \quad (2-34)$$

Um die Druckverteilung zu erhalten, müssen noch die verbleibenden Randbedingungen betrachtet werden, wobei hier analog [11] die Variablen auf den Kontaktradius a normiert werden, also $\zeta = a \cdot \alpha$ und $x = r/a$. Aus (2-25) folgt somit:

$$u_z(r, 0) = \int_0^\infty \tilde{p}_0(\zeta) \cdot J_0\left(\zeta \cdot \frac{r}{a}\right) d\zeta = H_0 \left\{ \zeta^{-1} \cdot \tilde{p}_0(\zeta); \zeta \rightarrow x \right\} = h - f(x) \quad (0 \leq x \leq 1) \quad (2-35)$$

$$\sigma_{zz}(r, 0) = -\frac{\mu}{a(1-\nu)} \int_0^\infty \zeta \cdot \tilde{p}_0(\zeta) \cdot J_0\left(\zeta \cdot \frac{r}{a}\right) d\zeta \Rightarrow H_0 \left\{ \tilde{p}_0(\zeta); \zeta \rightarrow x \right\} = 0 \quad (x > 1)$$

Der Ansatz

$$\tilde{p}_0(\zeta) = \int_0^1 \chi(t) \cdot \cos(\zeta \cdot t) dt \quad (2-36)$$

erfüllt die zweite Integralgleichung automatisch, und bei Einsetzen in die erste Gleichung von (2-35) ergibt sich eine Abelsche Integralgleichung [11, 16] mit der Lösung:

$$\chi(t) = \frac{2}{\pi} \left[h - \frac{d}{dt} \int_0^t \frac{x \cdot f(x) dx}{\sqrt{t^2 - x^2}} \right] = \frac{2}{\pi} \left[h - t \int_0^t \frac{f'(x) dx}{\sqrt{t^2 - x^2}} \right] \quad (0 \leq x \leq 1) \quad (2-37).$$

Mit $f'(x)$ ist dabei die Ableitung der auf den Kontaktradius a normierten Indenterfunktion ($x=r/a$) nach x gemeint. Durch rückwärtiges Einsetzen der Geometrie des Indenters $f(x)$ in Gleichung (2-37), der erhaltenen Funktion $\chi(t)$ in (2-36) und dieses Ergebnisses wiederum in (2-29) bis (2-34) ergibt sich die vollständige Lösung des Kontaktproblems in Abhängigkeit von der Form des Eindringkörpers $f(x)$. In [11] werden detailliert die mathematisch trickreichen Herleitungen für die Eindringtiefe, Kraft, Druckverteilung und das Eindruckprofil, deren Ergebnisse im folgenden aufgelistet sind, angegeben.

$$\text{Eindringtiefe:} \quad h = \int_0^1 \frac{f'(x) dx}{\sqrt{1-x^2}} \quad (2-38)$$

$$\text{Kraft:} \quad F = \frac{2\pi \cdot \mu \cdot a}{1-\nu} \int_0^1 \chi(t) dt = \frac{4\mu \cdot a}{1-\nu} \int_0^1 \frac{x^2 \cdot f'(x) dx}{\sqrt{1-x^2}} \quad (2-39)$$

$$\text{Druckverteilung:} \quad \sigma_{zz}(ax, 0) = \frac{\mu}{1-\nu} \frac{1}{a \cdot x} \frac{d}{dx} \int_x^1 \frac{t \cdot \chi(t) dt}{\sqrt{t^2 - x^2}} \quad (x < 1) \quad (2-40)$$

$$\text{Oberflächenprofil:} \quad u_z(ax, 0) = \int_0^1 \frac{\chi(t) dt}{\sqrt{x^2 - t^2}} \quad (x > 1) \quad (2-41)$$

Das wichtigste Resultat der Sneddonschen Lösung ergibt sich durch entsprechende Ableitung von (2-37) und (2-39) und die Zusammenführung zur Kontaktsteifigkeit $S=dF/dh$, wie im folgenden gezeigt.

$$\frac{\delta \chi}{\delta h} = \frac{2}{\pi} \quad \text{und} \quad \frac{\delta F}{\delta \chi} = \frac{2\pi \cdot \mu \cdot a}{1-\nu} \Rightarrow S = \frac{\delta F}{\delta h} = \frac{4 \cdot \mu \cdot a}{1-\nu} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{E}{1-\nu^2} \sqrt{A_{\text{proj}}} \quad (2-42)$$

Die Kontaktsteifigkeit bei rein elastischer Indentierung hängt somit nur von der momentanen, projizierten Kontaktfläche $A_{\text{proj}} = \pi \cdot a^2$ und den elastischen Materialparametern Elastizitätsmodul E und Poissonzahl ν ab. Es spielt dabei keine Rolle, wie kompliziert der Eindringkörper bzw. das Spannungsfeld ist. Für den Härteversuch bedeutet dies, daß trotz plastischer Vorverformung durch die Lastaufbringung bei rein elastischer Entlastung der Anstieg der Entlastungskurve durch (2-42) beschrieben werden kann. Auf dieser Grundlage basiert auch die mittlerweile etablierte Auswertung der Entlastungskurve nach Oliver und Pharr [1]. Für nichtaxialsymmetrische Indenterformen, wie zum Beispiel Vickers- und Berkovich-Pyramiden, läßt sich hierzu (2-42) durch einen Vorfaktor korrigieren [1]. Hauptproblem bleibt jedoch die Ermittlung der projizierten Kontaktfläche. Die einfachste Annahme ist, daß sich zumindest die Diagonalenlänge während der elastischen Rückfederung nicht ändert und deren optische Ausmessung nach vollständiger Entlastung zur entsprechenden Kontaktfläche führt. Auch eine Übertragung des aus der Elastizitätstheorie gewinnbaren Verhältnisses von kontaktgebender zur Gesamteindringtiefe (h_e/h , siehe Abbildung 2-1) kann nach [1] in einer um die plastische Eindringtiefe

korrigierten Form zur Bestimmung der projizierten Kontaktfläche genutzt werden. Andere Arbeiten [17] zielen auf weitere Korrekturen der Steifigkeitsformel hin, die plastizitäts- bzw. viskositätsverursachte Wallbildung oder Einsinken der Materialoberfläche um den Indenter berücksichtigen. Außerdem ergeben die von Sneddon vorausgesetzten Randbedingungen am unverformten Körper Ungenauigkeiten, die vor allem für spitze Eindringkörper, wie in [18] vorgeschlagen, korrigiert werden sollten. Trotz dieser Einschränkungen bildet die Sneddonsche Lösung das analytische Fundament für die Härte- und AFM-Messung.

2.3 Axialsymmetrische Eindringkörper mit Potenzfunktion als Einhüllfunktion

Nachdem die grundlegenden Zusammenhänge für das elastische Kontaktproblem abgeleitet wurden, können nun Ansätze für die Indentergeometrie analysiert werden. Als Indenterform soll hier eine um die z-Achse rotierende Potenzfunktion angesetzt werden, da deren zweiparametrische Darstellung über den nur durch den Kugelradius variierbaren Hertzschen Kontakt hinausgeht und dem Meßverlauf besser entspricht. Dieser allgemeinere Ansatz enthält außerdem die interessanten Spezialfälle von Kegel, Kugel und zylindrischem Stempel. Für die Funktion $f(x)$ wird dabei folgender Ansatz gewählt:

$$z = c \cdot r^m \Rightarrow f(x) = c \cdot a^m \cdot x^m \quad (2-43)$$

Die beiden Parameter c und m charakterisieren die einhüllende Funktion des axialsymmetrischen Eindringkörpers (siehe Abbildung 2-1). Wird dieser Ansatz in Gleichung (2-38) eingesetzt, ergibt sich für die Eindringtiefe:

$$h = \sqrt{\pi} \cdot \frac{\Gamma(\frac{m}{2} + 1)}{\Gamma(\frac{m}{2} + \frac{1}{2})} \cdot c \cdot a^m = \frac{\sqrt{\pi} \cdot m \cdot \Gamma(\frac{m}{2})}{2 \cdot \Gamma(\frac{m+1}{2})} \cdot h_c \quad (2-44).$$

Mit $\Gamma(\dots)$ ist dabei die Eulersche Gammafunktion gemeint. Gleichung (2-44) zeigt, daß das Verhältnis zwischen kontaktgebender Tiefe h_c und Gesamteindringtiefe h einem geometriebestimmten Faktor entspricht. Für die Kraft ergibt sich aus (2-39):

$$F = \frac{2\sqrt{\pi} \cdot \mu \cdot a}{1 - \nu} \frac{m \cdot \Gamma(\frac{m}{2} + 1)}{\Gamma(\frac{m}{2} + \frac{3}{2})} \cdot c \cdot a^m \quad (2-45).$$

Wird die Eindringtiefenrelation in diese Gleichung eingesetzt und auf den Elastizitätsmodul E nach Gleichung (2-6) umgewertet, resultiert ein ebenfalls potenzförmiger Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhang.

$$F = 2 \frac{E}{1-\nu^2} \cdot \frac{m}{m+1} \cdot \left(\frac{2 \cdot \Gamma(\frac{m+1}{2})}{c \cdot m \cdot \sqrt{\pi} \cdot \Gamma(\frac{m}{2})} \right)^{\frac{1}{m}} h^{\frac{m+1}{m}} \quad (2-46)$$

Bleiben noch die Berechnung der Funktion $\chi(t)$ nach Gleichung (2-37) und die Darstellung über den mittleren Kontaktdruck $p_m = F/(\pi \cdot a^2)$.

$$\chi(t) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{\Gamma(\frac{m}{2} + 1)}{\Gamma(\frac{m}{2} + \frac{1}{2})} \cdot c \cdot a^m \cdot (1-t^m) = \left(\frac{\mu \cdot a}{1-\nu} \right)^{-1} \cdot p_m \cdot \frac{m+1}{2m} \cdot a^2 \cdot (1-t^m) \quad (2-47)$$

Die aus dieser verallgemeinerten Darstellung folgenden und aus der Literatur bekannten Spezialfälle [13, 14] sind in der folgenden Tabelle aufgelistet.

Kegel	Kugel (Parabelnäherung)	Zylindrischer Stempel
m=1	m=2	m→∞
halber Öffnungswinkel β	Kugelradius R	Zylinderradius a
z = r · cot β ⇒ f(x) = a · x · cot β	z = R - √(R² - r²) ≈ 1/2R · r² ⇒ f(x) = 1/2R · a² · x²	z = r∞ ⇒ f(x) = a∞ · x∞
h = π/2 · a · cot β = π/2 · hc	h = a²/R = 2 · hc	h = ∞ · hc ⇒ hc = 0
F = 2/π · E/(1-ν²) · tan β · h²	F = 4/3 · E/(1-ν²) · √R · h³/²	F = 2a · E/(1-ν²) · h Gleichung (2-44) in (2-45)
pm = 1/2 · E/(1-ν²) · cot β	pm = 4/3 · E/(1-ν²) · 1/(π · √R) · h¹/²	pm = 2/π · a · E/(1-ν²) · h
σzz(r,0) = -pm · arccosh(a/r)	σzz(r,0) = -3/2 pm · √(1 - r²/a²)	σzz(r,0) = -1/2 · pm/√(1 - r²/a²)

Tabelle 2-1: Übersicht der aus dem Potenzansatz für die Indenterform folgenden Spezialfälle

Am interessantesten an den Ergebnissen aus Tabelle 2-1 sind die Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhänge $F(h)$, die Druckverläufe im Kontaktgebiet $\sigma_{zz}(r,0)$ ($r \leq a$) und die mittleren Kontaktdrücke p_m . So zeigt die Druckverteilung an der Kegelspitze und am Zylinderrand jeweils singuläres Verhalten. Die entsprechenden mittleren Kontaktdrücke sind hingegen endlich. Für kegelförmige Indenter ist der mittlere Kontaktdruck sogar unabhängig von der Eindringtiefe. Analog zu diesem Verhalten steht das Kicksche Ähnlichkeitsprinzip [19] für den elastisch-plastischen Eindruck mit konischen Indentern, aus welchem ebenfalls ein nur material- und öffnungswinkelabhängiger mittlerer Kontaktdruck folgt, über den dann die Härte des Materials definiert wird. Diesem Prinzip stehen allerdings mechanische Verformungsprozesse entgegen, die eine Größenabhängigkeit zeigen.

Das bedeutet, auch wenn es technisch möglich wäre, ideal spitze Indenter herzustellen, so führen zum Beispiel Dehnungsratenabhängigkeiten [20, 21, 22], zunehmende Versetzungszahl im Einzugsbereich des Spannungsfeldes [23, 24] und der hier diskutierte Pop-In-Effekt zu einer Lastabhängigkeit der Härte (siehe Kapitel 6.5.2). Diese Lastabhängigkeit wird als „indentation size effect“ kurz ISE bezeichnet und drückt sich im allgemeinen durch eine Zunahme der Härte bei immer kleiner werdenden Kräften bzw. Eindringtiefen aus. Für die mit dem Nano-Indenter[®] II zugänglichen Eindringtiefen im Nanometerbereich beeinflusst zusätzlich die unvermeidbare Spitzenverrundung das Meßergebnis. Für die Beschreibung des rein elastischen Materialverhaltens vor dem Pop-In-Effekt bietet sich deshalb der hier betrachtete Potenzansatz für die Indenterform an.

Zur Komplettierung der theoretischen Beschreibung des elastischen Kontaktes für axialsymmetrische Eindringkörper mit potenzfunktionsförmiger Einhüllenden fehlt noch die Darstellung des kompletten Spannungsfeldes unter dem Eindruck. Dazu muß die Funktion $\chi(t)$ aus Gleichung (2-47) in die hankeltransformierte Druckverteilung \tilde{p}_0 , also Gleichung (2-36), eingesetzt werden, um anschließend in (2-31) bis (2-34) einzufließen.

$$\sigma_{zz} = -p_m \cdot \frac{m+1}{2m} a^2 \cdot \int_0^\infty \alpha(1+\alpha z) \cdot \int_0^1 \cos(\alpha \cdot a \cdot t) \cdot (1-t^m) dt \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \quad (2-48)$$

$$\tau_{rz} = -p_m \cdot \frac{m+1}{2m} a^2 \cdot z \cdot \int_0^\infty \alpha^2 \int_0^1 \cos(\alpha \cdot a \cdot t) \cdot (1-t^m) dt \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \quad (2-49)$$

$$\begin{aligned} \sigma_{rr} = & -p_m \cdot \frac{m+1}{2m} a^2 \cdot \int_0^\infty \alpha(1-\alpha z) \cdot \int_0^1 \cos(\alpha \cdot a \cdot t) \cdot (1-t^m) dt \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \\ & + \frac{1}{r} \cdot p_m \cdot \frac{m+1}{2m} a^2 \cdot \int_0^\infty (1-2\nu-\alpha z) \cdot \int_0^1 \cos(\alpha \cdot a \cdot t) \cdot (1-t^m) dt \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \end{aligned} \quad (2-50)$$

$$\begin{aligned} \sigma_{\varphi\varphi} = & -2(1+\nu) \cdot p_m \cdot \frac{m+1}{2m} a^2 \cdot \int_0^\infty \alpha \cdot \int_0^1 \cos(\alpha \cdot a \cdot t) \cdot (1-t^m) dt \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \\ & - (\sigma_{rr} + \sigma_{zz}) \end{aligned} \quad (2-51)$$

Die analytische Berechnung dieser doppelten Integrale ist für allgemeine (reelle) Exponenten m jedoch nicht möglich. Die Gleichungen (2-48) bis (2-51) können aber für fest vorgegebene m und ν numerisch ausgewertet werden. Im Anhang sind einige dieser numerischen Lösungen grafisch dargestellt und zusätzlich die analytischen Lösungswege für Kegel, Kugel und zylindrischen Stempel angegeben.

2.3.1 Hertzscher Kontakt

Der elastische Kontakt zwischen Kugel und unendlichem Halbraum wird allgemein als Hertzscher Kontakt bezeichnet, da er sich aus dem von Heinrich Hertz gelösten Problem [9] des Kontaktes zweier Kugeln ableiten läßt, indem der Radius einer Kugel als unendlich angenommen wird. Es sei nochmals betont, daß die Hertzsche Lösung nur für im Vergleich zum Kugelradius kleine Deformationen gilt oder - anders formuliert - aus der Parabel-

nherung des Kreisquerschnittes folgt. Fr Eindruckversuche mit verrundeten Indentern stellt diese Beschreibung eine meist gute Nherung dar. So variierten bei den eigenen Messungen die Exponenten zwischen 1,4 und 1,7 (siehe Abschnitt 6.1.1) und entsprachen somit nherungsweise dem $F \sim h^{1,5}$ -Verlauf. Die Hertzsche Lsung beinhaltet ebenfalls die elastischen Eigenschaften beider Kugeln. Durch Ersetzen des bisher verwendeten Faktors $E/(1-\nu^2)$ durch einen sogenannten effektiven Elastizittsmodul E^* , der die elastischen Eigenschaften des Eindringkrpers E_i und ν_i sowie die des indentierten Materials E_p und ν_p enthlt, lassen sich die bisherigen Betrachtungen um die Eigenverformung des Indenters erweitern.

$$\frac{E}{1-\nu^2} \rightarrow E^* = \left(\frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_p^2}{E_p} \right)^{-1} \quad (2-52)$$

Fr die bei den eigenen Messungen verwendeten Diamantindenter ($E_i=1140\text{GPa}$, $\nu_i=0,07$) stellt die Gleichung (2-52) nur eine geringe Korrektur dar, mu aber zum Beispiel bei Indentierung mit Stahlkugeln (Brinellhrte) beachtet werden.

Als Grundlage der weiteren Diskussion ist nachfolgend das komplette Spannungsfeld fr den Hertzschen Kontakt aufgelistet:

$$\frac{\sigma_{zz}}{p_m} = -\frac{3a^2 z^3}{2\sqrt{w}(w^2 + a^2 z^2)} \quad (2-53)$$

$$\frac{\tau_{rz}}{p_m} = -\frac{3a^2 z^2 r \sqrt{w}}{2(w^2 + a^2 z^2)(a^2 + w)} \quad (2-54)$$

$$\begin{aligned} \frac{\sigma_{rr}}{p_m} = & \frac{3a^2 z^3}{2\sqrt{w}(w^2 + a^2 z^2)} + \frac{a^2(1-2\nu)}{2r^2} \left[1 - \frac{z^3}{w^{3/2}} \right] \\ & + \frac{3z}{2\sqrt{w}} \left[-2 + \frac{(1-\nu)w}{a^2 + w} + \frac{1}{a}(1+\nu)\sqrt{w} \cdot \arctan \frac{a}{\sqrt{w}} \right] \end{aligned} \quad (2-55)$$

$$\frac{\sigma_{\varphi\varphi}}{p_m} = -\frac{a^2(1-2\nu)}{2r^2} \left[1 - \frac{z^3}{w^{3/2}} \right] - \frac{3z}{2\sqrt{w}} \left[2\nu + \frac{(1-\nu)w}{a^2 + w} - \frac{1}{a}(1+\nu)\sqrt{w} \cdot \arctan \frac{a}{\sqrt{w}} \right] \quad (2-56)$$

$$\text{wobei: } w \equiv \frac{1}{2} \left(r^2 + z^2 - a^2 + \sqrt{4z^2 a^2 + (z^2 + r^2 - a^2)^2} \right); \quad p_m = \frac{4}{3} \cdot \frac{E^*}{\pi \cdot \sqrt{R}} \cdot \sqrt{h} \quad (2-57)$$

Fr die in dieser Arbeit interessierenden plastischen Verformungen und Phasenumwandlungen sind aber nicht obige Spannungskomponenten, sondern die maximal mgliche Scherspannung und der maximale hydrostatische Druck entscheidend. Um diese zu finden, mu zunchst der Spannungstensor in seine Hauptnormalspannungen umgerechnet werden, was einer Ermittlung der Eigenwerte bzw. einer Diagonalisierung dieses Tensors entspricht. Geometrisch bedeutet dies eine Koordinatendrehung zu einem sogenannten Hauptachsensystem, in dem nur noch Normalspannungen und keine Schubspannungen mehr auftreten. Dabei knnen die Hauptachsenrichtungen ortsabhngig sein. Im Falle des

axialsymmetrischen Spannungszustandes ergeben sich aus dem Eigenwertproblem [15] die folgenden Hauptspannungen ($\sigma_1 \geq \sigma_2 \geq \sigma_3$).

$$\sigma_{1,3} = \frac{1}{2}(\sigma_{rr} + \sigma_{zz}) \pm \frac{1}{2} \sqrt{\frac{1}{4}(\sigma_{rr} - \sigma_{zz})^2 + \tau_{rz}^2} \quad ; \quad \sigma_2 = \sigma_{\varphi\varphi} \quad (2-58)$$

Mittels dieser Hauptspannungen kann nun die ortsabhängige maximale Schubspannung als größtmögliche Differenz der Hauptspannungen berechnet werden.

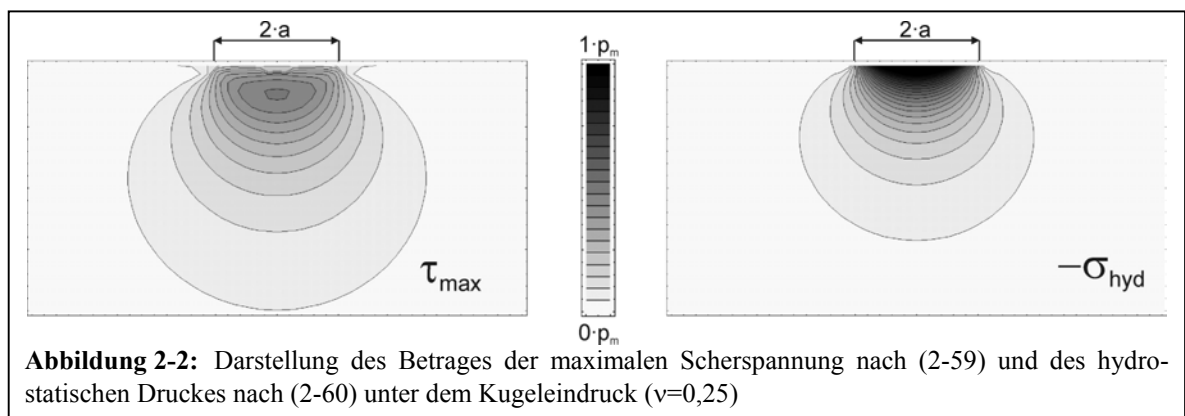
$$\tau_{\max}(r, z) = \frac{1}{2}(\sigma_1 - \sigma_3) = \sqrt{\frac{1}{4}(\sigma_{rr} - \sigma_{zz})^2 + \tau_{rz}^2} \quad (2-59)$$

Nach dem Fließkriterium von Tresca beginnt die plastische Verformung, wenn das örtliche Maximum dieser Schubspannung die Fließgrenze des Materials überschreitet.

Die hydrostatische Druckkomponente folgt aus den Hauptspannungen als Mittelwert.

$$\sigma_{\text{hyd}}(r, z) = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3} = \frac{\sigma_{rr} + \sigma_{zz} + \sigma_{\varphi\varphi}}{3} \quad (2-60)$$

Eine bessere Veranschaulichung dieser Ergebnisse gibt die folgende Darstellung.



Zu erkennen ist, daß das örtliche Maximum der Schubspannung etwa im Abstand von $a/2$ unterhalb des Kontaktes auf der z -Achse liegt und der hydrostatische Druck direkt im Kontaktzentrum maximal wird. Um den Wert dieses Schubspannungsmaximums zu bestimmen, muß mit Gleichung (2-59) entlang $z=0$ das Maximum der verbleibenden transzendenten Gleichung numerisch errechnet werden. Die entsprechenden Lösungen in Abhängigkeit von der Querkontraktionszahl $\nu=0 \dots 0,5$ zeigen annähernd lineares Verhalten gemäß (die Zahlenwerte 0,52 und -0,24 sind Fitparameter):

$$\text{Max}(\tau_{\max}(r, z)) = \tau_{\text{Tresca}} = (0,52 - 0,24 \cdot \nu) \cdot p_m \quad (2-61).$$

Mit einer Querkontraktionszahl $\nu=0,25$ ergibt sich der in der Literatur [14] angegebene Zusammenhang $\tau_{\text{Tresca}} \approx 0,46 \cdot p_m$. Werden die Eindringkörper spitzer im Vergleich zur Kugel, verschiebt sich die Trescaspannung τ_{Tresca} in Richtung der Oberfläche und nimmt dabei zu. Beim Kegel liegt sie direkt an der Kontaktspitze und wird theoretisch unendlich (siehe Anhang I und III). Wird der Eindringkörper stumpfer, läuft die Trescaspannung von der z -Achse weg und erreicht beim zylindrischen Stempel dessen Umrandung und wird ebenfalls unendlich groß (siehe Anhang I und III).

Das Maximum des hydrostatischen Druckes unter dem Kugeleindruck läßt sich analytisch durch $(r, z) \rightarrow (0, 0)$ aus (2-60) bestimmen und beträgt:

$$\text{Max}(\sigma_{\text{hyd}}(r, z)) = \sigma_{\text{hydro}} = -\frac{3}{4} \cdot (1 + 2\nu) \cdot p_m \quad (2-62).$$

Dementsprechend erreicht der hydrostatische Druck für $\nu=0,5$ (inkompressibles Material) den Wert des maximalen Kontaktdruckes $\text{Max}(\sigma_{zz}) = -3/2 p_m$ (siehe Tabelle 2-1). Für spitzer werdende Indenter bleibt die Lage des maximalen hydrostatischen Druckes bestehen, aber sein Betrag steigt und wird bei der Kegelform theoretisch unendlich (siehe Anhang I und III). Für stumpfer werdende Indenter verlagert sich die Zone des Maximums von der Symmetrieachse hin zum Kontaktrand und wird dort für den zylindrischen Stempel ebenfalls unendlich (siehe Anhang I und III).

2.4 Materialanisotropie und –inhomogenität sowie nicht axialsymmetrische Indenter

Wenn der elastische Kontakt analytisch beschrieben werden soll, müssen die Näherungen der elastischen Materialisotropie und der axialsymmetrischen Indenterform in Kauf genommen werden. An dieser Stelle werden deshalb die Überführung (Mittelung) der anisotropen Materialkonstanten in die isotropen Parameter sowie die damit verbundenen Kompromisse diskutiert werden. Weiterhin müssen die Einflüsse von nicht ideal axialsymmetrischer Indenterform und eventuell vorhandenen Oberflächenschichten beachtet werden.

2.4.1 Hillsche Mittelung

In Abschnitt 2.1 wurde schon diskutiert, daß sich die hier untersuchten kubischen Materialien durch drei unabhängige elastische Parameter beschreiben lassen. In der Literatur werden dabei aber nicht die verbleibenden Komponenten des Elastizitätstensors E_{ijkl} , sondern die Matricelemente der Voigtschen Notation katalogisiert. Das Hookesche Gesetz hat in dieser Schreibweise (vgl. Gleichung (2-4)) für kubische Symmetrie die Form:

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & & & \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & & & \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & & & \\ & & & c_{44} & & \\ & & & & c_{44} & \\ & & & & & c_{44} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \quad (2-63).$$

Die elastischen Konstanten c_{ij} lassen sich zum Beispiel durch Ultraschallmessungen aus der medienabhängigen Schallgeschwindigkeit bestimmen und sind unter anderem in [25] zu finden. Der Grad der Anisotropie der elastischen Eigenschaften wird mittels des Anisotropiefaktors A quantifiziert.

$$A = \frac{2 \cdot c_{44}}{c_{11} - c_{12}} \quad (2-64)$$

Ein Anisotropiefaktor von $A=1$ kennzeichnet elastisch isotropes Materialverhalten. Von den kubischen Metallen erfüllt zum Beispiel Wolfram diese Bedingung exakt. Ist der Anisotropiefaktor größer Eins, ist das Material in den (111)-Richtungen, und ist $A < 1$, in den (100)-Richtungen am steifsten (Tabelle 2-2 und Abbildung 2-3).

Aus der Problematik, isotrop elastische Moduln für polykristallines Material mit völlig regelloser Kornorientierung angeben zu wollen, stammen verschiedene Mittelungsverfahren. Bei der Mittelung nach Voigt wird der Schermodul unter Annahme orientierungsunabhängiger konstanter Dehnungen berechnet, und bei der Mittelung nach Reuss wird eine orientierungsunabhängige konstante Spannungen zugrunde gelegt. Dabei stellt der Voigtsche Wert G_V eine obere und der Reussche Wert G_R eine untere Grenze dar, aus denen der Hillsche Wert G_{Hill} als arithmetisches Mittel [26] folgt.

$$G_{Hill} = \frac{G_V + G_R}{2} = \frac{1}{2} \left(\frac{c_{11} - c_{12} + 3c_{44}}{5} + \frac{5c_{44}(c_{11} - c_{12})}{3c_{11} - 3c_{12} + 4c_{44}} \right) = \frac{c_{44}}{5} \left(\frac{1}{5A} + \frac{17 + 3A}{3 + 2A} \right) \quad (2-65)$$

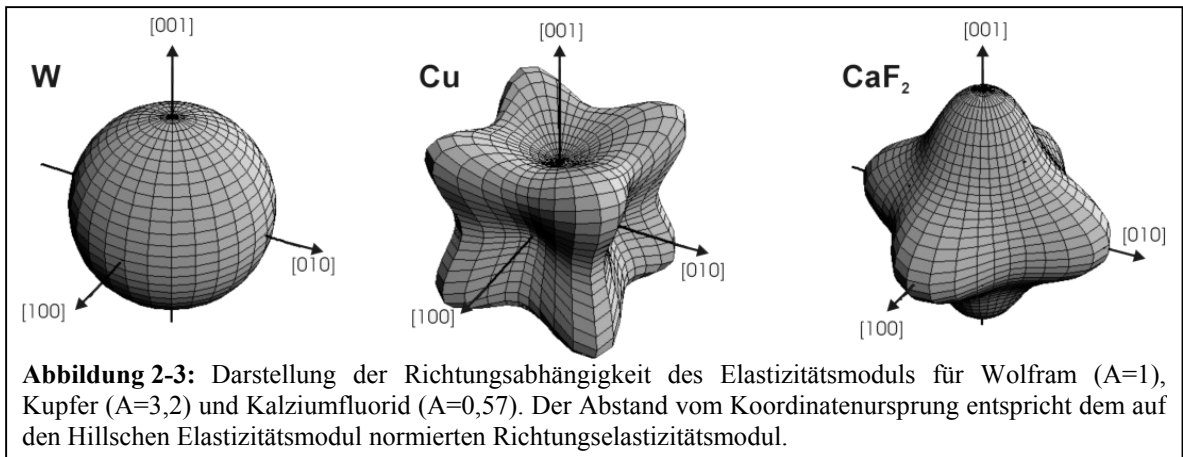
Der Kompressionsmodul K ist ohnehin orientierungsunabhängig und beträgt:

$$K = \frac{1}{3}(c_{11} + 2c_{12}) \quad (2-66).$$

Für die anderen Hillschen Moduln folgt wegen der Beziehung $3/E = 1/G + 1/(3K)$ und Gleichung (2-6):

$$E_{Hill} = \frac{9 \cdot K \cdot G_{Hill}}{3 \cdot K + G_{Hill}} \quad \nu_{Hill} = \frac{1}{2} - \frac{1,5 \cdot G_{Hill}}{3 \cdot K + G_{Hill}} < \frac{1}{2} \quad (2-67).$$

Die Querkontraktionszahl ν kann zwar bei anisotropen Materialien in einigen Richtungen größer $\frac{1}{2}$ sein ($\nu = \frac{1}{2}$ bedeutet Inkompressibilität), aber der Hillsche Mittelwert liegt immer unterhalb davon. Die elastischen Konstanten und die daraus berechneten Hillschen Mittelwerte für alle untersuchten Materialien sind in Tabelle 2-2 aufgelistet. Die Verwendung der Mittelwerte anstatt der Richtungselastizitätsmoduln entsprechend der Indentierungsrichtung begründet sich in zweierlei Hinsicht. Zum ersten basieren die hier getroffenen theoretischen Betrachtungen auf isotropem Materialverhalten, und beim elastischen Kontakt werden auch alle Richtungen im Material, wenn auch unterschiedlich, beansprucht. Die Verwendung der Hillschen Mittelwerte zur Überführung in die isotrope Beschreibung stellt somit einen guten Kompromiß dar. Zum zweiten zeigt auch das Experiment (siehe Kapitel 5-6), daß sich die Meßkurven verschieden orientierter Probenoberflächen nicht so drastisch unterscheiden, wie es die Unterschiede in den verschiedenen Richtungselastizitätsmoduln (siehe Abbildung 2-3) erwarten ließen.



Material		Voigtsche Konstanten			Anisotropiefaktor A	Hillsche Mittelwerte		
		c_{11} in GPa	c_{44} in GPa	c_{12} in GPa		G_{Hill} in GPa	E_{Hill} in GPa	ν_{Hill}
Aluminium Al	Metall	108	28,3	62	1,23	26,0	70,2	0,35
Kupfer Cu		169	75,3	122	3,20	47,3	127	0,35
Nickel Ni		247	122	153	2,60	83,2	217	0,30
Wolfram W		523	160	203	1,00	160	409	0,28
Bariumfluorid BaF ₂	Ionenkristall	91,1	25,3	41,2	1,01	25,2	66,0	0,31
Kalziumfluorid CaF ₂		165	33,9	47,0	0,57	42,4	109	0,29
Silizium Si	Halbleiter	165	79,1	63,0	1,55	66,3	162	0,22
Galliumarsenid GaAs		118	59,4	53,5	1,84	46,5	116	0,24
Galliumphosphid GaP		141	71,2	62,4	1,81	56,1	139	0,24
Indiumphosphid InP		101	45,6	56,1	2,03	34,3	88,7	0,29
Zinkselenid ZnSe		86,4	40,2	51,5	2,30	28,8	74,9	0,30
Kadmiumtellurid CdTe		53,5	20,2	36,9	2,43	14,1	38,2	0,35

Tabelle 2-2: Elastische Konstanten und Hillsche Mittelwerte der untersuchten Materialien

Dennoch wirft die Überführung der anisotropen Materialeigenschaften in ein isotropes Modell einige Probleme auf. So wird zum Beispiel übergangen, daß eine starke Anisotropie sowohl die Lage als auch den Betrag der für die weiteren Betrachtungen ausschlaggebenden maximalen Scherspannung τ_{Tresca} beeinflusst. Weiterhin ist die Plastifizierung an Gleitsysteme, also ausgezeichnete Richtungen, gebunden. Demnach müßte die Projektion des kompletten Spannungsfeldes in das entsprechende Gleitsystem betrachtet und dort die maximale Scherspannung gesucht werden. Entsprechende Ansätze werden im Rahmen der Fortführung dieser Arbeit angestellt. Vorläufig wurde dabei festgestellt, daß die maximale Scherspannung in Gleitrichtung je nach Oberflächenorientierung des Kristalls zwischen $0,35 \dots 0,44 \cdot p_m$ (für $\nu=0,25$) variiert [27]. Dieses ist auch einsichtig, da die durch Gleichung (2-61) determinierte maximale Schubspannung τ_{Tresca} in einem Winkel von 45° zur z-Achse wirkt, aber die Gleitsysteme bei den untersuchten [100]-, [110]- und [111]-orientierten, kubischen Materialien von diesem Winkel abweichen. Die Plastifizierung setzt demnach auch nicht auf der z-Achse, sondern bei $r>0$ ein, wie auch in [7] anhand atomistischer Simulationen festgestellt wurde.

Diese Betrachtung der wirksamen Schubspannungen in den entsprechenden Gleitsystemen basiert allerdings weiterhin auf der isotropen Lösung des Kontaktproblems. Zur Vervollkommnung müßte demnach das elastisch anisotrope Kontaktproblem, zum Beispiel mittels FEM-Rechnung, betrachtet werden. Für die hier angestellten Überlegungen wären aber diese Verfeinerungen des Modells übertrieben, da die im weiteren diskutierten Näherungen (siehe Kapitel 2.4.2, 2.4.3 und 3.3) viel schwerwiegender sind.

2.4.2 Oberflächenschichten, Materialinhomogenitäten

Für die Lösung des Kontaktproblems wird die Probe als isotroper, unendlicher Halbraum angesehen. Die untersuchten Proben sowie die Versuchsbedingungen genügen dieser Voraussetzung nur bedingt. So sind zum Beispiel Härtemeßgeräte allgemein auf die Messung unter Luftatmosphäre beschränkt. Folglich lassen sich Oxidationen und andere Oberflächenbelegungen der Probe nicht ausschließen, und speziell für Indentierungen im Nanometerbereich beeinflussen derartige Schichten das Meßergebnis. Ist die Schicht weicher als das Substrat, läßt sich dies an einem erst flachen und dann deutlich stärkeren Anstieg der Kraft-Eindringtiefen-Kurve erkennen. Der Indenter durchdringt sozusagen die weichere Schicht und stößt dann auf das härtere Substrat. Bei genügend großen Eindringtiefen im Vergleich zur Schichtdicke dominieren dann die Substrateigenschaften. Ist allerdings die Schicht härter als das Substrat, wird sie nicht sofort durchdrungen, sondern drückt sich mit dem Indenter in das weichere Substrat. Anhand der Meßkurve ist dieser Fall nicht so eindeutig zu erkennen, und auch größere Eindringtiefen verringern diese Beeinflussung nicht vollständig. Eine theoretische Berücksichtigung von Oberflächenschichten bzw. Schichtsystemen allgemein wird derzeit diskutiert. Die meisten Ansätze legen dabei empirische Modelle zugrunde [28].

Eine Verfälschung der Meßergebnisse durch den Einfluß selbst dünner Oberflächenfilme kann demnach nicht ausgeschlossen und nur schwer meß- oder auswertetechnisch eliminiert werden, wenn die Schichteigenschaften (speziell die Schichtdicke) unbekannt sind.

Weiterhin schwer zu quantifizieren ist der Einfluß von Materialinhomogenitäten, wie zum Beispiel Oberflächenrauheiten, Korngrenzen, Einschlüsse, Restspannungen um Polierspuren und schon im Material vorhandene Versetzungen usw.. Um diese Einflüsse zu minimieren, wurden vorzugsweise einkristalline Proben untersucht und deren Oberflächen durch Spaltung, elektrolytische Politur oder chemische Politur (Wafer) präpariert.

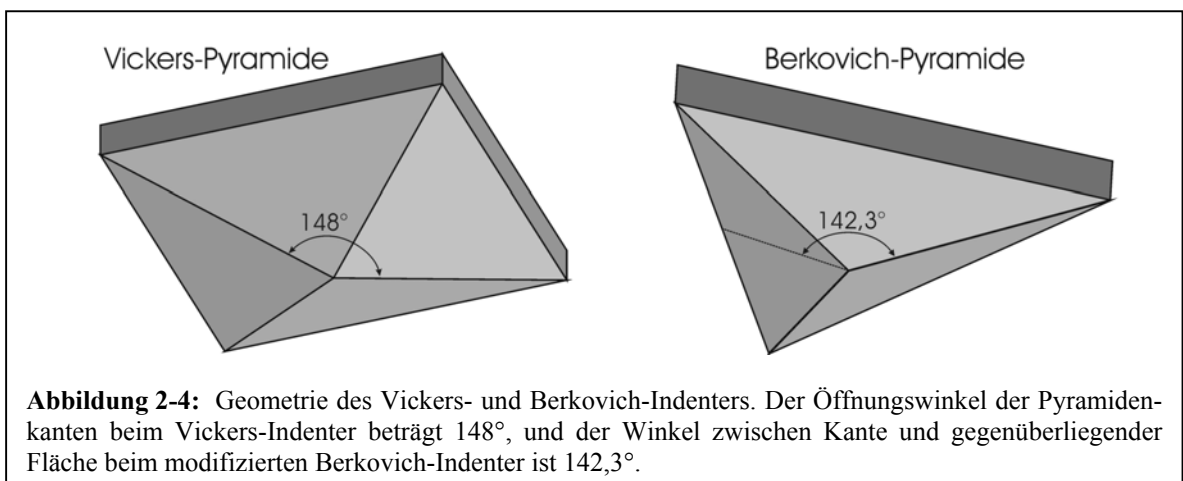
2.4.3 Nichtaxialsymmetrische Indenter

Für die registrierende Härtemessung werden hauptsächlich pyramidenförmige Diamantindenter, wie sie in Abbildung 2-4 dargestellt sind, verwendet. Der Öffnungswinkel der modifizierten Berkovich-Pyramide ist dabei so festgelegt, daß sich die gleiche Eindringtiefenabhängigkeit der projizierten Kontaktfläche A_{proj} wie bei der Vickers-Pyramide ergibt.

$$A_{\text{proj}} = 24,5 \cdot h^2 \quad (2-68)$$

Die für die Definition der Martenshärte HM (Universalhärte) [29] zugrunde gelegte eigentliche kontaktgebende Fläche A führt hingegen zu einem faktoriellen Unterschied zwischen beiden Indenterformen:

$$HM = \frac{F}{A} \quad \text{mit} \quad A_{\text{Vickers}} = 26,43 \cdot h^2 \quad \text{und} \quad A_{\text{Berkovich}} = 27,05 \cdot h^2 \quad (2-69)$$



Die herstellungsbedingt nicht zu vermeidenden Spitzenverrundungen liegen bei $\geq 50\text{nm}$ und nehmen durch Abnutzung während der Indentierung (siehe Abschnitte 3.4 und 6.6) noch zu. Daß die Verrundungen nur bedingt als kugelförmig anzusehen sind, zeigen entsprechende AFM-Abtastungen der Indenterspitzen (siehe Abschnitt 4.1.2). Eine theoretische Beschreibung hinsichtlich einer Verallgemeinerung der Kugelform zu potenzfunktionsförmigen Indenterquerschnitten ist, wie in diesem Kapitel gezeigt wurde,

möglich. Die realen Indenterspitzenverrundungen zeigen jedoch auch Abweichungen von einer Axialsymmetrie, bis schließlich für größere Eindringtiefen die drei- bzw. vierzählige Symmetrie der Indenterpyramide dominiert. Zusätzlich weisen die verrundeten Spitzen noch Unebenheiten bzw. einzelne Ausbuchtungen auf. Die meßbare Kraft-Eindringtiefen-Charakteristik gibt diese komplexe Geometrie und den daraus folgenden Spannungszustand natürlich nur in gemittelter Form wieder, weshalb eine theoretische Beschreibung, die einen potenzfunktionsförmigen Zusammenhang begründet, im allgemeinen ausreichend ist. Wegen der schwer abzuschätzenden Einflüsse durch Oberflächenschichten und Materialanisotropie einerseits und der anschaulicheren Interpretation andererseits soll der elastische Kontakt mit verrundeten Indenterspitzen hier vornehmlich als Hertzscher Kontakt, also die Indenterverrundung als Kugel, beschrieben werden. Für isotrope Materialien wie zum Beispiel Gläser und Polymere und bei stark von der Kugelform abweichenden Spitzenverrundungen ist jedoch die theoretische Beschreibung mit Potenzfunktionen zu bevorzugen.

Bei verrundeten Indentern stellt sich die Frage, ab welcher Eindringtiefe die idealisierte kugelförmige Spitze in die drei- bzw. vierzählige Pyramidengeometrie übergeht. Eine einfache Abschätzung ergibt sich, wenn als Kriterium des Überganges eine an die Kugel angelegte Tangente den Öffnungswinkel der Pyramide erreicht. Aus der Parabelnäherung der Kugelform $z(r)$ (Tabelle 2-1) folgt somit:

$$z = \frac{1}{2R} \cdot r^2 \quad \cot \beta = \frac{\delta}{\delta r} \left(\frac{1}{2R} \cdot r^2 \right) \quad (2-70)$$

Mit dem halben Öffnungswinkel der Pyramide β , der zwischen 74° (halber Öffnungswinkel zwischen den Kanten des Vickers-Indenters) und 68° (halber Öffnungswinkel zwischen den Seitenflächen des Vickers-Indenters) liegt, folgt ein Übergang von der Kugel zur Pyramide zwischen:

$$z_{\bar{0}} = \frac{1}{2} \cdot R \cdot \cot^2 \beta \Big|_{\beta=74^\circ \dots 68^\circ} \approx (0,082 \dots 0,041) \cdot R \quad (2-71).$$

Daraus ergibt sich, daß bei rein elastischer Verformung für Eindringtiefen oberhalb dieses Überganges $z_{\bar{0}}$ nicht mehr mit der Hertzschen Lösung argumentiert werden kann.

3 Irreversible Kristalldeformation

3.1 Theoretische Schubfestigkeit von Kristallen

Das mechanische Verhalten von Festkörpern läßt sich in elastische, anelastische und plastische Deformation sowie Bildung und Wachstum von Rissen einschließlich Bruch unterteilen. Duktile Materialien zeigen nach Erreichen der Plastizitätsgrenze ausgedehntes plastisches Fließen, und spröde Materialien neigen noch vor Überschreiten dieser Grenze zum Bruch. Für den hier untersuchten Pop-In-Effekt ist dabei die Betrachtung des Überganges von elastischer zu plastischer Deformation im Bezug auf strukturelle Prozesse in kristallinen Festkörpern maßgebend. Hinsichtlich der gitterperiodischen Anordnung lassen sich elastische Verformungen als reversible Auslenkungen der Atomrümpfe aus ihren Gleichgewichtslagen verstehen. Für kleine elastische Verschiebungen kann die Auslenkungen der Atomrümpfe im Minimum des Bindungspotentials in harmonischer Näherung beschrieben werden, woraus makroskopisch ein linearer Spannungs- Dehnungs-Zusammenhang entsprechend dem Hookeschen Materialgesetz folgt. Der Elastizitätsmodul entspricht dabei der Krümmung des abstandsabhängigen Bindungspotentials im Minimum. Im Gegensatz dazu stellt die plastische Verformung einen irreversiblen Prozeß dar. Das heißt, nach Rücknahme der mechanischen Belastung geht der Körper nicht völlig in seine Ausgangsform zurück, sondern zeigt bleibende Deformationen wie Gestalts- und/oder Volumenänderungen. Die Energiedissipation dieses irreversiblen Prozesses begründet sich in Strukturänderungen wie Versetzungsbildung oder irreversiblen Phasenumwandlungen sowie Reibungsverlusten (Versetzungsbewegung, Fließprozesse). Die plastische Deformation eines perfekten Einkristalls erfordert das gegenseitige Verschieben ganzer Netzebenen. Wird für den Spannungsverlauf zum Verschieben einer Atomlage über eine andere eine gitterperiodische Sinusfunktion angenommen (Modell von Frenkel [30]), ergibt die Forderung Hookeschen Verhaltens für kleine Auslenkungen eine maximal zu überwindende Schubspannung von rund einem Sechstel des Schubmoduls, also $\tau_{\text{theo}} \approx G/6$. Experimentell wurden derart hohe Fließgrenzen nur bei versetzungsfreiem Silizium und sogenannten Whiskern (Haarkristall, whisker(engl.)=Schnurrbarthaar) gefunden.

3.2 Versetzungen

In kristallinen Materialien wird im allgemeinen das plastische Verhalten nicht über das Abgleiten ganzer Netzebenen, sondern durch die Bewegung linienförmiger Fehlernungen, den sogenannten Versetzungen, die sich herstellungsbedingt bisher außer bei Whiskern und Siliziumeinkristallen nicht vermeiden lassen, realisiert. Anhand der Charakterisierung einer Versetzung durch Burgersvektor und Linienvektor lassen sich zwei Grundtypen, die Stufen- und Schraubenversetzung, unterscheiden. Bei der Stufenversetzung schließen Versetzungslinie und Burgersvektor einen Winkel von 90° ein. Bei der Schraubenversetzung sind beide parallel zueinander. Je nach Kristallstruktur werden aber oft Mischformen dieser Grundtypen bevorzugt. In fcc-Struktur sind dies zum Beispiel 60° -Versetzungen, die wiederum in 30° - und 90° -Partialversetzungen mit eingeschlossenem Stapelfehler dissoziieren können. Die elastizitätstheoretische Beschreibung (Volterra-Modell) einer geraden Versetzung im isotropen Medium ergibt eine elastische Energie W_{el} pro Versetzungslinienlänge L von [31, 32]:

$$\frac{W_{el}}{L} = \frac{G \cdot b^2}{4\pi} \left(\cos^2 \beta + \frac{\sin^2 \beta}{1-\nu} \right) \cdot \ln \frac{r_a}{r_0} \quad (3-1).$$

Hierbei sind b der Betrag des Burgersvektors, ν die Querkontraktionszahl (Poissonzahl) und β der Winkel zwischen Versetzungslinie und Burgersvektor, wobei obige Gleichung für $\beta=0^\circ$ eine reine Schrauben- und für $\beta=90^\circ$ eine reine Stufenversetzung beschreibt. Der

Material	Versetzungstyp	cut-off Radius
Ionenkristall ¹	Stufe	$r_0 \approx b/3$
	Schraube	$r_0 \approx b/5$
Kupfer ²	Stufe	$r_0 \approx b$
	Schraube	$r_0 \approx b/2$
Nickel ²	Stufe	$r_0 \approx b/1,7$
	Schraube	$r_0 \approx b/2,2$
Aluminium ²	Stufe	$r_0 \approx b/2$
	Schraube	$r_0 \approx b/3,3$
Diamantstruktur ³	Stufe	$r_0 \approx b/3$
	Schraube	$r_0 \approx b/4$

Tabelle 3-1: Übersicht der in der Literatur zu findenden inneren Abschneideradien (¹[31], ²[33], ³[34])

als äußerer Abschneideradius r_a bezeichnete Parameter charakterisiert die Reichweite des Spannungsfeldes und wird durch die mittleren Abstände der Versetzungen bzw. die Versetzungsdichte oder maximal durch die Kristallabmessungen begrenzt.

Der Parameter r_0 wird als innerer Abschneideradius (auch „inner cut-off“-Radius) bezeichnet und stellt eigentlich die Grenze der kontinuumtheoretischen Beschreibung für den Versetzungskern nach dem Volterra-Modell dar,

welche bei mindestens einem Burgersvektor liegt. Die Gesamtenergie einer Versetzung setzt sich somit aus der Kernenergie ($0 \leq r < r_0$) und der elastischen Energie außerhalb des Kerns ($r_a \geq r \geq r_0$) zusammen. Der Radius r_0 kann aber so gewählt werden, daß die aus speziellen Berechnungen der Kernpotentiale (Peierls-Nabarro-Modell) oder atomistischen Rechnungen (z.B. numerische Clusterrechnungen) ermittelten Kernenergien in Gleichung (3-1) einfließen und diese dann für die Gesamtenergie gilt. Tabelle 3-1 zeigt eine Auswahl solcher in der Literatur [31, 33, 34] zu findenden „inner cut-off“- bzw. „core“-Radien, die

natürlich kleiner sein müssen als die Grenze der Kontinuumtheoretischen Beschreibung. Im folgenden ist mit r_0 immer der zur Kernenergiekorrektur nötige Radius gemeint.

Allgemein festzuhalten ist, daß Schraubenversetzungen gegenüber Stufenversetzungen höhere Kernenergien und somit kleinere innere Abschneideradien aufweisen. Gesamtenergetisch sind dennoch Schraubenversetzungen günstiger ($\nu > 0$), da der Anteil der Kernenergie bei typischen äußeren Abschneideradien im Mikrometerbereich maximal zehn Prozent der Gesamtenergie ausmacht. Aufgrund der quadratischen Abhängigkeit der Versetzungsenergie vom Betrag des Burgersvektors werden Versetzungen mit möglichst kurzen Gittertranslationsvektoren als Burgersvektoren bevorzugt. Trotz zusätzlicher Stapelfehlerenergie können aus selbigem Grund dissoziierte Versetzungen energetisch günstiger sein. Quantitativ folgen aus Gleichung (3-1) typische Linienenergien von einigen Elektronenvolt, so daß eine rein thermisch getriebene Versetzungsgeneration unterhalb des Schmelzpunktes auszuschließen ist. Sind aber Versetzungen im Kristall vorhanden, besteht die Möglichkeit der Vervielfältigung, zum Beispiel durch den sogenannten Frank-Read-Mechanismus. Dabei wird eine Versetzung, die an zwei Hindernissen (Punkte A und C in Abbildung 3-1) verankert ist, durch eine Scherspannung in der Gleitebene so weit

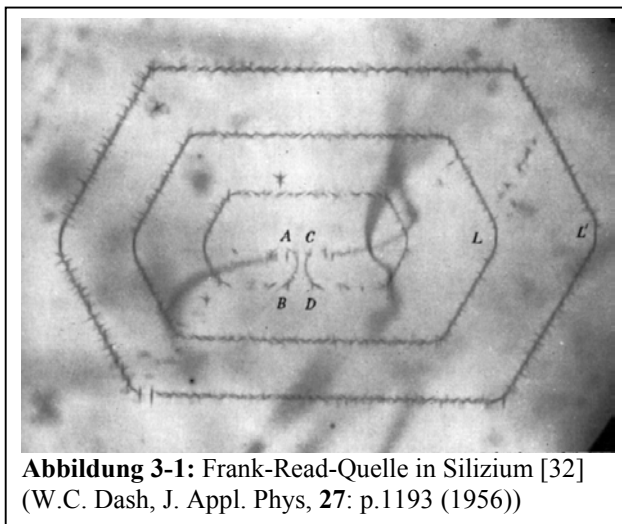


Abbildung 3-1: Frank-Read-Quelle in Silizium [32]
(W.C. Dash, J. Appl. Phys, 27: p.1193 (1956))

ausgebaucht, bis sich die Enden wieder schließen (Punkte B und D in Abbildung 3-1) und dabei einen neuen Versetzungsloop (L und L in Abbildung 3-1) abtrennen. Die für diesen Prozeß nötige äußere Scherspannung beträgt $\tau \approx G \cdot b / L$ und liefert für typische Hindernisabstände $L \approx 1000 \cdot b$ Werte, die in der Größenordnung der meßbaren Fließgrenze technischer Werkstoffe liegen [31]. Da mit zunehmender plastischer Deformation ständig neue Versetzungen benötigt werden, be-

stimmt der Frank-Read-Mechanismus demnach oft die Plastizität des Materials. Aus transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen „festgepinnter“, ausgebauchter Versetzungen kann auf die mittleren Hindernisabstände und die lokal wirkenden Spannungen geschlossen werden, wobei sich das Konzept der Linienspannung anhand der Versetzungskrümmung überprüfen läßt [35].

Es bleibt noch zu klären, ob der Beginn der plastischen Deformation durch den Gleitwiderstand der vorhandenen Versetzungen gegeben sein kann. Die für plastische Verformung notwendige Versetzungsbewegung kann in Form von gleitenden Stufen- und Schraubenversetzungen und kletternden Stufenversetzungen erfolgen. Unter Gleiten ist dabei das Heben der Versetzungslinie über den Potentialwall, den die Atomrümpfe der Gleitebene bilden, zu verstehen. Diese Potentialbarriere ist am niedrigsten für die dichtestgepackte Ebene in der dichtestgepacktesten Richtung. Diese Ebenen und Richtungen bilden das primäre Gleitsystem (siehe Tabelle 3-2). Peierls und Nabarro fanden für diesen Prozeß unter Annahme einer sinusförmigen Potentialbarriere eine maximal zu

überwindende Scherspannung, die durch das Verhältnis von Burgersvektorlänge b zur Gitterkonstante a bestimmt wird [32].

$$\tau_{\text{glide}} \cong \frac{2G}{K} \cdot \exp\left(-\frac{2\pi \cdot a}{K \cdot b}\right) \quad \begin{array}{ll} K = 1 & \text{Schraube} \\ K = 1 - \nu & \text{Stufe} \end{array} \quad (3-2)$$

Obige Gleichung zeigt die Bevorzugung möglichst kurzer Burgersvektoren und liefert nötige Gleitspannungen von $10^{-2} \dots 10^{-3} G$. Korrekturbedürftig ist dieses Ergebnis hinsichtlich der atomistischen Struktur des Peierls potentials sowie thermischer Aktivierungen. So wird beim Gleitprozeß nicht die gesamte Versetzungslinie auf einmal über den Potentialwall gehoben, sondern ein durch Aktivierung vorausgesprungenes Versetzungssegment (Doppelkinke) zieht die restliche Versetzung durch Auseinanderlaufen hinterher. Die thermisch aktivierte Kinkennukleation sowie -diffusion bewirkt die Temperaturabhängigkeit des Versetzungsgleitens und verringert die Fließspannung im Vergleich zu Gleichung (3-2) auf die typischen experimentellen Befunde von $10^{-3} \dots 10^{-5} G$ (bei Raumtemperatur). Verschiebt sich die Versetzungslinie durch kollektive Anlagerung oder Abwanderung entsprechender Atome, wird vom Klettern der Versetzung aus der Gleitebene heraus gesprochen. Die dabei ab- bzw. desorbierten Punktdefekte führen zu lokalen Volumenänderungen, und die nötigen Diffusionsbewegungen bedingen entsprechend höhere Temperaturen, so daß dieser Prozeß für die hier untersuchten Materialien bei Raumtemperatur eine untergeordnete Rolle spielt. Es sei aber der Vollständigkeit halber betont, daß analog zum Frank-Read-Mechanismus das Ausbauchen der verankerten Versetzung auch durch Klettern erfolgen kann. Eine solche Versetzungsmultiplikation wird als Bardeen-Herring-Prozeß bezeichnet. Die Versetzungsbeweglichkeit und somit das plastische Verhalten werden weiterhin durch die Wechselwirkungen der Versetzungen untereinander (z. B. Schneiden von Versetzungen), die Behinderung der Versetzungsbewegung durch Fremdatome und Ausscheidungen oder Aufstau von Versetzungen an Korngrenzen bestimmt.

Festzuhalten bleibt, daß auf Versetzungsbewegung und -vervielfachung beruhende Plastizität bei Spannungen im Megapascalbereich einsetzt ($10^{-3} \dots 10^{-5} \cdot G$), hingegen versetzungslose Kristalle plastische Verformung erst bei einigen GPa zulassen (rund $G/10$).

3.3 Homogene Nukleation eines Versetzungsloops

Versetzungslinien enden nie im Kristall, sondern nur an freien inneren oder äußeren Oberflächen oder sie sind in sich geschlossen, wie zum Beispiel bei den nachfolgend beschriebenen Versetzungsloops. Die spannungsgetriebene Bildung eines solchen Loops im ungestörten Kristall wird als homogene Versetzungsnukleation bezeichnet. Auftreten kann ein solcher Bildungsmechanismus, wenn sich innerhalb des Kristalls mechanische Spannungen im Gigapascalbereich konzentrieren, wie es bei Einschlüssen oder bei Punktbelastung der Kristalloberfläche möglich ist. Für die kontinuumtheoretische Beschreibung wird unter Voraussetzung isotropen Materialverhaltens, kreisförmiger Loopform inklusive Vernachlässigung der unterschiedlichen Kernstrukturen von Stufen- und Schraubenanteilen das Maximum der freien Energie W_C in Abhängigkeit vom Loopradius r gesucht. Die freie Energie W_{tot} setzt sich aus der Gesamtenergie des Loops W_{Loop} , die sich analog der Gleichung (3-1) finden läßt, der Verzerrungsenergie durch äußere Spannungen W_τ und der Stapelfehlerenergie W_γ zusammen [31, 36].

$$\begin{aligned} W_{\text{tot}}(r) &= W_{\text{Loop}}(r) + W_\tau(r) + W_\gamma(r) \\ W_C &= \text{Max}[W_{\text{tot}}(r)] = W_{\text{tot}}(r_C) \end{aligned} \quad (3-3)$$

Aus Sicht eines thermisch aktivierten Nukleationsprozesses folgt dann anhand der freien Bildungsenergie W_C für die kritische Nukleationskeimkonzentration n^* :

$$n^* = n \cdot \exp\left[-\frac{W_C}{k \cdot T}\right] \quad (3-4),$$

wobei $n \approx 1/b^3$ die Atomkonzentration pro Einheitsvolumen, k die Boltzmannkonstante und T die absolute Temperatur angeben. Für die Nukleationsrate J gilt [31, 36]:

$$J = Z \cdot \omega \cdot n^* \quad \text{mit} \quad \omega = \frac{8\pi \cdot r_C}{b} \cdot \nu_b \quad (3-5).$$

Der Faktor Z (Zeldovich-Faktor) enthält die Korrekturen aus der Nichtgleichgewichtstheorie, die u. a. berücksichtigt, daß auch Nukleationskeime mit einem größeren Radius als dem kritischen Keimradius r_C durch Fluktuationen wieder zerfallen können, und beträgt für diese Problematik $Z \approx 0,1$ [31, 36]. Der Frequenzfaktor ω beschreibt die Wahrscheinlichkeit, daß ein peripheres Atom zum Nukleationskeim hinzutritt und wird durch den kritischen Loopradius r_C und die Debye-Frequenz ν_b bestimmt. Typische Abschätzungen [36] ergeben für die Frequenz $\omega \approx 10^{15} \text{ s}^{-1}$ und für die Konzentration $n \approx 10^{22} \text{ cm}^{-3}$. Somit folgt aus Gleichung (3-5):

$$J \approx 10^{36} \text{ cm}^{-3} \text{ s}^{-1} \cdot \exp\left[-\frac{W_C}{k \cdot T}\right] \quad (3-6).$$

Damit es tatsächlich zur Bildung von stabilen Keimen kommt, muß die Nukleationsrate J einen kritischen Wert von $J^* \approx 10^{20} \text{ cm}^{-3} \text{ s}^{-1}$ [36] übersteigen, woraus sich als thermische Restriktion für die freie Bildungsenergie

$$W_C \leq 37 \cdot kT \quad \text{bzw.} \quad W_C \leq 1 \text{ eV} \quad \text{für RT} \quad (3-7)$$

ergibt. Es ist zu beachten, daß Gleichung (3-7) nur im Sinne einer Abschätzung der oberen Grenze des thermischen Beitrages zur Loopnukleation interpretiert werden darf und dem-

entsprechend für $W_C=0\text{eV}$ die maximal und für $W_C=1\text{eV}$ (bei Raumtemperatur) die minimal nötige Nukleationsspannung aus (3-3) folgt. Mit diesem Resultat für das Maximum der freien Energie W_C können nunmehr die kritischen Loopradien und nötigen Scherspannungen für die einzelnen Looptypen abgeschätzt werden. Für das Punktbelastungsexperiment sind solche Loops von Bedeutung, die durch mechanische Spannungen nukleiert und mobilisiert werden können. Franksche Loops¹ und prismatische Loops² können also übergangen und gleitfähige perfekte Loops und Shockleysche Loops müssen näher betrachtet werden.

3.3.1 Perfekter Loop

Ein perfekter Loop ist vorstellbar als ein um den Burgersvektor abgeglittener kreisförmiger Kristallebenenbereich, der von nicht aufgespaltenen und in diesem Sinne „perfekten“ Versetzungen umschlossen wird. Die Gesamtenergie W_{Loop} für einen perfekten Loop mit Burgersvektor in der Loopebene beträgt nach [31]:

$$W_{\text{Loop}} = \frac{G \cdot b^2 \cdot r}{4} \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \left(\ln \frac{4r}{r_0} - 2 \right) \quad (3-8).$$

In Übereinstimmung mit anderen Autoren [31, 34, 36] werden für die weiteren Berechnungen näherungsweise innere Abschneideradien r_0 von $b/2$ für Metalle und $b/3$ für Ionenkristalle und Halbleiter angenommen (siehe Tabelle 3-1). Die durch eine in der Gleitebene und Gleitrichtung angreifende mechanische Scherspannung τ auf den Loop wirksame Verzerrungsenergie beträgt:

$$W_\tau = -\tau \cdot b \cdot \pi \cdot r^2 \quad (3-9).$$

Aus dem Extremalwertproblem nach Gleichung (3-3) folgen somit ein kritischer Loopradius r_C und eine maximale freie Energie W_C von:

$$r_C = \frac{1}{2\pi \cdot \tau} \frac{G \cdot b}{4} \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \left(\ln \frac{4r_C}{r_0} - 1 \right) \quad (3-10)$$

$$W_C = \frac{G \cdot b^2 \cdot r_C}{8} \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \left(\ln \frac{4r_C}{r_0} - 3 \right) \quad (3-11).$$

Durch Einsetzen des thermischen Beitrages ($W_C=0\dots 1\text{eV}$) liefert die Lösung der transzendenten Gleichung (3-11) den kritischen Loopradius, und mit diesem Ergebnis läßt sich die notwendige kritische Scherspannung aus (3-10) bestimmen. Im einfachsten Fall für null Kelvin bzw. $W_C=0$ folgt:

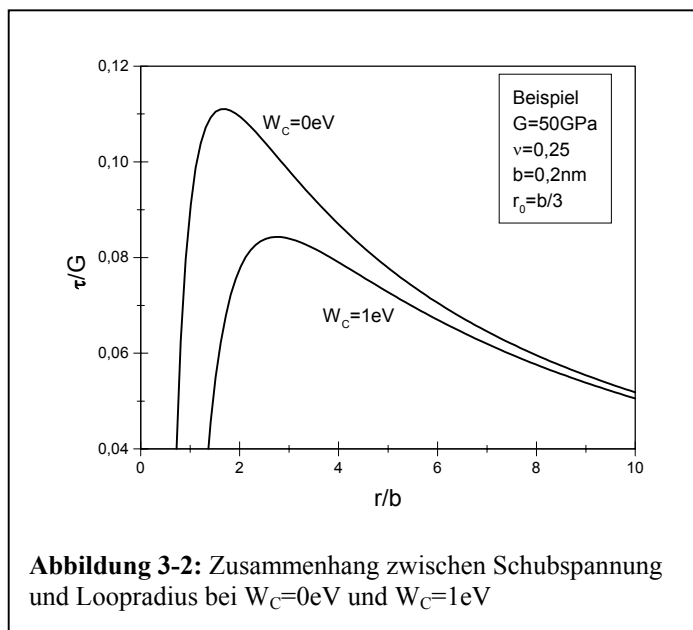
$$r_C = \frac{e^3}{4} \cdot r_0 \approx 5r_0 \Rightarrow \tau = \frac{G \cdot b}{\pi \cdot e^3 \cdot r_0} \frac{2-\nu}{1-\nu} \quad \text{für } W_C = 0 \quad (3-12).$$

¹ Ein Frank-Loop ist vorstellbar als eingefügter kreisförmiger Stapelfehler, wobei der Burgersvektor senkrecht auf der Loopebene steht. Ein solcher Loop wird umrandet von Frankschen Partialversetzungen ($b=1/3[111]$ für fcc-Gitter), ist aber nicht gleitfähig und kann nur durch Diffusion von entsprechenden Punktdefekten wachsen und mobil werden.

² Prismatische Loops zählen zu den perfekten Loops. Der Burgersvektor zeigt in Gleitrichtung und steht senkrecht auf der Loopebene. Diese Loops entstehen durch den sogenannten „punching out“ Mechanismus [37] oder Leerstellennukleation [31].

Mit typischen Werten für den inneren Abschneideradius $r_0=b/3$ und die Querkontraktionszahl $\nu=0,25$ ergibt sich als Größenabschätzung für die kritische Scherspannung $\tau \approx G/9$, welche nahe der theoretischen Schubfestigkeit liegt, wie im Kapitel 3-1 diskutiert. Numerische Berechnungen für einen Peierls-Nabarro-Versetzungskern zeigen ebenfalls, daß bei Raumtemperatur Schubspannungen nahe der theoretischen Schubfestigkeit nötig sind, um Versetzungsloops zu nukleieren [38].

Es sei an dieser Stelle bemerkt, daß manche Autoren [2, 3] die Restriktion aus Gleichung (3-11) nicht beachten und somit nur Gleichung (3-10) dahingehend interpretieren, daß aus kleineren Scherspannungen τ größere kritische Loopradien r_c folgen. In Extrapolation würden so im Kristall ohne jegliche Belastungen immer unendlich große Loops auftreten müssen ($\tau \rightarrow 0 \Rightarrow r_c \rightarrow \infty$). Die kritische Loopgröße und Scherspannung sind aber durch Gleichung (3-12) vorgegeben und variieren nur durch den thermisch aktivierten Nukleationsbeitrag, welcher zugleich die



nötige Schubspannung verringert und den kritischen Radius vergrößert. Abbildung 3-2 verdeutlicht hierzu den Zusammenhang zwischen Scherspannung und Loopradius bei gegebenem Maximalwert der freien Energie. Der Kurvenverlauf zeigt, daß mit zunehmender Spannung ein embryonaler Loop auseinandergezogen wird und beim Überschreiten des Maximums überkritisch weiterwächst. Der mögliche kritische Loopradius liegt für dieses Beispiel

zwischen $1,7 \cdot b$ und $2,7 \cdot b$ und die dazugehörige kritische Schubspannung zwischen $0,11 \cdot G$ und $0,08 \cdot G$.

3.3.2 Shockleyscher Loop bzw. Stapelfehlerloop

Ein Shockleyscher Loop bzw. Stapelfehlerloop liegt vor, wenn ein Stapelfehler von einer Shockleyschen Partialversetzung (zum Beispiel $b_p=1/6\langle 112 \rangle$ in fcc und verwandten Strukturen) umrandet wird. Shockleysche Partialversetzungen entstehen durch Aufspaltung einer perfekten Versetzung in zwei Partialversetzungen, die einen Stapelfehler einschließen (siehe Abbildung 3-3). Eine kontinuierlich arbeitende Versetzungsquelle muß konsequenterweise abwechselnd die paarigen Partialversetzungen emittieren, die dann zusammen die vollständige Versetzung ergeben. Es ist nicht möglich, nur gleichartige Partialversetzungen zu bilden, da so die Gitterstruktur zerstört würde. Wenn aber nur eine Partialversetzung an der Quelle gebildet wird und die nachfolgende Partialversetzung ausbleibt, liegt ein Shockleyscher Versetzungsring vor. Der Betrag des Burgersvektors eines partialen Versetzungsringes b_p ist kleiner als der eines perfekten Loops b ($b_p=1/\sqrt{3} \cdot b$

für fcc), wodurch die Gesamtenergie des Loops nach Gleichung (3-8) geringer ist. Zusätzliche Energie muß aber für die Bildung des Stapelfehlers aufgebracht werden (γ_{SF} ist die Stapelfehlerenergie pro Fläche und materialabhängig).

$$W_\gamma = \pi \cdot r^2 \cdot \gamma_{SF} \quad (3-13)$$

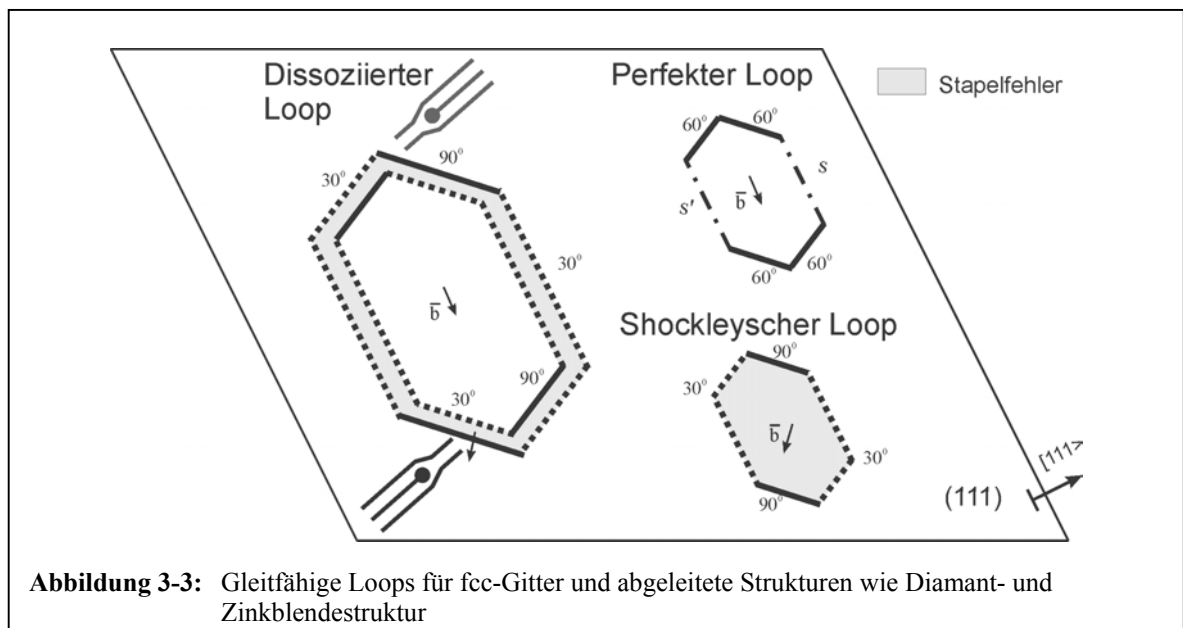
Analog den Rechnungen aus 3.3.1 folgt für den kritischen Loopradius r_C :

$$r_C = \frac{1}{2\pi \cdot (\tau \cdot b_p - \gamma_{SF})} \frac{G \cdot b_p^2}{4} \frac{2-v}{1-v} \cdot \left(\ln \frac{4r_C}{r_0} - 1 \right) \quad (3-14).$$

Die maximale freie Energie W_C gehorcht weiterhin Gleichung (3-11), und für null Kelvin folgt ($W_C=0$):

$$r_C = \frac{e^3}{4} \cdot r_0 \approx 5r_0 \Rightarrow \tau = \frac{G \cdot b_p}{\pi \cdot e^3 \cdot r_0} \frac{2-v}{1-v} + \frac{\gamma_{SF}}{b_p} \quad \text{für } W_C = 0 \quad (3-15).$$

Zur Interpretation von Gleichung (3-15) im Vergleich mit (3-12) ist zu beachten, daß Partialversetzungen, wenn sie auch kernenergetisch günstiger sind als perfekte Versetzungen, größere „core“-Radien haben. Deshalb wird in Gleichung (3-15) als Näherungswert der gleiche innere Abschneideradius r_0 wie in Gleichung (3-12), aber der Burgersvektor der Partialversetzung b_p eingesetzt. Analog der Abschätzung für die perfekten Loops ergibt Gleichung (3-15) mit $b_p=1/\sqrt{3} \cdot b$, $r_0=b/3$ und $\nu=0,25$ für die kritische Scherspannung $\tau \approx G/15,5 + \gamma_{SF}/b_p$. Für Materialien mit kleinen Stapelfehlerenergien kann demnach die Bildung von Shockleyschen Loops günstiger sein als die von perfekten



Loops. Mit zunehmender Loopgröße ist dann die Nachfolge der zweiten Partialversetzungen und damit die Entstehung eines dissoziierten Loops (siehe Abbildung 3-3) energetisch günstiger.

Tabelle 3-2 enthält die nach den Gleichungen (3-10) und (3-11) für die perfekten Loops bzw. nach Gleichungen (3-14) und (3-11) für Partialloops bestimmten Bereiche ($W_C=0 \dots 1 \text{ eV}$) der kritischen Loopradien und Scherspannungen für alle untersuchten Materialien. Die zur numerischen Kalkulation notwendigen Materialparameter wie die Gitterkonstante a , die Stapelfehlerenergie γ_{SF} und die elastischen Konstanten zur Berech-

nung der Hillschen Mittelwerte von Schubmodul G_{Hill} und Poissonzahl ν_{Hill} (siehe Kapitel 2.4.1) stammen aus [25, 31, 39, 40]. Die Werte für die kritischen Schubspannungen zeigen, daß außer für Aluminium die Bildung von Partialloops bevorzugt ist. Die kritischen Loopradien liegen im Bereich von 10\AA und die entsprechenden Scherspannungen im Bereich von $G/10$.

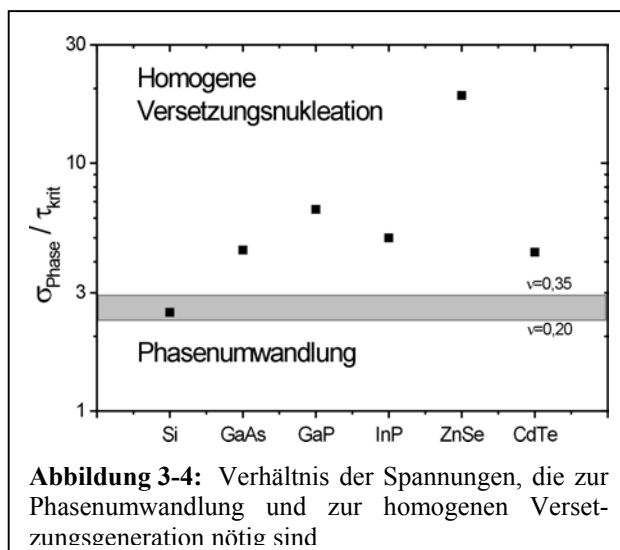
Die Genauigkeit dieser Ergebnisse ist natürlich im Rahmen der verwendeten Näherungen zu beurteilen. Analog Kapitel 2 wurde auch hier von isotropem, linear elastischem Materialverhalten ausgegangen, um die Versetzung analytisch beschreiben zu können. Als weiterer Fehlereinfluß geht aber noch die Empfindlichkeit gegenüber der pauschalisierten Wahl des inneren Abschneideradius ein. Für die meisten Berechnungen ist die genaue Kenntnis dieses Wertes nicht so entscheidend, da bei den üblicherweise großen äußeren Abschneideradien von einigen Mikrometern der Logarithmsterm der Gesamtenergie den Fehlereinfluß von r_0 kaschiert. In der Literatur wird wahrscheinlich aus diesem Grunde eine material- und versetzungstypabhängige Bestimmung des inneren Abschneideradius wenig diskutiert. Für die homogene Versetzungsgeneration ist hingegen der Fehlereinfluß durch die Unsicherheit des inneren Abschneideradius sehr stark, da die kritischen Loopradien nur fünf- bis zehnmal größer als dieser Radius sind. Aus Gleichung (3-12) bzw. (3-15) folgt, daß der relative Fehler der maximalen kritischen Nukleationsspannung ($W_C=0\text{eV}$) gleich dem des inneren Abschneideradius ist. Das heißt, eine durchaus realistische Unsicherheit von 30% bis 50% für den inneren Abschneideradius schlägt sich direkt in der Genauigkeit der bestimmten kritischen Nukleationsspannung nieder, und diese Einflußstärke verbleibt erst mit Loopradien, die bedeutend größer als der kritische Loopradius sind. Eine Übereinstimmung der experimentellen Befunde mit den hier theoretisch gewonnenen Werten im Rahmen der richtigen Größenordnung ist daher durchaus akzeptabel. Eine Verfeinerung der theoretischen Beschreibung ist demnach zuerst in Hinsicht der Absicherung der inneren Abschneideradien für das jeweilige Material wünschenswert.

Material		Burgersvektor		a in Å	G _{Hill} in GPa	v _{Hill}	γ _{SF} in mJ/m ²	Perfekter Loop		ShockleyLoop	
		Perfekter Loop	ShockleyLoop					r _{krit} in Å	τ _{krit} in GPa	r _{krit} in Å	τ _{krit} in GPa
Al	Metall fcc	1/2 ⟨110⟩{111} b=a/√2	1/6 ⟨112⟩{111} b _P =a/√6	4,05	26,0	0,35	166	7,2...9,3	2,1...1,8	7,2...12,6	2,2...1,9
Cu				3,61	47,3	0,35	45	6,4...7,9	3,8...3,4	6,4...10,3	2,5...2,0
Ni				3,52	83,2	0,30	125	6,2...7,2	6,4...6,0	6,2...8,8	4,6...3,9
W	Metall bcc	1/2 ⟨111⟩{110} 1/2 ⟨111⟩{112} b=√3a/2	energetisch ungünstig und experimentell nicht beobachtet	3,61	160	0,28	—	6,4...6,9	11,7...11,2	—	—
BaF ₂	Ionenkristall	1/2 ⟨110⟩{100} b=a/√2	1/6 ⟨112⟩{100} b _P =a/√6	6,19	25,2	0,31	11	7,3...8,3	2,9...2,7	7,3...10,1	1,7...1,5
CaF ₂	CaF ₂ -Struktur			5,46	42,4	0,29	15	6,5...7,3	4,9...4,6	6,5...8,6	2,9...2,5
Si	Elementhalbleiter Diamantstruktur	1/2 ⟨110⟩{111} b=a/√2	1/6 ⟨112⟩{111} b _P =a/√6	5,43	66,3	0,22	65	6,4...7,0	7,2...6,9	6,4...7,0	4,4...4,0
GaAs	III-V-Halbleiter Zinkblendestruktur	1/2 ⟨110⟩{111} b=a/√2	1/6 ⟨112⟩{111} b _P =a/√6	5,65	46,5	0,24	55	6,7...7,4	5,1...4,9	6,7...8,7	3,2...2,8
GaP				5,45	56,1	0,24	41	6,5...7,1	6,2...5,9	6,5...8,2	3,8...3,3
InP				5,87	34,3	0,29	18	6,9...7,8	3,9...3,7	6,9...9,3	2,3...2,0
ZnSe	II-VI-Halbleiter	1/2 ⟨110⟩{111} b=a/√2	1/6 ⟨112⟩{111} b _P =a/√6	5,67	28,8	0,30	13	6,7...7,8	3,3...3,1	6,7...9,6	2,0...1,6
CdTe	Zinkblendestruktur			6,48	14,1	0,35	10	7,7...9,2	1,7...1,5	7,7...11,8	1,0...0,8

Tabelle 3-2: Zusammenstellung der Materialparameter und der daraus folgenden kritischen Loopradien und Scherspannungen (W_C=0..1eV) für die untersuchten Materialien

3.4 Hochdruck-Phasenumwandlung

Neben der versetzungsgetragenen Plastizität von Kristallen kann bleibende Deformation auch durch Korngrenzgleiten bei Polykristallen und irreversible Hochdruck-Phasenumwandlungen realisiert werden. Die bekannteste dieser Phasenumwandlungen führt zur metastabilen Hochdruckmodifikation von Graphit – dem Diamant. Die kristalline Umordnung unter hohen Drücken läuft im allgemeinen in Richtung höherer Packungsdichte und Koordinationszahlen. Es sind dabei hydrostatische Drücke im Gigapascalbereich nötig, und sie kann reversibel und irreversibel ablaufen. In der Natur treten solch hohe Drücke im Erdinneren und bei tektonischen Bewegungen der Erdkruste auf. Deshalb ist die künstliche Erzeugung von einigen hundert Gigapascal in Diamant-Hochdruckzellen [41] besonders für Geologen von Interesse. Für plastische Deformationen spielen Phasenumwandlungen keine Rolle, wenn die Belastungsart nur geringe hydrostatische Komponenten aufweist und andere Plastifizierungsmechanismen viel kleinere mechanische Spannungen erfordern. Bei rein elastischer Belastung mit einem kugelförmig verrundeten Indenter ist allerdings die maximale hydrostatische Spannung unter dem Indenter etwa zwei- bis dreimal größer als die maximal mögliche Scherspannung (nach Kapitel 2.3.1 beträgt die maximale hydrostatische Spannung $\sigma_{\text{hydro}} \approx 1,05 \dots 1,28 \cdot p_m$, und die maximale Trescaspannung beträgt $\tau_{\text{Tresca}} \approx 0,472 \dots 0,436 \cdot p_m$ für $\nu = 0,2 \dots 0,35$). Ist demzufolge die zur Phasenumwandlung nötige Spannung nicht rund zwei- bis dreimal größer als die kritische Nukleations-

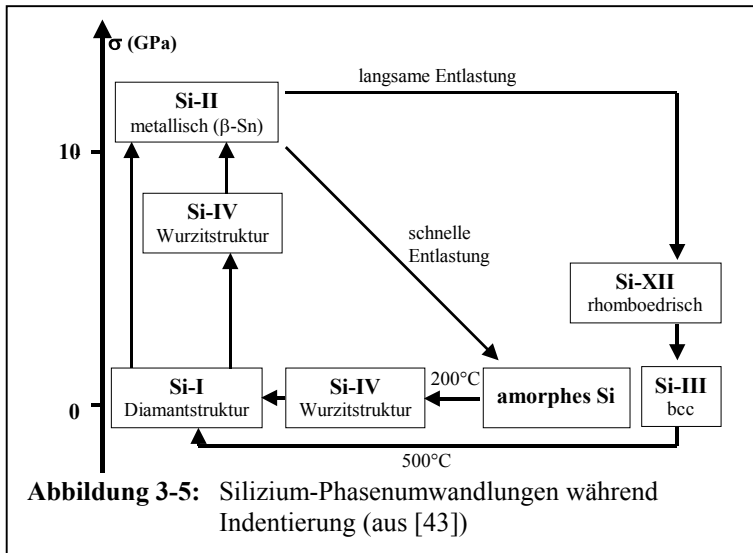


spannung, kann es eher zur Phasenumwandlung als zur homogenen Versetzungsgeneration kommen. Für die untersuchten Metalle und Ionenkristalle sind nach [42] noch keine Hochdruckphasen bei Raumtemperatur nachgewiesen worden.

Für die hier untersuchten Halbleiter stellt die nebenstehende Abbildung das Verhältnis zwischen der kritischen Scherspannungen τ_{krit} aus Tabelle 3-2 und der Druckspannungen der ersten Phasenumwandlungsstufe σ_{Phase} (Werte

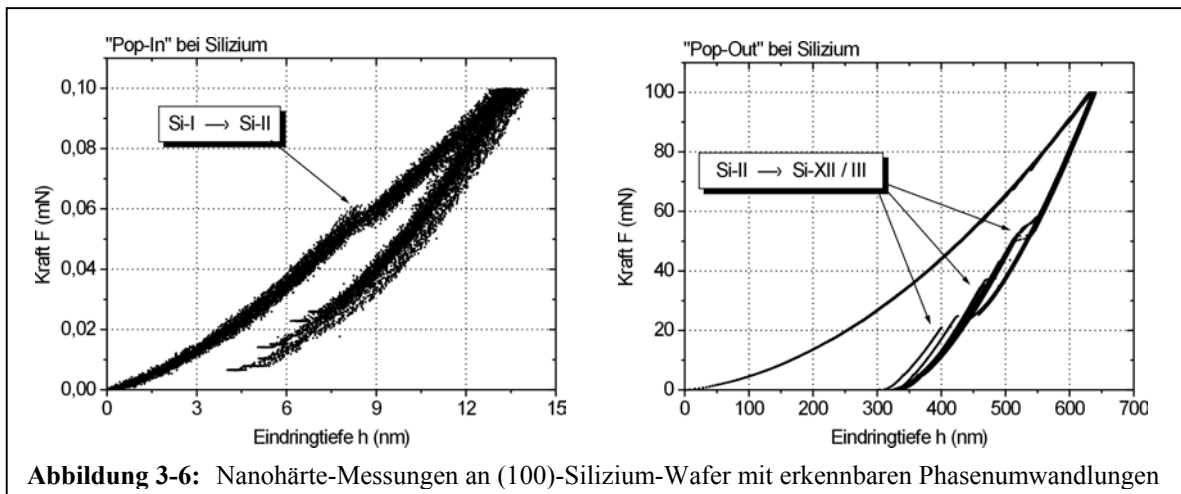
aus [43]) dar. Nur für Silizium liegt nach Abbildung 3-4 das Verhältnis der Materialparameter im Bereich der bevorzugten Phasenumwandlung. Damit ist eine Phasenumwandlung bei Indentierung möglich, und diese wurde auch experimentell mittels Raman-Mikroskopie [43, 44, 45] und Transmissionselektronenmikroskopie [46] bestätigt.

Die für den Eindruckversuch nachgewiesenen, druck- und temperungsabhängigen Phasen von Silizium zeigt Abbildung 3-5. Während der Belastung führt die Druckzunahme zum Übergang der Diamantstruktur in die metallische Phase Si-II. Anhand des Bändermodells ist dieser Übergang als druckbedingte Annäherung von Valenz- und Leitungsband bis hin zur vollständigen Überlappung, also Metallisierung, zu verstehen. Die Volumenreduktion



dieser Strukturtransformation liegt bei rund 20%. Je nach Geschwindigkeit der Entlastung fällt diese metallische Phase in amorphisiertes oder rhomboedrisches sowie bcc-Silizium zurück. Durch Temperung lassen sich diese Modifikationen wieder in die Diamantstruktur zurückführen. Eigene Nanohärtemessungen an Silizium ergaben, daß diese Phasenumwandlungen

aus den Meßkurven ersichtlich sind. Bei konstanter Kraftzunahme zeigt sich im Belastungsfall eine, wenn auch im Vergleich zum typischen „Pop-In-Effekt“ geringe, sprunghafte Zunahme der Eindringtiefe und bei Entlastung eine sprunghafte Abnahme der Eindringtiefe. Vor der Eindringtiefezunahme läuft die Belastung rein elastisch. Das heißt, wird die Probe vor diesem Sprung entlastet, geht die Eindringtiefe hysteresefrei auf Null zurück. Bei Belastung bis kurz oberhalb des Sprunges endet die Entlastungskurve nicht mehr bei Null, und für noch höhere Belastungskräfte zeigt die Entlastung einen deutlichen „Pop-Out“-Sprung. In Abbildung 3-6 sind für die letzten beiden Fälle jeweils eine Meßserie von 10 Messungen angegeben.



Wegen des rein elastischen Meßverlaufs bis zur sprunghörmigen Eindringtiefezunahme kann am Punkt des Sprunges - wie im Kapitel 2.3.1 beschrieben - die hydrostatische Spannung aus Kraft, Eindringtiefe und Elastizitätsmodul bestimmt werden. Für die zahlreichen Messungen (auch unterschiedlich stark verrundete Indenter) lagen die Werte zwischen 9,5GPa und 11,5GPa, wie es der metallische Phasenübergang laut Abbildung 3-5 auch erfordert. Für die Bestimmung des Druckes beim „Pop-Out“ sind Näherungen dahingehend nötig, daß sich aus der für die Maximalkraft nach [1] bestimmaren Kontaktspannung unter Annahme gleichbleibender Kontaktfläche die Spannung proportional zur abnehmenden Kraft verringert und trotz kompliziertem elastisch-plastischem

Spannungszustand als maximaler hydrostatischer Druck interpretieren läßt ($\sigma_{\text{hydro}} \approx p_m$). Zum Beispiel betrug die plastische Härte bei einer Maximalkraft von 100mN rund 16GPa, und die „Pop-Out“-Sprünge der zehn Messungen lagen zwischen 25mN und 60mN. Demnach betrug der Phasenumwandlungsdruck nach obigen Annahmen 4GPa bis 9,6GPa. Bei geringeren Maximalkräften erhöht sich der Kontaktdruck („indentation size effect“, siehe Abschnitt 6.5.2), und der „Pop-Out“ rückt relativ zur Maximalkraft gesehen immer näher an das Entlastungsende. So tritt der Entlastungssprung bei 10mN-Messungen kurz vor Ende der Entlastung bei rund 1,6...4mN noch auf, ist bei 1mN-Messungen hingegen nicht mehr nachweisbar. Die bestimmten „Pop-Out“-Spannungen bleiben aber über die verschiedenen Bereiche der Maximalkraft in etwa gleich. Die starke Streuung des „Pop-Out“ im Vergleich zum „Pop-In“ liegt wahrscheinlich an der durch die Indentierung erzeugten inhomogenen Vorverformung. Weiterhin zeigten Messungen, die in Zusammenarbeit mit der Wacker-Siltronic AG den Einfluß unterschiedlicher Dotierung auf die Härte von Silizium-Wafern zeigen sollten, daß zumindest Bor-Dotierungen mit daraus folgenden spezifischen Widerständen zwischen 8m Ω -cm und 80 Ω -cm keine signifikanten Unterschiede im Auftreten des „Pop-In“ und „Pop-Out“ sowie der Härte hervorrufen. Im Vergleich zu den anderen untersuchten Materialien muß betont werden, daß nur bei Silizium Phasenumwandlungen anstatt Versetzungen für den „Pop-In“ verantwortlich gemacht werden können, da die „Pop-In“-Sprünge bei den anderen Materialien bedeutend stärker ausfallen und kein „Pop-Out“ auftritt. Interessant ist dabei, daß die Volumenreduktion beim Silizium-Phasenübergang einen viel geringeren „Pop-In“-Sprung auslöst als die volumensteigernde bzw. -neutrale Versetzungsnukleation und -bewegung bei den anderen Kristallen.

Nach [43] spielen eindruckinduzierte Phasenumwandlungen außerdem bei Germanium und Diamant eine Rolle und können auch durch nichthydrostatische Drücke hervorgerufen werden. Der als Eindringkörper für die Härtemessung prädestinierte Diamant ist zwar der härteste Werkstoff, aber die Indenterspitze ist auch den höchsten Drücken ausgesetzt und kann sich über Amorphisierung und Graphitisierung abnutzen. Somit ist die Verrundung der Indenterspitze nicht nur durch die herstellungstechnischen Möglichkeiten, sondern auch durch die Druckbeständigkeit der Diamantphase, die im Bereich von rund 300GPa [43] endet, gegeben. Bei einem fabrikneuen Indenter führten so zum Beispiel die vielzähligen Messungen zu einer Zunahme des Verrundungsradius von 50nm auf 350nm (siehe Kapitel 6.6).

3.5 Rißbildung

Der Bruch wird durch die Stadien der Rißbildung und des Rißwachstums bestimmt. Rißkeime sind u. a. fertigungsbedingt vorhanden oder können sich während der Belastung der Werkstoffe bilden. Trotz geringer Kräfte bewirken die hohen lokalen Spannungen während des Eindruckversuches die Bildung und das Wachstum von Rissen. Aufgrund der begrenzten Ausdehnung des Spannungsfeldes kommt es aber zum Stopp der Rißausbreitung und somit nicht zum Bruch der Probe, wodurch im Gegensatz zum Druck-, Zug- oder Biegeversuch plastische Weiterverformung möglich ist. Auch bei duktilen kristallinen Materialien können während der plastischen Verformung Risse entstehen. Ein Aufstauen von Versetzungen an lokalen Hindernissen (Lomer-Cottrell-Versetzungen, Korngrenzen oder Ausscheidungen) führt zu einem Anwachsen der resultierenden Dilatationszone bis hin zur Entstehung des Anrisses und zu dessen ständiger Vergrößerung. Außerdem können Korngrenzgleiten und Zwillingsaufstau zur Rißbildung führen [47].

Die Rißausbreitung wird als fortschreitende Auftrennung der Bindungen an den Rißspitzen, an denen die höchsten Spannungen auftreten, betrachtet. Die Bruchmechanik liefert Kriterien für die instabile (unter Energiefreisetzung) und stabile (unter Energiezufuhr) Rißausbreitung. Instabiles Rißwachstum wird durch den Abbau der elastischen Verzerrungsenergie zur Vergrößerung der Rißoberfläche ermöglicht und tritt bei spröden Materialien auf. Griffith berechnete die für die instabile Rißausbreitung im Rißmodus I notwendige Zugspannung zu [47]:

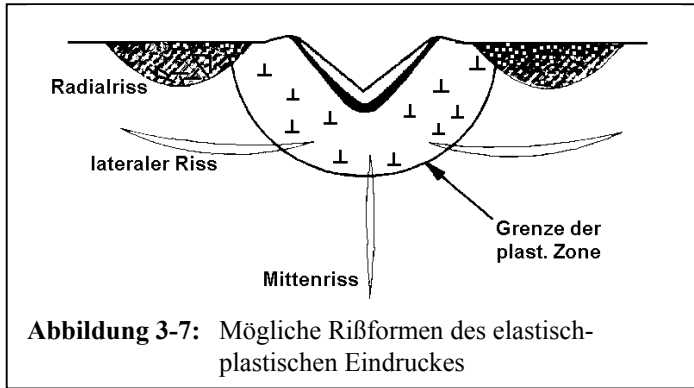
$$\sigma_{IC} = \sqrt{\frac{2 \cdot \gamma \cdot E}{\pi \cdot l}} \quad (3-16).$$

Dabei sind σ_{IC} die kritische Bruchspannung, γ die spezifische Oberflächenenergie, E der Elastizitätsmodul und l die Rißlänge. Aus Gleichung (3-16) geht hervor, daß größere Risse geringere Wachstumsspannungen benötigen. Aus diesem Grund werden ausgeprägte Risse um den Eindruck auch erst bei höheren Meßkräften beobachtet, da die Rißlänge mit der Reichweite des Spannungsfeldes korreliert. Bei duktilen Werkstoffen wird durch die plastische Verformung an der Rißspitze zusätzliche Energie für die Rißausbreitung benötigt, die in die Bruchkriterien als materialabhängige Bruchzähigkeit (K_{IC} , K_{IIC} , K_{IIIC} entsprechend den jeweiligen Rißmodi) eingeht.

Indentierungsinduziert sind verschiedene Rißformen möglich. Bei rein elastischer Belastung mit einer Kugel können entlang der maximalen Zugspannungen die sogenannten Hertzchen Ring- und Kegelbrüche auftreten. Im elastisch-plastischen Spannungszustand sind Radial-, Lateral- und Mittenrisse möglich (Abbildung 3-7). Anhand der Länge der Radialrisse l und der dazugehörigen Kraft F läßt sich die Bruchzähigkeit, also der K_{IC} -Faktor, aus Eindruckversuchen bestimmen.

$$K_{IC} \sim F \cdot l^{-3/2} \quad (3-17)$$

Die Proportionalitätskonstante ergibt sich je nach zugrunde gelegtem Modell und enthält im allgemeinen elastische und plastische Materialparameter [43]. Risse wurden allerdings bei den untersuchten Materialien erst bei Kräften, die um Größenordnungen über den „Pop-In“-Kräften lagen, elektronenmikroskopisch und optisch nachweisbar. Sie führten



auch dann nicht zu Unstetigkeiten in der Meßkurve und traten im Gegensatz zum Pop-In-Effekt auch an mechanisch polierten, also versetzungsreichen, Oberflächen auf. Es gibt also keine Indizien für einen Zusammenhang zwischen Rißentstehung bzw. -wachstum und Pop-In-Effekt.

4 Experimentelles

4.1 Nano-Indenter[®] II

Wie schon einleitend erwähnt, eröffnete sich der experimentelle Zugang zur homogenen Versetzungsnukleation über den Pop-In-Effekt erst durch den meßtechnischen Vorstoß der registrierenden Härtemessung in den Nanometer- bzw. Millinewtonbereich. Ein bis heute für diesen Meßbereich etabliertes System, der Nano-Indenter[®] II der Firma MTS Systems Corporation (Nano Instruments Innovation Center, Oak Ridge, Tennessee), stand als Grundausrüstung zur Verfügung und soll im folgenden näher beschrieben werden. Auch mit anderen Nanohärtemeßgeräten wurde der Pop-In-Effekt inzwischen nachgewiesen [2, 3, 6], wobei die Meßauflösung modernster Geräte mittlerweile in den Subnanometer-

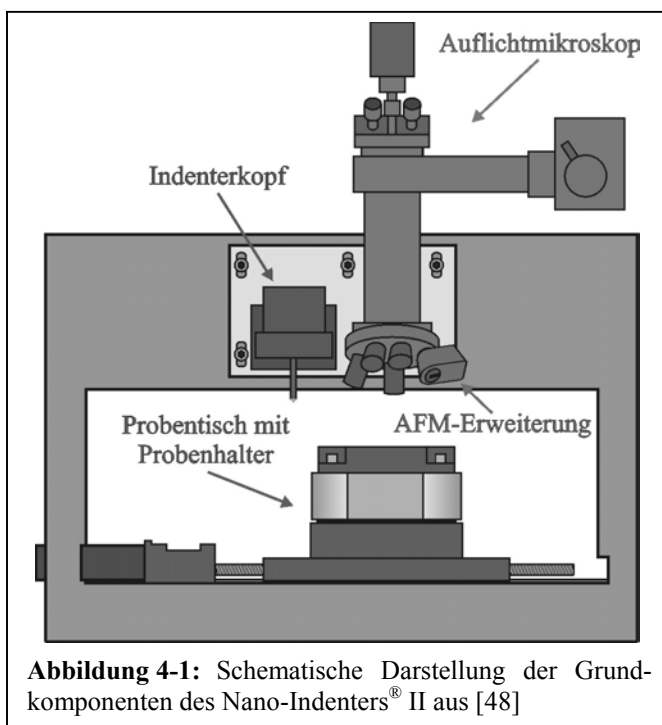
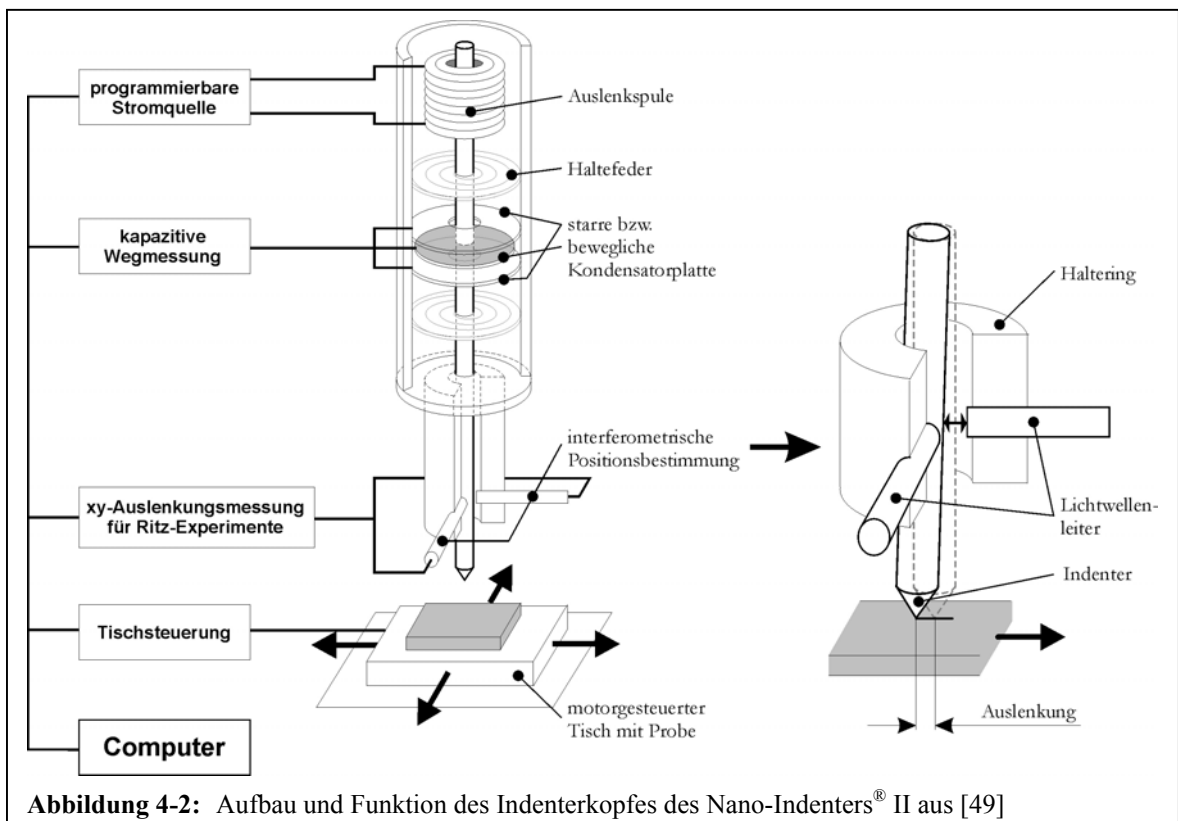


Abbildung 4-1: Schematische Darstellung der Grundkomponenten des Nano-Indenters[®] II aus [48]

bereich vorgedrungen und dementsprechend mit der Kraftmikroskopie vergleichbar geworden ist. Nebenstehende Abbildung zeigt die Hauptkomponenten des Nano-Indenters[®] II. Die zu untersuchende Probe wird auf einem Probenträger und dieser wiederum auf einem Probentisch fixiert. Der Probentisch läßt sich über elektromotorischen Spindeltrieb in den drei Raumrichtungen mit einer Positioniergenauigkeit von $0,2\mu\text{m}$ bewegen und gestattet dadurch ein präzises Anfahren und Indentieren der vorab mit dem Lichtmikroskop ausgewählten Probenstelle.

Das nachträglich zum Grundaufbau in den Revolverkopf des Lichtmikroskops integrierte AFM-Mikroskop gestattet topologische Untersuchungen von Indentereindrücken und Indenterspitzen [49] in Submikrometerauflösung. Dieser gesamte, in Abbildung 4-1 dargestellte Aufbau ist pneumatisch gedämpft und von einem Gehäuse eingefasst, um die Beeinflussung durch Vibrationen und Temperaturschwankungen zu vermindern. Eine Abkapselung der Meßvorrichtung, die zum Beispiel gezielte Temperatur- oder Atmosphärenvariation (Schutzgas, Vakuum) zulassen würde, ist bei diesem, wie auch bei den meisten anderen Härtemeßgeräten, nicht gegeben.

Den detaillierten Aufbau des Indenterkopfes zeigt Abbildung 4-2. Die Indenterspitze ist am unteren Ende des Indentierstabes montiert und austauschbar. Dieser Stab ist über zwei Haltefedern mit einer Gesamtsteifigkeit von ca. 50N/m aufgehängt und maximal bis 40µm in z-Richtung auslenkbar. Die Kraftaufbringung erfolgt beim Nano-Indenter® II induktiv, das heißt, durch eine entsprechende Stromsteuerung des Spulen-Eisenkern-Systems wird eine definierte Normalkraft auf den Indentierstabs und mithin auf den Indenter übertragen. Ohne Kontakt zwischen Indenter und Probe erfolgt die Tiefenauslenkung des Indenters durch die Kraftwirkung gegen die Steifigkeiten der Haltefedern. Der erste Probenkontakt wird dann über die einsetzende Steifigkeitsänderung detektiert. Während der Indentierung resultiert die Wegauslenkung aus der konstanten Steifigkeit der Haltefedern und der demgegenüber drastisch ansteigenden Probensteifigkeit. Die Wegmessung erfolgt kapazitiv, das heißt, durch die Verschiebung der mit dem Indentierstabs verbundenen mittleren Platte eines Dreiplattenkondensators ändert sich dessen Spannungscharakteristik. Die vom Hersteller angegebene theoretische Auflösung der Kraftmessung



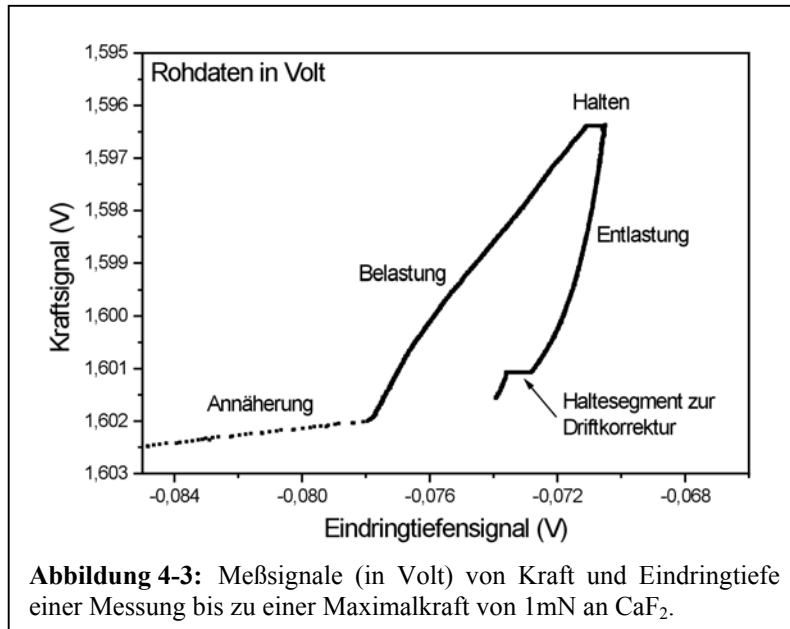
beträgt $\pm 75\text{nN}$ (entspricht der Gewichtskraft einer Masse von $7,6\mu\text{g}$) und die der Wegmessung $\pm 0,04\text{nm}$. Die praktische Meßgenauigkeit, speziell die der Eindringtiefe, ist infolge der Gerätekalibrierung und thermischen Drift bis zu einer Größenordnung schlechter einzuschätzen. Die größtmögliche Kraft, die mit dem Nano-Indenter[®] II realisierbar ist, beträgt ca. 550mN . Die Steuer- und Meßprozesse sind computergesteuert, und mit einer Zeitauflösung von maximal 6 Werten pro Sekunde werden die Spannungssignale von Kraft- und Wegmessung aufgezeichnet. Aus diesen aufgezeichneten Rohdaten wird anschließend über die Kalibrierdaten des Gerätes auf Kraft und Eindringtiefe umgewertet und der Punkt des ersten Kontaktes (Nullpunkt) bestimmt. Die Genauigkeit, mit der dieser Nullpunkt bestimmbar ist, hängt von der Steifigkeitsänderung und der Anzahl von Meßpunkten beim Kontaktbeginn ab. So führen zum Beispiel sehr weiche Proben oder weiche Oberflächenschichten zu einer nur sehr allmählichen Steifigkeitserhöhung im Vergleich zur Steifigkeit der Aufhängung, und die Nullpunktfestlegung wird entsprechend unsicherer.

Zusätzlich zu der eben beschriebenen „normalen“ Härtemessung gestattet der Nano-Indenter[®] II auch die Durchführung von Ritzexperimenten (Scratch Mode) und Messungen mit überlagerter Schwingung (Continuous Stiffness Mode). Beim Ritzversuch wird während der Normalkraftaufbringung die Probe mittels des Probenstückes tangential bewegt. Die aus dem Ritzwiderstand der Probe folgende Tangentialkraft wird interferometrisch aus der lateralen Auslenkung des Indentierungsstabes bestimmt (siehe rechter Teil von Abbildung 4-2). Das damit direkt meßbare Verhältnis von Normal- zur Tangentialkraft läßt sich in Analogie zum Reibungskoeffizienten für die Werkstoffcharakterisierung heranziehen [49, 50]. Interessant ist in diesem Zusammenhang, daß der Pop-In-Effekt hier die Grenze zwischen Gleitreibung und Furchung zieht (siehe Abschnitt 5.1.2).

Bei der Messung im Continuous Stiffness Mode wird dem Indentierungsvorgang eine definierte Kraft- oder Wegschwingung überlagert und aus deren aktueller Phasen- und Amplitudenbeziehung auf die momentane elastische Steifigkeit der Probe gefolgert. In Ergänzung der ansonsten nur für den Punkt des Entlastungsbeginns bestimmbar elastischen Steifigkeit gestattet dieses Verfahren eine Berechnung des Elastizitätsmoduls für den gesamten Belastungszyklus [1]. Das rein elastische Materialverhalten vor dem Einsetzen des Pop-In-Sprunges könnte dabei bei bekannter Indenterspitzenform zukünftig zu einer alternativen Kalibrierung dieser Meßmethode dienen (siehe Abschnitt 6.1.2).

4.1.1 Versuchsregime

Die gesamte Versuchsführung wird beim Nano-Indenter[®] II rechnergesteuert vorgegeben und durchgeführt. Zur Indentierung wird zuerst die x-y-Position der Probe angefahren und vor Versuchsbeginn die z-Position der Probenoberfläche durch Setzen eines „Oberflächenfindungseindrucks“ ermittelt. Nur bei diesem Eindruck wird die Probe mittels des



Probenstückes gegen den Indenter bewegt, bis dieser eine Wegänderung durch den ersten Probenkontakt registriert. Ausgehend von dieser Grobpositionierung in z-Richtung werden die Meßeindrücke dann durch die Bewegung des Indentierungsstabes vorgenommen. Zu Beginn jedes Eindruckversuches wird der Indenter aus einer Höhe von etwa einem Mikrome-

ter über der Probenoberfläche so lange abgesenkt (Annäherung in Abbildung 4-3), bis die aktuelle Steifigkeit (also $\Delta F/\Delta h$) den Wert des Haltefedernwiderstandes um das Drei- bis Fünffache überschreitet und somit den Probenkontakt anzeigt. Anschließend kann mit dem Belastungssegment gestartet werden. Neben der Wahl der maximalen Kraft oder Eindringtiefe und der Belastungszeit kann die Belastung mit zeitlinearer Kraft- oder Wegzunahme erfolgen. Die Funktionsweise des Nano-Indenters[®] II ist für eine Kraftsteuerung prädestiniert. Die Eindringtiefe kann nur über eine entsprechende Kraftvariation nachgeregelt werden. Aus diesem Grund wurden die Versuche mit zeitlinearer Kraftzunahme vorgenommen. Das zweite Entscheidungskriterium ist die Belastungszeit. Hierbei muß ein Optimum zwischen einer ausreichenden Meßpunktanzahl und einer geringen Beeinflussung durch thermische Drift gefunden werden. Als Kompromiß wurde deshalb die Geschwindigkeit der Kraftzunahme so gewählt, daß die jeweilige Maximalkraft in einer Zeit von 100 Sekunden (also 600 Meßpunkte) erreicht wurde. Ausnahme zu dieser „quasistatischen“ Belastung stellen nur die dynamischen Versuchsreihen (Abschnitt 5.5) und die Indentierungen für die anschließenden transmissionsmikroskopischen Untersuchungen (Abschnitt 5.4.2) dar, welche mit höheren Belastungsgeschwindigkeiten durchgeführt wurden. Nach Erreichen der Maximalkraft kann noch ein Haltesegment (Kraft wird konstant gehalten, siehe Abbildung 4-3) zur Charakterisierung des Kriechverhaltens angefügt werden, und zum Ende wird der Indenter wieder entlastet und schließlich aus der Probe herausgehoben. Um den Einfluß der thermischen Drift auf den Indentierungszyklus

kontrollieren und korrigieren zu können, wurde bei allen Versuchen kurz vor der vollständigen Entlastung, das heißt bei einem Zwanzigstel der Maximalkraft, ein Haltesegment von ebenfalls 100 Sekunden eingefügt (siehe Abbildung 4-3). Das Anliegen dabei ist, daß bei Konstanthalten dieser geringen Belastung eine Eindringtiefenänderung nur aus dem thermischen Driften der Wegmessung herrührt. Ist diese Änderung dann annähernd zeitlinear, lassen sich alle Meßpunkte um diese konstante Drift korrigieren. Vor allem bei langsamen Versuchen mit sehr kleinen finalen Eindringtiefen ($h < 50\text{nm}$) kann eine Nichtberücksichtigung der Drift die Meßergebnisse bis zu 30% (eigene extremste Erfahrung) verfälschen. Messungen mit geringen Eindringtiefen und nichtlinearem Driften wurden deshalb verworfen und wiederholt.

Es sei noch bemerkt, daß die Kapazität der vorprogrammierbaren Messungen des Nano-Indenter[®] II bei 300 Indentierungen endet und dabei sechs verschiedene Versuchsarten mit bis zu 12 Einzelsegmenten auf diese Indentierungen verteilt werden können.

4.1.2 Indenterspitzenform

Wie schon in Abschnitt 2.4.3 angeführt, weisen pyramidenförmige Indenterspitzen herstellungs- sowie abnutzungsbedingt allgemein Verrundungen auf. Zur Charakterisierung

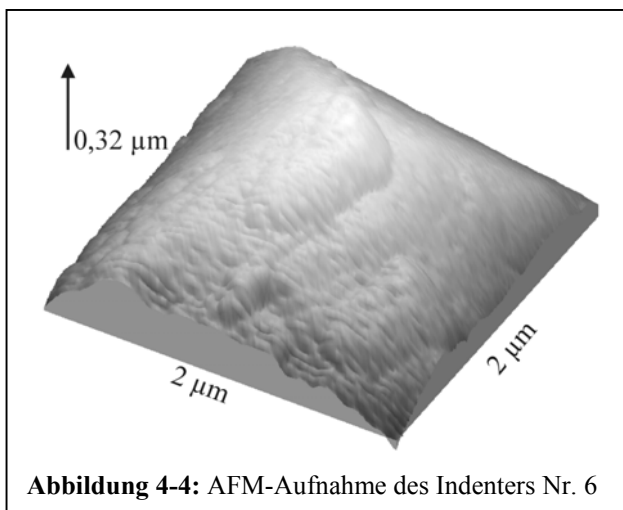


Abbildung 4-4: AFM-Aufnahme des Indenters Nr. 6

dieser Verrundungen konnte das am Nano-Indenter[®] II integrierte AFM-Mikroskop genutzt werden. Dazu wurde anstatt einer Probe die zu vermessende Indenterspitze auf dem Probenstisch fixiert und nach der Zentrierung im Fokus des optischen Mikroskops das AFM-Modul eingeschwenkt und die Spitze abgetastet. Ein Beispiel für eine solche AFM-Aufnahme zeigt Abbildung 4-4. Zu sehen ist die dreidimensionale Darstellung einer verrundeten Spitze eines Vickers-Indenters.

Mittels der AFM-Software lassen sich durch diese Abbildung beliebige Querschnitte legen, aus denen durch entsprechende Fitroutinen ein Verrundungsradius bestimmbar war. Wie aber schon in Abbildung 4-4 ersichtlich, sind Indenterspitzenverrundungen nicht ideal kugelförmig, so daß die für verschiedene Querschnitte ermittelten Radien variierten. Hinzu kommt das Problem, bis zu welcher Kugelkappenhöhe die Fitprozedur vorzunehmen ist.

Für die einzelnen Indenter läßt sich somit nur ein mittlerer Verrundungsradius und die entsprechende Schwankungsbreite als Maß für die Abweichung von der Kugelgeometrie angeben (siehe Tabelle 4-1). Die Schwierigkeiten der Einbeziehung der oft komplizierten Spitzenform in die Kontakttheorie wurden bereits in Abschnitt 2.4.3 diskutiert.

interne Bezeichnung und Form	Einsatzzeitraum	Verrundungsradius in μm
Nr. 1* Berkovich	11.07.97-06.03.98	$0,34 \pm 0,05$
Nr. 8* Berkovich	31.03.98-30.10.98 22.04.99-05.03.00	$0,14 \pm 0,08$
Nr. 4** Vickers	18.06.97-10.07.97 08.03.00-04.06.00	$0,27 \pm 0,06$
Nr. 6** Vickers	seit 02.05.00	$1,05 \pm 0,21$
Nr. 10* Vickers (speziell abgerundet hergestellt)	03.11.98-12.03.99	$10,8 \pm 3,1$

Tabelle 4-1: Übersicht der mittels AFM-Messungen bestimmten Verrundungsradien für die genutzten Indenter (Hersteller: *Nano Instruments, **Winter & Sohn GmbH Jena)

4.2 Versetzungsnachweis

Der Nachweis der indentierungsinduzierten Versetzungen, die nach dem Pop-In-Effekt vorliegen, ist insofern diffizil, als daß die eingesetzte Methode von der Empfindlichkeit und Auflösung her auf die im Nanometerbereich lokalisierten Versetzungen ansprechen muß. Eine „in situ“-Methode zur Beobachtung des Versetzungsgeschehens während einer gleichzeitig kontrollierten Nanoindentierung ist bislang leider nicht realisiert worden. Das Initialgeschehen der homogenen Versetzungsgeneration, also die Bildung der ersten embryonalen Versetzungsloops, läßt sich daher nur im Rahmen der atomistischen Simulation, wie sie im einleitenden Kapitel dargestellt wurde, verfolgen. Experimentell ist demgegenüber nur der Zustand nach Indentierung beobachtbar, und die nachweisbare Versetzungsstruktur befindet sich durch die während des Pop-In-Sprunges stattgefundenen Versetzungsvervielfältigungen schon in einem postembryonalen Zustand.

Zum Nachweis der Versetzungen wurden im Rahmen wissenschaftlicher Zusammenarbeit unterschiedliche klassische Methoden genutzt, deren Ergebnisse aus verschiedenen z.T. aneinander anschließenden räumlichen Größenskalen resultieren und verschiedenartige Strukturauflösungen ermöglichen. So sind Aussagen von einer Art Ja/nein-Entscheidung bezüglich des Vorhandenseins von Versetzungen in einem bestimmten Gebiet bis zur Abbildung der Struktur der Versetzungslinien möglich. Im folgenden werden die eingesetzten Nachweismethoden kurz umrissen. Auf die experimentellen Details wird dann in Kapitel 5 anhand der einzelnen Beispiele näher eingegangen.

4.2.1 Versetzungsätzung

Eines der ersten Verfahren zum Versetzungsnachweis stellt das versetzungsselektive Anätzen der Kristalloberfläche dar. Dieses Verfahren beruht auf dem bevorzugten Angriff

der Ätzlösung an dem durch das Spannungsfeld oder die Defektanreicherung um die Versetzung chemisch lokal unbeständigeren Durchstoßpunkt der Versetzungslinie in der Kristalloberfläche. Als Folge des stärkeren Ätzabtrages bilden sich sogenannte „Ätzgrübchen“, welche die Versetzungen markieren und im optischen Mikroskop analysiert werden können. Nachteilig an diesem Verfahren ist die teilweise ungenügende Selektivität. Das heißt, nicht alle Ätzgrübchen entsprechen Versetzungen und umgekehrt wird nicht jede Versetzung durch ein einzelnes Ätzgrübchen markiert. Eine Auflösung der Versetzungsstruktur, wie sie unmittelbar nach dem Pop-In-Sprung vorliegt, ist mit dieser Methode auch nicht möglich, da das im allgemeinen nanometergroße Eindruckgebiet nur durch eine Ätzgrube dekoriert wird, welche dessen Ausmaße um ein Vielfaches übersteigt. Das Ätzverfahren eignet sich jedoch, um die Oberflächenqualität hinsichtlich der Versetzungsdichte zu charakterisieren und nach Indentierung zu überprüfen, ob der Eindruck in einem lokal versetzungsfreien Gebiet plazierte wurde oder nicht.

4.2.2 Kathodolumineszenz bei Rasterelektronenmikroskopie (KL)

Ein nahezu zerstörungsfreies Verfahren zum Versetzungsnachweis in Halbleiterkristallen ermöglicht die Analyse der lokalen Lumineszenzstrahlung einer im Rasterelektronenmikroskop untersuchten Halbleiterprobe.

Durch den hochenergetischen, fokussierten Elektronenstrahl (ca. 20kV Beschleunigungsspannung und 0,01µm Strahldurchmesser) werden während der Abrasterung der Probenoberfläche in den Energiebändern des Halbleiters heiße Elektronen-Loch-Paare angeregt. Diese thermalisieren anschließend in die Leitungs- und Valenzbandkanten, welche durch die fundamentale Bandlücke voneinander getrennt sind. Durch die Coulombanziehung zwischen Elektronen und Löchern bilden diese wasserstoffähnlich gebundene Systeme, die sogenannten freien Exzitonen. Diese diffundieren bevorzugt zu Defekten, wie den ausgedehnten Versetzungen, da diese in der Bandlücke lokal zusätzliche Energieniveaus hervorrufen, welche für die freien Exzitonen attraktive Einfangpotentiale darstellen. Abhängig von der Lage dieser Defektniveaus sind die Exzitonen unterschiedlichen Rekombinationsmechanismen unterworfen. Bei relativ flachen Niveaus in der Nähe der Bandkanten rekombinieren Exzitonen unter Abgabe ihrer Energie in Form von charakteristischer elektromagnetischer Strahlung (strahlende Rekombination). Liegen die Energieniveaus tiefer in der Bandlücke, erfolgt die Rekombination oft über mehrere Stufen (Shockley-Read-Hall-Mechanismus) ohne Lichtemission (nichtstrahlende Rekombination). Im Vergleich zu der durch Interbandübergänge gegebenen Matrixlumineszenz lassen sich Versetzungen somit im panchromatischen Modus als lichtintensitätsstärkere bzw. schwächere Kontraste abbilden.

Zur technischen Umsetzung wird dabei die gesamte, von der Probe unter Elektronenbeschuss abgegebene Lichtintensität über einen Hohlspiegel auf einen Detektor konzentriert und die registrierte Intensität in ihrer lokalen Abhängigkeit von der Elektronenstrahlposition im Rasterfeld graphisch dargestellt. Die erreichbare Auflösung wird bei

diesem Verfahren durch das Anregungsgebiet des Elektronenstrahls inklusive des Diffusionsbereiches der gebildeten Exzitonen auf etwa 100nm bis 1 μ m begrenzt. Die Nachweisempfindlichkeit ist bei genügend langer Intensitätsakkumulation für die hier wichtigen oberflächennahen nanometergroßen Versetzungsloops gegeben, wenn diese eine ausreichende Rekombinationswirksamkeit aufweisen. Von Vorteil ist weiterhin, daß die Proben keiner speziellen Präparation bedürfen und daß sich die polaren α - und β -Versetzungen bei II/VI-Halbleitern (speziell CdTe [51] und ZnSe [52, 53]) durch ihre strahlende und nichtstrahlende Rekombinationswirksamkeit unterscheiden lassen.

4.2.3 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Ein hervorragend geeignetes Verfahren zur Abbildung des postembryonalen Versetzungszustandes ist die transmissionselektronenmikroskopische Beugungskontrastabbildung. Voraussetzung und gleichsam präparationstechnisch anspruchsvoll ist die Durchstrahlbarkeit der Probe, was eine zumindest lokale Dicke von oft unter einem Mikrometer erfordert. Im Elektronenmikroskop wird dann zunächst anhand der Beugungsreflexe eine kristallographische Orientierung der Probe vorgenommen sowie der zur bevorzugten Versetzungsabbildung nötige Bragg-Reflex ausgewählt. Im sogenannten „Zweistrahlfall“ wird ein Bragg-Reflex mit dem Primärstrahl zur Abbildung gebracht. Bei idealen Gittern durchquert das Bragg-Reflex-Strahlenbündel den Kristall entlang der Netzebenen, ohne effektiv vom Primärstrahl „weggebrochen“ zu werden. Die Abbildung der ungebeugten Strahlen erscheint hell (Hellfeldaufnahme, Ausblendung der gebeugten Strahlen).

Störungen im Netzebenenabstand, wie zum Beispiel durch Versetzungen verursacht, führen hingegen zu einer Ablenkung des Elektronenstrahles, und die zur Abbildung führende Intensität wird geringer, das heißt, die Gitterstörungen ergeben einen Dunkelkontrast bei Hellfeldaufnahme. Werden zur Abbildung nicht die ungebeugten, sondern die gebeugten Strahlen genutzt (Dunkelfeldabbildung, Ausblendung der ungebeugten Strahlen), kehrt sich die Intensität um. Die mögliche Auflösung dieses Verfahrens wird durch die Qualität der Fokussierung des Elektronenmikroskops, die Beschleunigungsspannung und die Durchstrahlbarkeit der Probe bestimmt und liegt bei etwa 1...10nm. Dadurch läßt sich die Versetzungsstruktur selbst kleinster Loops noch abbilden. Zusätzlich ermöglicht dieses Verfahren, den Versetzungstyp (Burgersvektor, Gleitebene) über die Variation des zur Abbildung genutzten Bragg-Reflexes zu bestimmen (wenn Burgersvektor und Beugungsvektor senkrecht zueinander stehen, erfolgt maximale Auslöschung).

4.3 Proben

Die für die Experimente verwendeten Proben wurden schon in den Tabellen 2-2 und 3-2 aufgelistet. Diese Probenvielfalt wurde nur durch eine breite Zusammenarbeit, für die ich mich an dieser Stelle herzlich bedanken möchte, ermöglicht. Die folgende Tabelle zeigt eine Übersicht über die untersuchten Proben (alles Einkristalle) und deren Bezugsquellen.

Material		Orientierung und Oberflächenbearbeitung	Bezugsquellen
Aluminium Al	Metall	(110), elektrolyt. poliert	Kalibrierprobe des Nano-Indenters [®] II
Wolfram W		(100) & (110), el. poliert	MPI Halle, Prof. Dr. J. Kirschner
Kupfer Cu		(100), el. poliert	
Nickel Ni		(100), elektrolyt. poliert	TU Dresden, Dr. E. Thiele
Bariumfluorid BaF ₂	Ionenkristall	(111), Spaltfläche & mech. polierte Probe	MPI Halle, Dr. H. Johansen
Kalziumfluorid CaF ₂		(111), Spaltfläche & mech. polierte Probe	
Silizium Si	Halbleiter	(100) & (111), CZ-Wafer,	Wacker Siltronic AG, Dr. T. Müller
Galliumarsenid GaAs		(100) & (110) & (111), Wafer	Graduiertenkolleg 415 „Defektstrukturbestimmte physikalische Eigenschaften“
Galliumphosphid GaP		(100), Wafer	
Indiumphosphid InP		(100), Wafer	Prof. Dr. H.-R. Höche, PD Dr. R. Krause-Rehberg
Zinkselenid ZnSe		(100)-MBE-Schichten auf GaAs	Dr. H. S. Leipner, Dipl. phys. N. Engler,
Kadmiumtellurid CdTe		(100)-Wafer, (110)- Spaltfläche (111)-MBE-Schicht auf Si	Dipl. phys. U. Hilpert, Dipl. phys. L. Höring

Tabelle 4-1: Auflistung der untersuchten Proben und ihrer Bezugsquellen

5 Charakteristiken des Pop-In-Effektes

Das Hauptaugenmerk der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen richtete sich auf eine verallgemeinerungsfähige Charakterisierung des Pop-In-Effektes und seiner Ursachen. Die dabei untersuchte Probenvielfalt, die Variation der Versuchsparameter sowie die zur statistischen Betrachtung notwendige Anzahl der Messungen ergaben einen Umfang an Meßergebnissen, der hier nach entsprechender Wichtung nur in Auszügen wiedergegeben werden kann. Deshalb werden im folgenden meist exemplarische Einzelmeßkurven vorgestellt. Um jedoch auch die Probenvielfalt widerzuspiegeln, werden im Laufe der einzelnen Darstellungen der Charakteristiken des Pop-In-Effektes die meisten untersuchten Proben präsentiert.

5.1 Pop-In-Effekt ist sprunghafter Verformungsschub

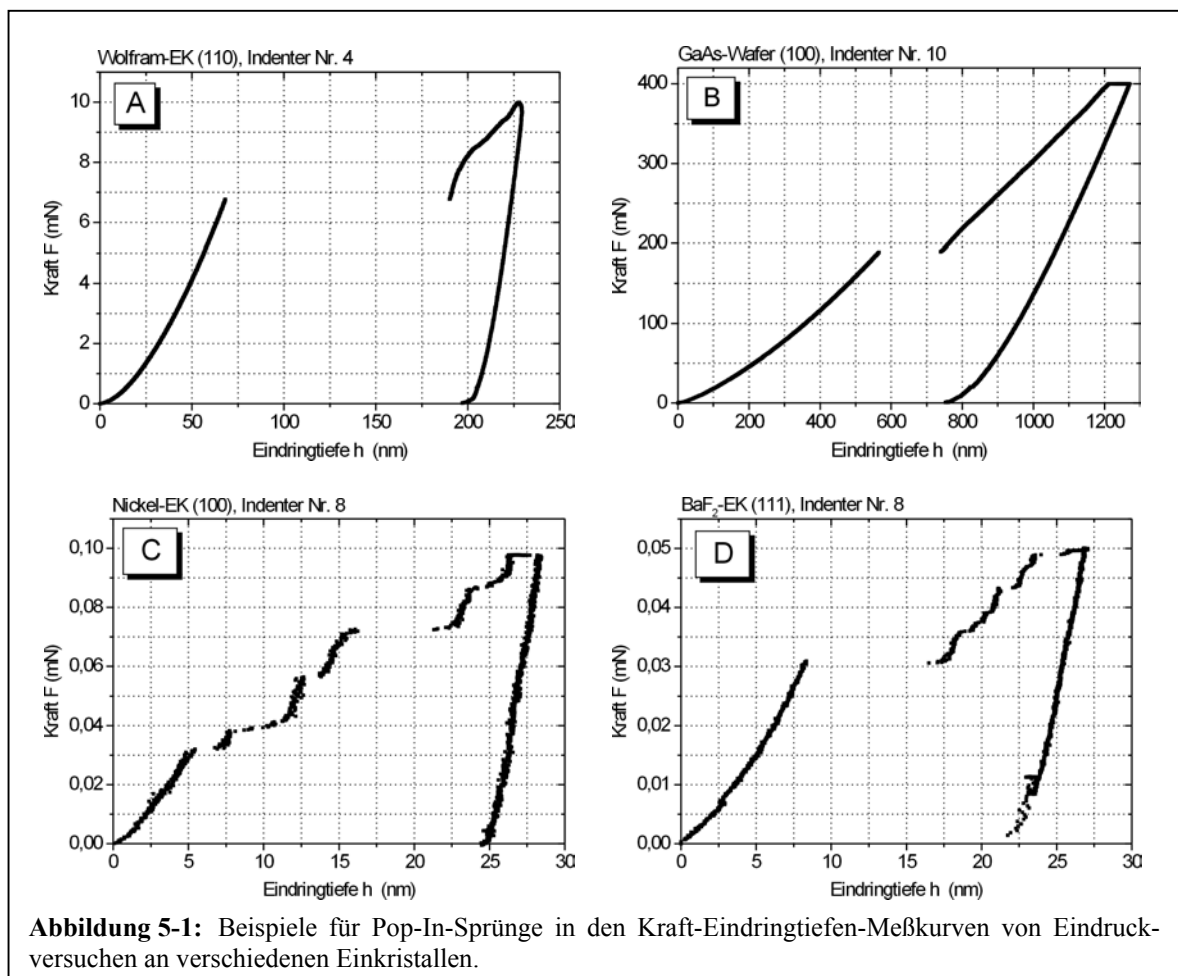
Daß die Erzeugung von plastischen Eindrücken in kristallinen Materialien mit der Erzeugung und Ausbreitung von Versetzungen einhergeht, ist u. a. durch die Versetzungsätztechniken seit langem bekannt. Vielfach wurde und wird dieser Umstand ausgenutzt, um lokal hohe Versetzungsdichten zu generieren. Das Initialgeschehen dieser Plastifizierung wurde aber erst mit der meßtechnischen Erschließung kleinster Deformationen durch die registrierende Nanohärtemessung zugänglich.

Positiver Umstand und wichtigste Charakteristik der indentierungsinduzierten homogenen Versetzungsnukleation ist die sprunghafte Änderung der Verformung, welche in der Kraft-Eindringtiefen-Meßkurve als Unstetigkeit klar erkennbar ist. Andere Verformungsschübe, wie zum Beispiel Ribentstehung und -wachstum, äußern sich nämlich nicht zwingend in

einer Unstetigkeit in der Meßkurve. Der Pop-In-Sprung ist hingegen bei genügender Meßauflösung immer detektierbar.

5.1.1 Pop-In-Sprung beim Eindruckversuch

Abbildung 5-1 zeigt anhand von vier Einzelmessungen an vier verschiedenen Proben die unterschiedlichen Ausprägungen des Pop-In-Sprunges, die im Laufe der Untersuchungen zu beobachten waren. Bei den vier Beispielen wurde während des Belastungsvorganges innerhalb von 100 Sekunden die Kraft zeitlinear bis zur jeweiligen Maximalkraft erhöht. Wie in Abbildung 5-1 zu erkennen, folgt dem anfänglich stetigen Kurvenverlauf bei allen Proben eine abrupte Zunahme der Eindringtiefe, der sogenannte „Pop-In-Effekt“. Unterschiedlich sind jedoch die absoluten wie auch die relativen Sprungweiten und das weitere Materialverhalten nach dem ersten Pop-In-Sprung. So zeigen die Messungen an Wolfram (Abbildung 5-1 A) und an Bariumfluorid (Abbildung 5-1 D) größere relative Eindringtiefensprünge in bezug auf die vor dem Pop-In-Effekt erreichten Eindringtiefen als die an Galliumarsenid (Abbildung 5-1 B) und an Nickel (Abbildung 5-1 C) erhaltenen Meßkurven. Bei Nickel und Bariumfluorid folgen dem ersten Sprung noch weitere Verformungsschübe, und einer dieser Folgesprünge ist bei Nickel sogar deutlicher als der eigentliche Pop-In-Sprung. Für Wolfram zeigt der Kraft-Eindringtiefen-Verlauf nach dem



Pop-In-Effekt zunächst einen steileren Anstieg, der im weiteren Verlauf zu dem „normalen“ Kraft-Eindringtiefen-Verlauf übergeht. Bei Galliumarsenid folgt sofort nach dem Pop-In-Sprung der für registrierende Härtemessungen typische parabolische Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhang. In diese unterschiedlichen Ausprägungen des Pop-In-Sprunges und des Materialverhaltens kurz nach dem Pop-In-Effekt lassen sich auch die anderen untersuchten Proben einordnen. Aus den Erfahrungen aller untersuchten Proben läßt sich empirisch schlußfolgern, daß duktilere Materialien meist größere relative Eindringtiefe sprünge zeigen und daß diesen oft weitere „Nachsprünge“ folgen, bis sich bei höheren Kräften (etwa das Zehnfache der Kraft beim Pop-In-Effekt) ein glatter parabolischer Meßkurvenverlauf einstellt, wie ihn spröde Materialien gleich nach dem Pop-In-Sprung aufweisen. Der eigentliche Pop-In-Effekt ist aber der erste Sprung, und dieser zeigt folgende charakteristischen Merkmale.

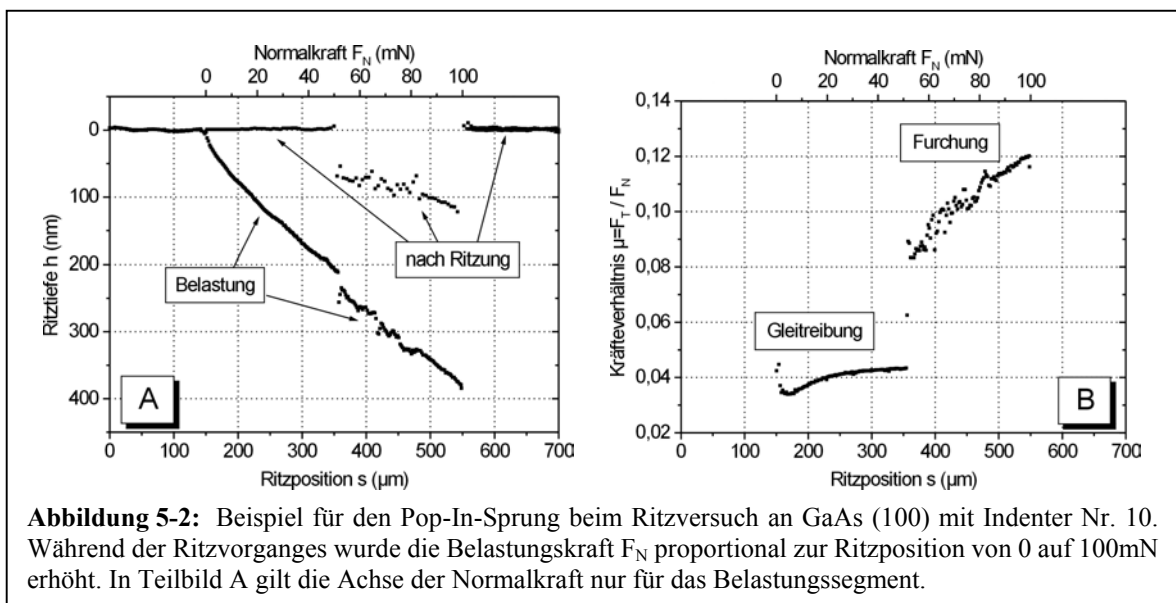
Zunächst ist festzuhalten, daß sich der Pop-In-Effekt bei kraftgesteuerter Versuchsführung in einer sprunghaften Zunahme der Eindringtiefe äußert. Anhand der Meßwerterfassungsrates des Nano-Indenters[®] II von 6 Meßwertpaaren pro Sekunde folgt, daß die Dauer dieses Sprunges immer innerhalb des Zeitfensters von 1/6 Sekunde liegt. Der größte Eindringtiefe sprung wurde an Galliumarsenid (100) mit Indenter Nr. 10 gemessen (Abbildung 5-1 B) und betrug rund 180nm. Daraus folgt, daß die Geschwindigkeit der Zunahme der Eindringtiefe während dieses Pop-In-Sprunges mindestens 1,1µm/s betrug. Eine exaktere Pop-In-Geschwindigkeitsmessung ist aus der Literatur bisher nicht bekannt. Das heißt, eine meßtechnisch bessere Auflösung des „Sprunggeschehens“, welche zum Beispiel die im einleitenden Kapitel diskutierten zwei Fließpunkte (Abbildung 1-1) trennen kann, wäre wünschenswert und wird deshalb in der eigenen Arbeitsgruppe vorbereitet.

Bei eindringtiefereregelter Versuchsführung sollte der dem Pop-In-Effekt zugrunde liegende plötzliche Verformungsschub zu einem plötzlichen Kraftabfall, wie in [54] publiziert, führen. Entsprechende Versuche mit dem Nano-Indenter[®] II scheiterten jedoch an der softwareseitigen Einschränkung, daß die Eindringtiefe zunahme bei Belastung über einen Kraftanstieg geregelt wird. Ein plötzlicher Krafrückgang innerhalb des Belastungssegmentes, wie ihn der Pop-In-Effekt bei stetiger Eindringtiefe zunahme verursachen würde, ist demnach mit der Software des Nano-Indenters[®] II nicht realisierbar.

5.1.2 Pop-In-Sprung beim Ritzexperiment

Der Nano-Indenter[®] II ermöglicht zusätzlich zum Eindruckversuch eine gleichzeitige Tangentialverschiebung der indentierten Probe und die Messung der damit auftretenden Tangentialkräfte. Auch bei diesem Ritzversuch treten bei kristallinen Materialien Unstetigkeiten in den registrierten Meßwerten auf. Abbildung 5-2 zeigt ein Beispiel eines typischen Ritzversuches an Galliumarsenid. Der Versuchszyklus beginnt mit dem Abtasten der Probenoberfläche auf einer Länge von 700µm unter einer geringen Vorlast von 20µN, um die Oberflächentopographie der späteren Ritzlinie als Bezugsniveau für die Ritztiefe zu ermitteln. Danach erfolgt der eigentliche Ritzvorgang. In dem dargestellten Beispiel (siehe

Abbildung 5-2 A) wird während der Tangentialverschiebung der Probe ab der Ritzposition $150\mu\text{m}$ die auf den Indenter wirkende Normalkraft zeitlinear erhöht, bis sie bei der Position $550\mu\text{m}$ ihren Maximalwert von 100mN erreicht (somit gilt die obere Achse der Normalkraft nur für das Belastungssegment). Anschließend wird der Indenter aus dem Material herausgehoben und nochmals das Profil der Ritzlinie abgetastet, um die verbliebene Ritztiefe zu ermitteln. Abbildung 5-2 A zeigt den gemessenen Verlauf der Ritztiefe gegenüber der Ritzposition während der Belastung und nach erfolgtem Ritzversuch. In der Belastungskurve ist bei einer Ritzposition von etwa $350\mu\text{m}$ bzw. einer Normalkraft von etwa 50mN eine plötzliche Zunahme der Ritztiefe zu erkennen. Der Topographieverlauf nach Ritzung zeigt, daß bis zu diesem Punkt keine Ritzfurche hinterlassen wurde. Das heißt, erst nach dem Sprung wird ein bleibender Ritz erzeugt. Die Streuung der Meßpunkte nach diesem Ritztiefensprung deutet auf Ribbildungen mit einhergehender Abplatzung in der Probenoberfläche während des plastischen Ritzens hin. Der Pop-In-Effekt zeigt sich demnach auch bei Ritzexperimenten und erfüllt dieselben Charakteristiken des Pop-In-Effektes beim Eindruckversuch (siehe weitere Abschnitte).



Interessant und ebenfalls durch das Ritzexperiment zugänglich ist das aus Normal- und Tangentialkraftmessung folgende Verhältnis F_T/F_N . Für die makroskopische Gleitreibung, Haft- und Rollreibung ist dieses Verhältnis konstant, unabhängig von der makroskopischen Berührungsfläche (Vielpunktkontakt) und weitgehend geschwindigkeitsunabhängig (klassische Reibungsgesetze von Coulomb und Amontons). Das Verhältnis wird nur durch die jeweilig reibenden Materialkombinationen und die Reibungsart bestimmt und als Reibungskoeffizient μ bezeichnet. Die zum selben Versuch wie Abbildung 5-2 A gehörende Abbildung 5-2 B verdeutlicht, daß dieses Kräfteverhältnis für die mesoskopische Skala (Einpunktkontakt) des Ritzexperimentes nicht konstant ist. Vielmehr zeigt sich bei der vor dem Pop-In-Effekt gegebenen Gleitreibung eine Abhängigkeit zum Beispiel zur Normalkraft, und erst bei größeren Kräften und dementsprechend größeren Kontaktflächen strebt

das Kräfteverhältnis einen konstanten Wert an. Bei einer Normalkraft von etwa 50mN bzw. an der Ritzposition 350µm endet die rein elastische Verformung in Normalrichtung und damit die Gleitreibung. Der auch in dem Kräfteverhältnis sichtbare Pop-In-Effekt markiert den abrupten Übergang zur elastisch-plastischen Furchung. Auch für diesen Verformungsprozeß findet sich zunächst kein konstantes Kräfteverhältnis. Für eine weiterführende Interpretation der Skalenabhängigkeit des Kräfteverhältnisses F_T/F_N sei auf die entsprechende Literatur [10, 49, 50] verwiesen.

Festzuhalten bleibt, daß der Pop-In-Effekt bei Ritzversuchen sowohl als Verformungsschub als auch als plötzliche Erhöhung des Kräfteverhältnisses F_T/F_N detektiert wird. Die theoretische Beschreibung des Ritzexperimentes im Vergleich zum Eindruckversuch verkompliziert sich dahingehend, daß durch die hinzukommende Tangentialkraftkomponente zusätzliche Spannungen auftreten und daß die Rotationssymmetrie des Spannungsfeldes gebrochen wird. Einsichtig und auch anhand der Messungen bestätigt (vergleiche Abbildungen 5-1 B und 5-2 B) ist, daß die zusätzlich wirkenden Tangentialkräfte bzw. Tangentialspannungen die für den Pop-In-Effekt notwendige Normalkraft reduzieren.

5.2 Verformung vor dem Pop-In-Effekt ist rein elastisch

Im vorangehenden Abschnitt wurde gezeigt, daß beim Ritzversuch unterhalb der kritischen Normalkraft des Pop-In-Effektes keine bleibende Ritzfurche hinterlassen wird. Auch beim Eindruckversuch geht die Eindringtiefe auf Null zurück, wenn der Punkt des Pop-In-Effektes während der Belastung nicht erreicht wurde. Abbildung 5-3 zeigt anhand einer

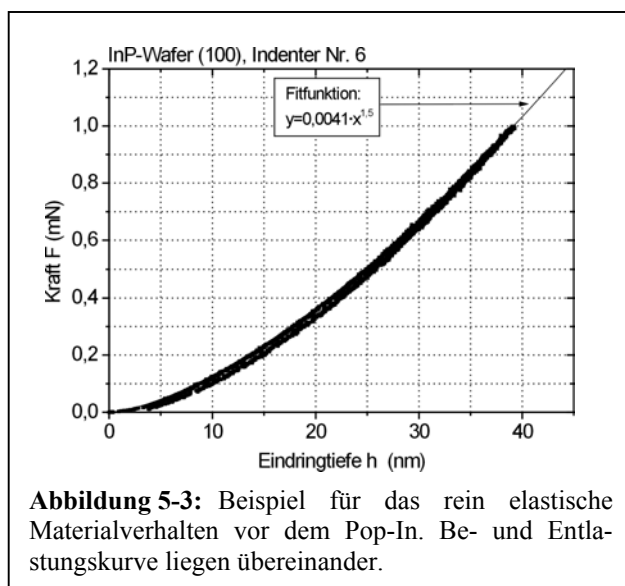


Abbildung 5-3: Beispiel für das rein elastische Materialverhalten vor dem Pop-In. Be- und Entlastungskurve liegen übereinander.

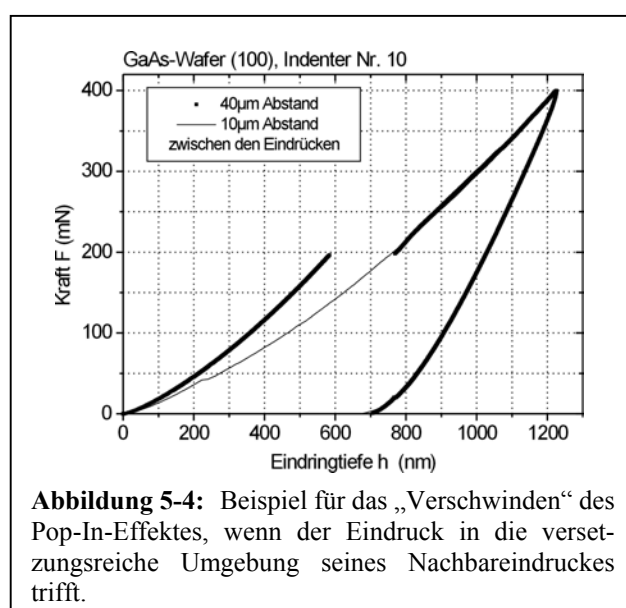
Messung an Indiumphosphid, daß der Kraft-Eindringtiefen-Verlauf reversibel ist, wenn nach einer Maximalkraft, die unterhalb der zum Pop-In-Sprung führenden Kraft (hier etwa 1,5mN) liegt, entlastet wird. Das bedeutet, bis zum Punkt des Pop-In-Effektes wird die Probe bei Indentierung nur rein elastisch verformt. Dieses Beispiel zeigt weiterhin, daß der Kurvenverlauf dem Hertzschen $F \sim h^{1.5}$ - Gesetz gehorcht.

Aus dem Vorfaktor läßt sich demzufolge, wie in Kapitel 2 ausführlich be-

schrieben, bei Kenntnis des Indenterradius oder des Elastizitätsmoduls der Probe die jeweils andere Größe bestimmen und daraus der mittlere Kontaktdruck und das komplette Spannungsfeld berechnen. Der rein elastische Spannungszustand vor dem Pop-In-Effekt bietet somit den Vorteil, die lokal wirksamen Spannungen, die beim Einsetzen des Pop-In-Sprunges herrschen, im Rahmen der Näherungen von Materialisotropie und ideal kugelförmiger Indenterform analytisch berechnen zu können. Genau wie das in Abbildung 5-3 aufgeführte Beispiel, zeigten alle Proben, die einen Pop-In-Effekt aufwiesen, zuvor rein elastisches Verhalten. Unterschiede gab es nur hinsichtlich des mehr oder weniger idealen Hertzschen Verhaltens. Das heißt, in Abhängigkeit vom verwendeten Indenter und dem untersuchten Material traten Exponenten im Bereich von rund 1,4 bis 1,7 statt dem Hertzschen Exponenten von 1,5 auf. Die damit verbundenen Unsicherheiten in der Bestimmung des Pop-In-Spannungszustandes werden in Kapitel 6 eingehend betrachtet.

5.3 Pop-In-Effekt tritt nur bei lokal versetzungsfreien Probenoberflächen auf

Bisher wurde die Frage nach den probenbedingten Voraussetzungen für das Auftreten des Pop-In-Sprunges noch offen gelassen. Auch in der Literatur wird diese Problematik kaum diskutiert, sondern nur gezeigt, daß der Pop-In-Effekt an dem speziell untersuchten Material gefunden wurde. Zusammen mit den eigenen Untersuchungen ergab sich daraus das Bild, daß der Pop-In-Effekt ausschließlich an Einkristallen beobachtet wurde.



Amorphe und polykristalline Materialien zeigen diesen Effekt nicht. Aus der Hypothese, daß der Pop-In-Effekt die Folge einer homogenen Versetzungsnukleation ist, leitet sich zwangsläufig die Forderung nach einem lokal perfekten Kristallgitter im Wirkungsbereich des bei Indentierung aufgebauten Spannungsfeldes ab. Es war somit zu prüfen, ob eine einkristalline Probe mit lokal vorhandenen Versetzungen im Gegensatz zum lokal versetzungsfreien Einkristall keinen Pop-In-Effekt zeigt. Abbildung 5-4 verdeutlicht einen experimentellen Test dieser Vermutung.

Die Idee bestand darin, in einer nahezu verset-

zungsfreien Probe (hier Galliumarsenid-Wafer: $\rho_{\text{Vers}} \approx 10^3 \text{ cm}^{-2}$) die Indentierungen so dicht nebeneinander zu setzen, daß ein Eindruck in die plastische, also versetzungsreiche, Umgebung des Nachbareindrucks trifft. In Abbildung 5-4 ist dargestellt, daß bei genügendem Abstand ($40 \mu\text{m}$) zwischen den Eindrücken ein deutlicher Pop-In-Sprung sowie der vorhergehende steile Kraft-Eindringtiefen-Verlauf auftritt. Werden die Eindrücke hingegen dichter plaziert ($10 \mu\text{m}$), verläuft die Meßkurve flacher und ein Pop-In-Sprung ist nur noch rudimentär zu erkennen. Dieses Ergebnis zeigt, daß bei vorhandenen Versetzungen sofort ein plastischer Verformungsanteil ermöglicht wird, da nicht erst Versetzungen homogen nukleiert werden müssen. Der typische Pop-In-Effekt tritt also nicht auf, wenn schon vor Indentierung Versetzungen im Kontaktbereich existieren.

Ein weiterer Test diese Aussage ist der Vergleich von unterschiedlich präparierten Oberflächen, die verschiedene Versetzungsdichten hinterlassen [55, 56]. Abbildung 5-5 zeigt dazu die Meßkurven einer Kalziumfluorid (111)-Spalt- und einer mechanisch polierten Oberfläche sowie die dazugehörigen lichtmikroskopischen Aufnahmen der nach Indentierung versetzungsgeätzten Kristalle¹ (Ätzlösung: $5 \text{ HNO}_3 + 1 \text{ HClO}_3 + 5 \text{ H}_2\text{O}$, Ätzdauer: 15 Minuten).

In den lichtmikroskopischen Aufnahmen sind (von oben nach unten) die in Reihen angeordneten Versetzungsrosetten von 100mN-, 10mN- und 1mN-Messungen zu erken-

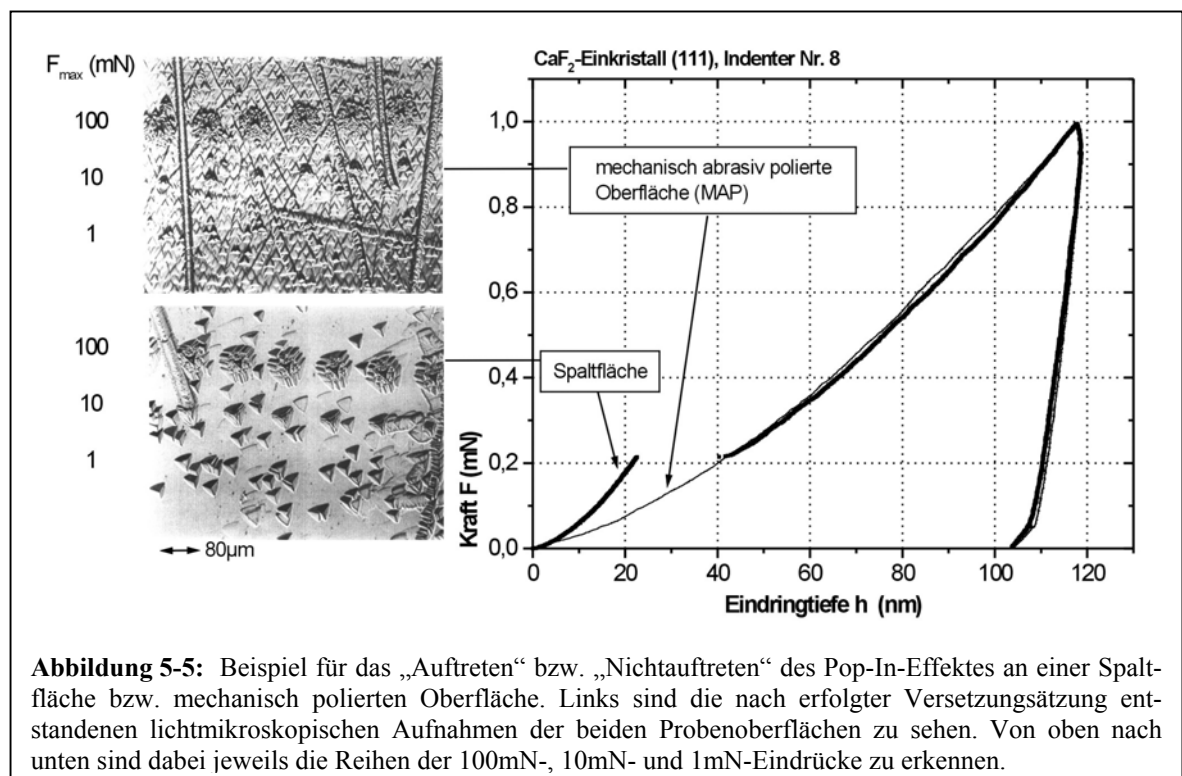


Abbildung 5-5: Beispiel für das „Auftreten“ bzw. „Nichtaufreten“ des Pop-In-Effektes an einer Spaltfläche bzw. mechanisch polierten Oberfläche. Links sind die nach erfolgter Versetzungsätzung entstandenen lichtmikroskopischen Aufnahmen der beiden Probenoberflächen zu sehen. Von oben nach unten sind dabei jeweils die Reihen der 100mN-, 10mN- und 1mN-Eindrücke zu erkennen.

¹ An dieser Stelle möchte ich mich herzlich für die intensive Zusammenarbeit mit Herrn Dr. H. Johansen (MPI-Halle, Prof. Dr. U. Gösele) bedanken. Durch die Zurverfügungstellung der Proben und die filigrane Optimierung der Ätzprozedur wurden diese zentralen Ergebnisse erst ermöglicht.

nen, wobei die 1mN-Eindrücke durch nur eine Ätzgrube markiert sind, welche die Ausmaße des Eindruckes inklusive der umgebenden Versetzungen überdeckt. (Der Eindruckdurchmesser beträgt aufgrund der Indentergeometrie rund das Siebenfache der maximalen Eindringtiefe. Für die 1mN-Messung folgt somit ein Eindruckdurchmesser von rund 0,84µm. Der Durchmesser des Versetzungsgebietes ist bei diesem Material rund viermal größer als der Eindruckdurchmesser [55]. Der Ätzgrubendurchmesser ist mit 30µm somit im Vergleich zum Durchmesser der Versetzungszone der 1mN-Messung etwa zehnmal größer.) Aus den lichtmikroskopischen Aufnahmen folgt, daß durch die niedrige Versetzungsdichte der Spaltfläche die Wahrscheinlichkeit, mit dem Eindruck ein versetzungsfreies Gebiet zu treffen, sehr hoch ist. Bei der mechanisch polierten Oberfläche hingegen ist dies nicht der Fall, da die Polierung eine oberflächennahe versetzungsreiche Störschicht hinterläßt. Die dazugehörigen Kraft-Eindringtiefen-Kurven zeigen, daß das Auftreten des Pop-In-Effektes an die lokale Versetzungsfreiheit der indentierten Oberfläche gebunden ist.

Aus den Abbildungen 5-4 und 5-5 ergibt sich eine weitere interessante Folgerung. Bei Materialien, die nur einen ausgeprägten sprunghaften Übergang vom rein elastischen zum elastisch-plastischen Verhalten zeigen, führt dieser Sprung sofort auf den Meßverlauf der Proben, die seit Indentierungsbeginn elastisch-plastisch verformt wurden bzw. keinen Pop-In-Sprung zeigten. Daraus folgt, daß in diesen Fällen während des Pop-In-Sprunges ähnlich viele Versetzungen nukleiert werden, wie sie zum „Einholen“ des Zustandes der von vornherein auch plastisch verformten Probe nötig sind. Der Pop-In-Effekt ist damit interpretierbar als homogene Nukleation einiger Versetzungen mit anschließend rascher Multiplikation und Ausbreitung. Der experimentell beobachtbare Versetzungszustand nach dem Pop-In-Sprung ist also schon so weit vorangeschritten, daß sich damit schwer auf den embryonalen Versetzungszustand zu Beginn des Pop-In-Sprunges rückschließen läßt.

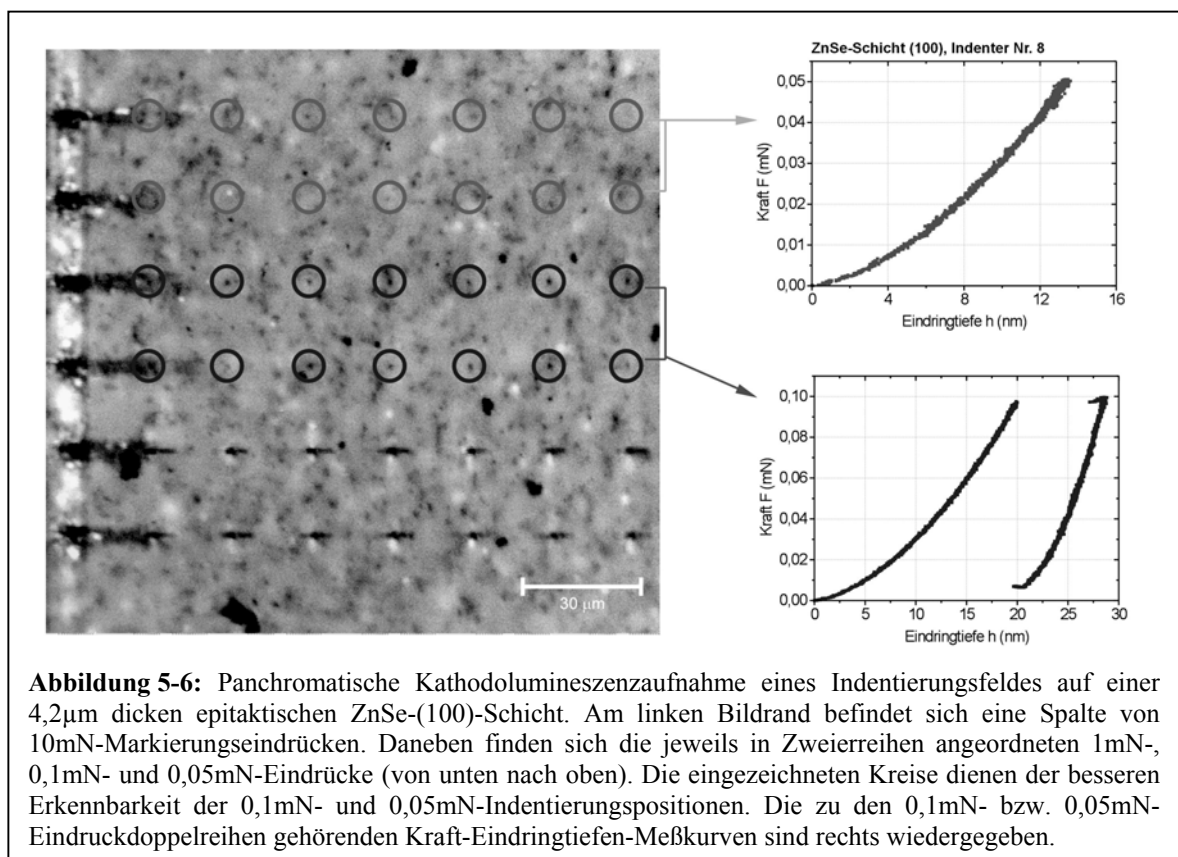
Speziell für die untersuchten Kalzium- und Bariumfluoridproben ist noch zu bemerken, daß sich außer dem Auf- bzw. Nichtauftreten des Pop-In-Effektes keine signifikanten Unterschiede im weiteren Kraft-Eindringtiefen-Verlauf (bis zum Ende des Meßbereiches des Nano-Indenter[®] II von 550mN) zwischen polierter und Spaltfläche finden ließen. Ebenfalls keine signifikanten Unterschiede wiesen die Durchmesser der Ätzrosetten um die Eindrücke auf [55]. Daraus folgt, daß die registrierende Nanohärtemessung außer in bezug auf den Pop-In-Sprung nicht unbedingt sensitiv gegenüber Polierschichten sein muß.

5.4 Versetzungsnukleation während des Pop-In-Sprunges

Nachdem der Pop-In-Effekt schon mehrfach als homogene Versetzungsnukleation mit anschließender, versetzungsgebundener rascher Plastifizierung interpretiert wurde, werden nun einige experimentelle Befunde hierfür vorgestellt. Es wird gezeigt, daß Indentierungen, die vor dem Auftreten des Pop-In-Sprunges entlastet wurden, keine Versetzungen hinterlassen. Wird die Belastung hingegen über den Pop-In-Sprung hinaus geführt, sind Versetzungen im Eindruckbereich nachweisbar. So zeigten die CaF_2 - und BaF_2 -Spaltflächen nach dem Versetzungsätzen an den Eindruckpositionen nur dann Ätzgruben, wenn über die Pop-In-Effekt-auslösende Kraft hinaus belastet wurde.

5.4.1 Versetzungsnachweis mittels Kathodolumineszenz

Die versetzungsabbildende Methode der Kathodolumineszenz wurde im Rahmen der Zusammenarbeit¹ innerhalb des Graduiertenkollegs 415 „Defektstrukturbestimmte physikalische Eigenschaften“ zu Untersuchungen an Galliumarsenid- und Kadmitellurid-Wafern sowie epitaktischen Zinkselenidschichten eingesetzt. Stellvertretend für die dabei erzielten verallgemeinerungsfähigen Ergebnisse [56] verdeutlicht die in Abbildung 5-6 wiedergegebene Kathodolumineszenzaufnahme (Mikroskop: REM-KL-System JSM 6400



¹ Ich danke an dieser Stelle speziell den Mitarbeitern der Arbeitsgruppe Halbleiterkristalleigenschaften am Fachbereich Physik der Martin-Luther-Universität Halle (Dr. J. Schreiber, U. Hilpert, L. Höring, H. Mäh) für die Probenbereitstellung, die KL-Untersuchungen und den intensiven Erfahrungsaustausch.

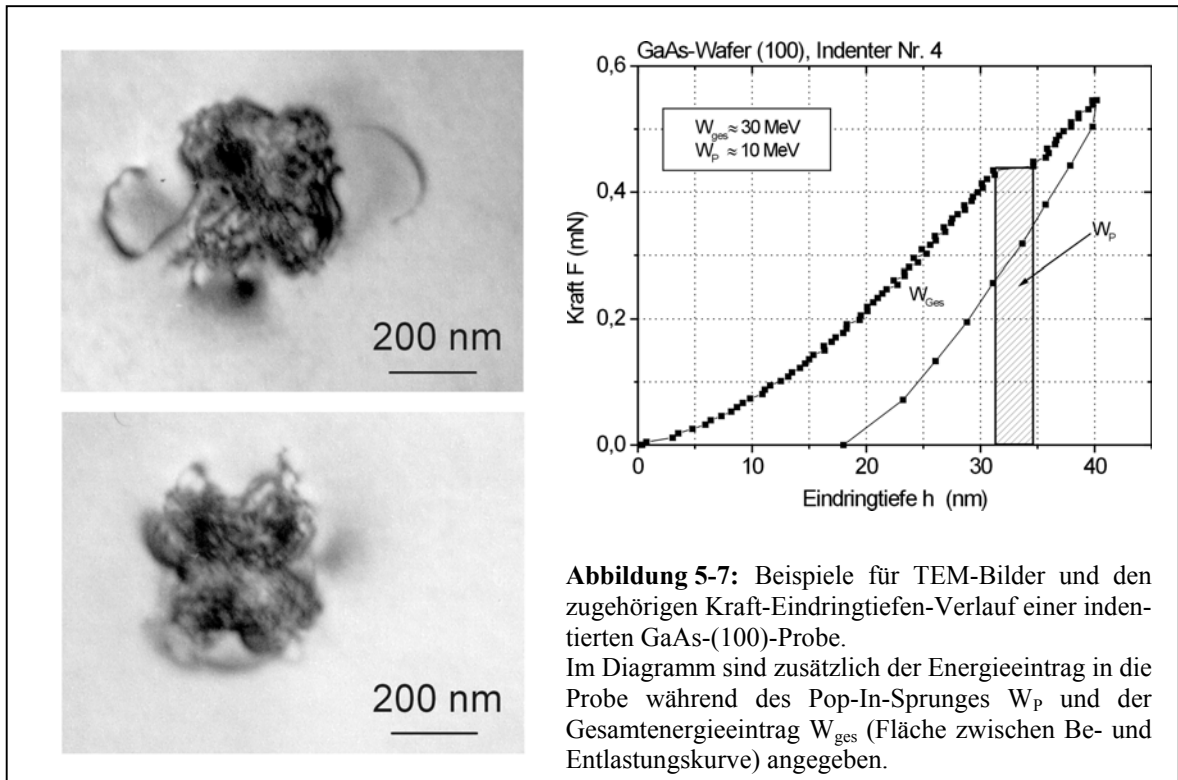
der Firma JEOL, Stickstoffkühlung, Beschleunigungsspannung $U_B=8\text{kV}$, Strahlstrom $I_S=300\text{pA}$), daß ein Versetzungskontrast nur an Eindrücken nachweisbar ist, wenn bei diesen über den Pop-In-Sprung hinaus belastet wurde. Das heißt, im direkten Vergleich der in Abbildung 5-6 durch die eingezeichneten Kreise markierten Eindruckpositionen findet sich in der jeweiligen Kreismitte nur für die $0,1\text{mN}$ -Eindrücke ein punktförmiger Dunkelkontrast. Das rechts in Abbildung 5-6 angegebene Beispiel für die dazugehörigen Kraft-Eindringtiefen-Kurven zeigt, daß bei den $0,1\text{mN}$ -Indentierungen der Pop-In-Sprung gerade durchlaufen wurde. An den Positionen (exakt in Kreismitte !) der $0,05\text{mN}$ -Eindrücke, welche - wie in der Kraft-Eindringtiefen-Meßkurve zu sehen - unterhalb des Pop-In-Sprunges belastet wurden, ist hingegen kein Punktkontrast nachweisbar.

In der KL-Aufnahme ist weiterhin zu erkennen, daß in dieser Probe auch „eingewachsene“ α -Versetzungen (Versetzungslinie aus Se-Atomen liegt im glide-set, KL-Hellkontrast mit Intensitätsmaximum bei $\lambda=475\text{nm}$) und β -Versetzungen (Versetzungslinie aus Zn-Atomen liegt im glide-set, KL-Dunkelkontrast) vorlagen. Die Versetzungsdichte dieser Probe, die anhand der Kontraste in Abbildung 5-6 zu $\rho_{\text{vers}}\approx 2\cdot 10^6\text{cm}^{-2}$ bestimmt wurde, war aber immer noch gering genug (siehe Abschnitt 6.3.1), um bei lokaler Indentierung Versetzungen homogen nukleieren zu können, weshalb ein Pop-In-Effekt gemessen wurde. Der Nachweis der Hellkontraste der α -Versetzungen um den Eindruck ist in diesem Beispiel wahrscheinlich erst dann möglich, wenn diese weiter aus dem Indentierungsbereich herauslaufen. Das heißt, für die $0,1\text{mN}$ reichte die Auflösung der KL-Abbildung nicht aus, um Hell- und Dunkelkontraste zu trennen.

5.4.2 Versetzungsnachweis mittels Transmissionselektronenmikroskopie

Die transmissionselektronenmikroskopische Abbildung stellt die beste Methode zur Aufklärung der Versetzungsstruktur, die nach dem Pop-In-Effekt vorliegt, dar, und durch eine weitere Zusammenarbeit¹ innerhalb des Graduiertenkollegs 415 eröffnete sich die Möglichkeit, von der am Max-Planck-Institut Halle etablierten Elektronenmikroskopie zu profitieren. Wegen der speziellen Erfahrungen bei der Präparation von Galliumarsenid wurde dieses Material für die Untersuchungen ausgewählt. Nach anfänglichen Fehlschlägen erwies sich die folgende Präparationsweise als erfolgreich. Die zu untersuchende Probe (ein etwa $5\text{mm}\times 5\text{mm}$ großes Waferstück der Dicke $0,5\text{mm}$) wurde zunächst von der Rückseite her gedimpelt und anschließend im Bereich der größten Abdünnung (etwa $20\mu\text{m}$) ein Feld von 30×40 Eindrücken (Abstände zwischen den Eindrücken $20\mu\text{m}$) auf der Vorderseite (polierte Seite) gesetzt. Zum Schluß wurde die Probe durch rückseitigen Ar^+ -Ionen-Beschuß lokal bis zu der durchstrahlbaren Dicke von etwa $1\mu\text{m}$ abgedünnt. In diesem durchstrahlbaren Bereich fanden sich bei der TEM-Untersuchung (verwendetes

¹ Für die Zusammenarbeit und Beharrlichkeit, die letztlich zur erfolgreichen Abbildung des Versetzungszustandes der Nanoeindrücke führte, möchte ich mich bei den Herren Dr. H. S. Leipner (FB Physik der MLU Halle) und N. Engler (MPI Halle) bedanken.



Mikroskop: JEM 1000 bei 1MV Beschleunigungsspannung) dann 14 von den 1200 Eindrücken [57]. Abbildung 5-7 zeigt die TEM-Aufnahmen (Bragg-Reflex $g=(220)$) von zwei dieser 14 gefundenen Indentierungen und eine dazugehörige Kraft-Eindringtiefen-Kurve. Um einerseits den Versetzungszustand kurz nach dem Pop-In-Effekt, der bei dieser Probe zwischen 0,4mN und 0,5mN auftrat, beobachten zu können, wurde die Maximalkraft zu 0,55mN gewählt. Um andererseits die Meßdauer zu begrenzen, wurde wegen der hohen Anzahl der Indentierungen mit einer relativ hohen Geschwindigkeit (Belastungszeit=10s) gemessen und die damit verbundene geringere Anzahl an Meßpunkten in Kauf genommen. Aus den TEM-Untersuchungen ergaben sich folgenden Aussagen:

- Schon bei etwa um 10% größeren Belastungskräften als der Pop-In-Kraft ist ein ausge dehntes Versetzungsnetzwerk vorhanden, wobei etwa 100 Loops ausgezählt wurden.
- Diese Loops liegen hauptsächlich in den zur Oberfläche geneigten $\langle 110 \rangle \{ 111 \}$ -Gleitsystemen und sind daher vierzählig um den Eindruck angeordnet. Oberflächenparallele Versetzungen der $\langle 110 \rangle \{ 111 \}$ -Gleitsysteme sind nur vereinzelt zu finden (einzelne Versetzung links und rechts vom Kern im oberen TEM-Bild).
- Stapelfehler sind nicht nachweisbar bzw. die Loops sind vollständige Loops (Nachweis durch Auslöschung der entsprechenden Beugungsreflexe).
- Die Versetzungen sind noch nicht weit aus dem Kontaktgebiet, dessen Durchmesser rund 200nm (Durchmesser $d=2 \cdot \sqrt{(h \cdot R)}$, $h \approx 40\text{nm}$, $R \approx 270\text{nm}$) betrug, herausgelaufen.

Diese Aussagen bestätigen, daß während des Pop-In-Sprunges, beginnend mit der homogenen Nukleation erster Versetzungen und ihrer weiteren Vervielfältigung, eine rasche Plastifizierung im Indentierungsgebiet stattfindet. Daß dabei anfangs die Volumengleit-

systeme und nicht die oberflächenparallelen Gleitsysteme aktiviert werden, läßt sich anhand des elastischen Spannungszustandes erklären. Die größten Schubspannungen wirken, wie in Kapitel 2 gezeigt, unterhalb der Kontaktfläche im Volumeninneren. Bei Indentierung mit größeren Lasten werden dann auch zunehmend die oberflächenparallelen Gleitsysteme aktiviert.

Die isotrope und rotationssymmetrische Lösung kann die Vierzähligkeit der Versetzungsausbreitung natürlich nicht erklären. Durch die Projektion des rotationssymmetrischen Spannungszustandes auf die primären Gleitsysteme und die Beurteilung der dort wirkenden Schubspannungen läßt sich die Materialsymmetrie in die isotrope Lösung „einbetten“. Dieser Näherungsansatz wird in Fortführung dieser Arbeit von Herrn A. Zeckzer untersucht. Der erste Vergleich zwischen den TEM-Ergebnissen an Galliumarsenid (100) mit der aus der Projektion erhaltenen kleeblattförmigen Anordnung der maximalen Schubspannungen in den Gleitsystemen [27] spricht bislang für diese Art der Einbindung der Materialanisotropie.

Mit der anhand der TEM-Abbildungen bestimmbaren Anzahl der Versetzungsloops bietet sich die Möglichkeit, den aus dem Kraft-Eindringtiefen-Verlauf folgenden Energieeintrag zu interpretieren. Wird zum Beispiel die während des Pop-In-Sprunges in das Material eingebrachte mechanische Energie (schraffierte Fläche unter der F-h-Kurve, siehe Abbildung 5-7) $W_p=10\text{MeV}$ durch die Energie eines Versetzungsloops W_{Loop} (siehe Gleichung (3-8)) geteilt, ergibt sich abhängig von dem zugrunde gelegten Loopradius r die Anzahl der durch W_p erzeugbaren Loops. Mit Werten zwischen dem minimalen (kritischen) Radius $r \approx 5r_0 \approx 7\text{\AA}$ (Tabelle 3-2) und einem nach Abbildung 5-7 maximalen Radius von rund 200nm ergeben sich Loopenergien von $W_{\text{Loop}} \approx 20 \dots 36000\text{eV}$ und damit Zahlen von 500000 bis 280 Versetzungsloops. Wird der gesamte Energieeintrag während des Eindruckexperimentes $W_{\text{ges}}=30\text{MeV}$ berücksichtigt, verdreifacht sich diese Anzahl. Da nur 100 Loops mit Radien kleiner als 200nm im TEM-Bild gefunden wurden, folgt, daß die während des Pop-In-Sprunges eingebrachte mechanische Energie wahrscheinlich nur teilweise für die Generation von Versetzungen benötigt wird. Ein großer Anteil der Energie wird wahrscheinlich über Phononenanregungen in Wärme umgewandelt.

Die entsprechende Temperaturerhöhung kann nach $W = \rho \cdot V \cdot c \cdot \Delta T$ abgeschätzt werden. Aus dem Energieeintrag $W_{\text{ges}}=30\text{MeV}$ folgt mit dem Volumen V der plastischen Zone (Zylinder mit Höhe 200nm und Radius 200nm), der Dichte $\rho=5,307\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ und der spezifischen Wärmekapazität $c=0,325\text{ J}/(\text{g}\cdot\text{K})$ von Galliumarsenid eine Temperaturerhöhung von rund $\Delta T=55\text{K}$. Da ein Teil der Energie zur Loopbildung dient, liegt die lokale Materialerwärmung unter 55K. Starke Temperatureffekte sind somit nicht zu erwarten. Andere Prozesse, wie zum Beispiel die Generation von Zwischengitteratomen und Leerstellen, sollten nur marginale Energiebeiträge liefern. Es bleibt festzuhalten, daß ein Rückschluß auf die Anzahl der generierten Versetzungsloops anhand des Pop-In-Energieeintrages schwer möglich ist.

5.5 Unabhängigkeit des Pop-In-Effektes von der Belastungsgeschwindigkeit

In Abschnitt 5.2 wurde herausgearbeitet, daß die Verformung vor dem Einsetzen des Pop-In-Effektes rein elastisch bleibt bzw. der Be- und Entlastungszyklus reversibel verlaufen. Eine rein elastische Deformation schließt eine Geschwindigkeitsunabhängigkeit ein.

Trotzdem bleibt zu klären, ob die zum Auftreten des Pop-In-Sprunges nötige Kraft F_P geschwindigkeitsabhängig ist. Für eine Verallgemeinerungsfähigkeit der im folgenden aufgeführten Ergebnisse muß beachtet werden, daß der mit dem Nano-Indenter[®] II meßbare Geschwindigkeitsbereich stark begrenzt ist. Bei zu geringen Belastungsgeschwindigkeiten (Kraftzunahme pro Zeit) nimmt die durch die thermische Drift bedingte Meßunsicherheit zu. Die Geschwindigkeitsobergrenze wird aufgrund der auf 6 Werte pro Sekunde begrenzten Meßwerterfassungsrate gesetzt. Der somit „zweckmäßige“ Bereich der Belastungsdauer beträgt etwa 10 bis 300 Sekunden, woraus abhängig von der zu erreichenden Maximalkraft die Variationsmöglichkeit für die Belastungsgeschwindigkeit v_F folgt. Abbildung 5-8 zeigt die Ergebnisse der geschwindigkeitsabhängigen Messungen für die drei Proben, deren Pop-In-Sprünge im Vergleich zu anderen Materialien eine geringe Streuung um die Mittelwerte der Pop-In-Kraft aufwiesen. Bei den anderen Materialien wurden keine signifikanten Geschwindigkeitsabhängigkeiten gefunden bzw. eventuelle Änderungen durch die zu große Streuung der Meßwerte überdeckt.

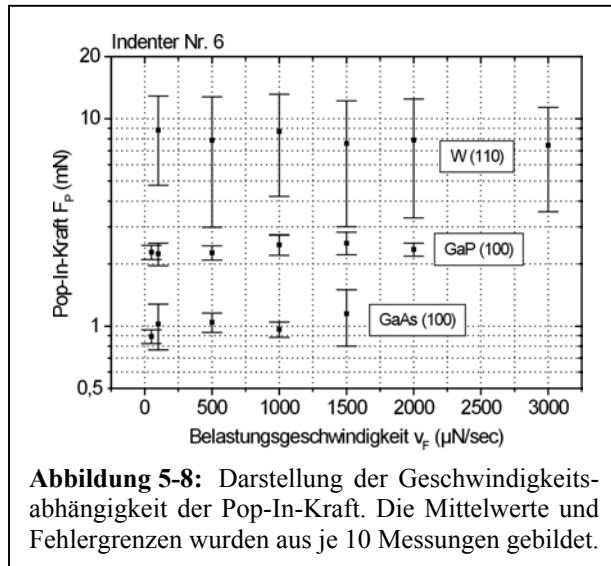


Abbildung 5-8: Darstellung der Geschwindigkeitsabhängigkeit der Pop-In-Kraft. Die Mittelwerte und Fehlergrenzen wurden aus je 10 Messungen gebildet.

Aus den Meßergebnissen kann geschlußfolgert werden, daß in dem Geschwindigkeitsbereich des Nano-Indenters[®] II keine signifikante Abhängigkeit des Einsatzpunktes des Pop-In-Effektes von der Belastungsgeschwindigkeit zu finden ist. Daraus ergeben sich die Berechtigung und der Vorteil, das Kontaktexperiment bis zum Einsetzen des Pop-In-Effektes innerhalb einer statischen Theorie zu behandeln. Der für die bessere Beurteilung der Dynamik des Pop-In-Effektes nötige höhere Geschwindigkeitsbereich

und eine Temperaturvariation sind mit dem Nano-Indenter[®] II leider nicht realisierbar, und auch in der Literatur finden sich diesbezüglich keine weiterführenden Ergebnisse.

5.6 Pop-In-Effekt bei verschiedenen Oberflächenorientierungen

Für die theoretische Beschreibung des elastischen Spannungsfeldes wurde elastisch isotropes Materialverhalten vorausgesetzt. Die meisten untersuchten Materialien werden dieser Forderung allerdings nicht gerecht, und es stellt sich die Frage, ob in dem rein elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verlauf vor dem Einsetzen des Pop-In-Sprunges Unterschiede bei verschieden orientierten Proben zu finden sind und ob der Einsatzzpunkt des Pop-In-Sprunges orientierungsabhängig ist. Unterschiedlich orientierte Proben standen für die Materialien Wolfram, Galliumarsenid und Kadmiumtellurid zur Verfügung. Die Wolframproben in (100)- und (110)-Orientierung zeigten erwartungsgemäß (Wolfram ist elastisch isotrop) keine Unterschiede im elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verhalten, aber bei der (100)-orientierten Probe setzte der Pop-In-Effekt deutlich früher ein als bei der (110)-orientierten Probe.

Wenn die Gleitebene und die Gleitrichtung nicht in einem Winkel von 45° zur Indentierungsachse liegen, ist die wirksame Schubspannung in diesen Gleitsystemen immer kleiner als die aus der isotropen Lösung folgende Trescaspannung (Gleichung (2-61)). Analog dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz [26] für einaxiale Belastung müssen demnach die Lagen der Gleitsysteme zum Spannungsfeld beachtet werden. Da die Gleitsysteme einer (100)-orientierten Probe günstiger zu dem 45° -Winkel liegen als die der (110)-orientierten Probe [27], wird die kritische Scherspannung zur homogenen Versetzungsgeneration bei der (100)-Probe bei kleineren Kräften erreicht als bei der (110)-Probe. Galliumarsenid und Kadmiumtellurid sind elastisch anisotrope Materialien. Deshalb war zu erwarten, daß unterschiedlich orientierte Oberflächen auch verschiedene elastische Kraft-Eindringtiefen-Verläufe aufweisen. Speziell interessierte dabei, inwieweit der Spannungszustand beim Kontaktexperiment über diese Anisotropie mittelt. Das heißt, ob die Unterschiede in den Kraft-Eindringtiefen-Kurven geringer sind, als es die richtungsabhängigen Elastizitätsmoduln erwarten ließen, und ob eine theoretisch isotrope Näherung anhand der Hillschen Mittelung (siehe Abschnitt 2.4.1) zur Beschreibung des Kontaktexperimentes geeignet ist. Abbildung 5-9 zeigt drei Kraft-Eindringtiefen-Kurven, die an unterschiedlich orientierten Galliumarsenidproben gemessen wurden. Es ist zu erkennen, daß sich die Einsatzzpunkte des Pop-In-Sprunges und die Sprungweiten deutlich unterscheiden. Aber auch die Kurvenverläufe der rein elastischen Materialbeanspruchung sind verschieden. (Bei den Kadmiumtelluridproben wurden eventuelle Unterschiede durch die starke relative Streuung der Meßwerte überdeckt.) Werden aus diesen Kurvenverläufen mittels Regression die Vorfaktoren des Hertz'schen Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhanges $F \sim h^{1,5}$ (Tabelle 2-1) ermittelt, lassen sich daraus über den bekannten Indenterradius (Tabelle 4-1) die effektiven Elastizitätsmoduln der unterschiedlich orientierten Oberflächen bestimmen.

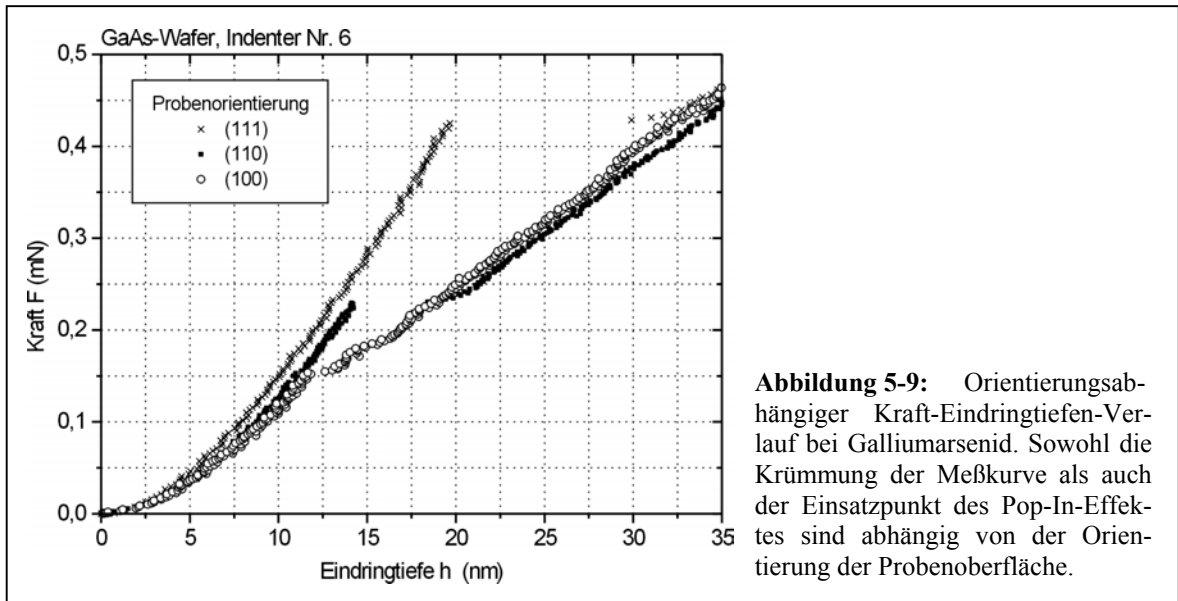


Abbildung 5-9: Orientierungsabhängiger Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei Galliumarsenid. Sowohl die Krümmung der Meßkurve als auch der Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes sind abhängig von der Orientierung der Probenoberfläche.

„Effektiv“ bedeutet in diesem Zusammenhang, daß der Wert des Elastizitätsmoduls mittels der isotropen Beschreibung gewonnen wird. Den Vergleich zwischen den Richtungs-elastizitätsmoduln aus der Literatur [25] und den aus den Eindruckversuchen berechneten Elastizitätsmoduln zeigt Abbildung 5-10. Wenn alle Meßpunkte auf der eingezeichneten 1:1-Geraden lägen, würde die Richtungsabhängigkeit der mittels Indentierung bestimm- baren Werte für den Elastizitätsmodul die Anisotropie des Materials genau wie im ein- axialen Zug- bzw. Druckversuch widerspiegeln. Bei den untersuchten Materialien ist dies aber nur für den kleinsten Wert (der (100)-Wert) der Fall. Bei den elastisch steiferen Richtungen führt das in allen Raumrichtungen wirksame Spannungsfeld unter dem Ein- druck zu einem abgeschwächteren elastischen Widerstand, das heißt, der gemessene Elasti- zitätsmodul ist geringer als der entsprechende Richtungselastizitätsmodul. Die Unter- scheidung der drei Probenorientierungen

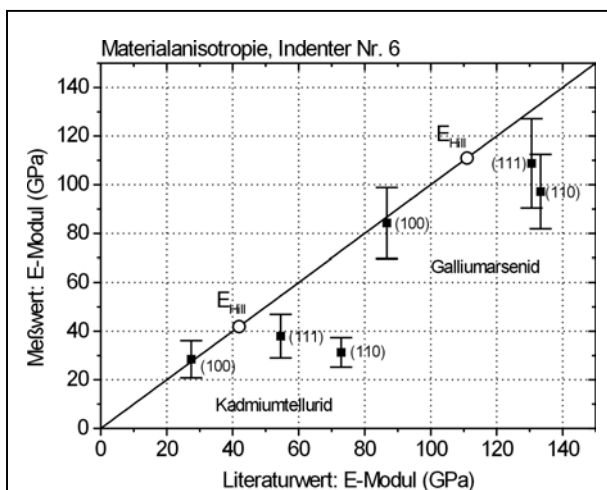


Abbildung 5-10: Vergleich zwischen dem Richtungselastizitätsmodul für den einaxialen Belastungszustand und dem aus dem Eindruckversuch bestimmten Elastizitätsmodul für verschiedene Probenorientierung.

anhand der bestimmten Elastizitäts- moduln ist trotz der eigentlich starken Anisotropie der untersuchten Materialien weniger deutlich. Aus diesem Grund sind die elastisch isotrope Theorie und die Verwendung der nach Hill gemittelten elastischen Kenngrößen anstatt der Rich- tungsmoduln für die Härtemessung eine gute Näherung zur Beschreibung von Kontaktexperimenten.

Für das Verständnis der in Abbildung 5-9 zu sehenden deutlichen Unterschiede in den Einsatzpunkten der Pop-In-Sprünge sei wiederum auf die unterschiedlich

günstige Lage der Gleitsysteme verwiesen. Die in Fortführung dieser Arbeit in der eigenen Arbeitsgruppe begonnenen Modellierungen, bei denen die Spannungen der isotropen Lösung in die Gleitsysteme projiziert wurden, zeigen [27], daß sich die maximal in den primären Gleitsystemen wirksamen Schubspannungen bei fcc-Struktur wie folgt unterscheiden. Bei Indentierung einer (111)-Oberfläche wirkt die maximale Schubspannung in 6 Gleitsystemen gleichzeitig und beträgt rund $0,35 \cdot p_m$ (mittlerer Kontaktdruck). Für (110)-Orientierung folgt eine Spannung von rund $0,44 \cdot p_m$ in 4 Gleitsystemen und für (100)-Orientierung rund $0,43 \cdot p_m$ in 8 Gleitsystemen¹. Anhand dieser Ergebnisse lassen sich die Reihenfolge der Pop-In-Effekte in Abbildung 5-9 und auch die Unterschiede zwischen den Pop-In-Kräften verstehen. Da für den Pop-In-Effekt die zur homogenen Versetzungsgeneration notwendige Schubspannung aufgebracht werden muß, sind bei ungünstiger Gleitsystemlage höhere Kräfte nötig. In der Kraft drücken sich diese Unterschiede sogar sehr deutlich aus, da $F \sim p_m^3$ (kugelförmige Indenterspitze, siehe Tabelle 2-1).

Es bleibt zu resümieren, daß unterschiedlich orientierte Proben geringere Differenzen im elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verhalten zeigen, als es die Materialanisotropie erwarten läßt. Der Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes ist hingegen stark von der Probenorientierung abhängig, was sich durch die günstige bzw. ungünstige Lage der Gleitsysteme zum Spannungsfeld begründen läßt.

5.7 Reproduzierbarkeit des Pop-In-Effektes

Bei der Frage nach der Reproduzierbarkeit des Pop-In-Effektes ist zunächst festzuhalten, daß der Pop-In-Sprung bei Einhaltung eines Mindestabstandes zwischen den Eindrücken (siehe Abbildung 5-4) an sich von Eindruck zu Eindruck wiederholbar war. Das heißt, bei den jeweils zehn durchgeführten Messungen je Probe trat diese Unstetigkeit in den Meßkurven auf oder sie trat nicht auf. (Ausgenommen hiervon waren nur die Kupfer- und Aluminiumprobe, bei denen von zehn Messungen in ein bis drei Fällen kein deutlicher Pop-In-Sprung auszumachen war.) Die Meßverläufe vor dem Pop-In-Sprung und die Einsatzpunkte sowie Sprungweiten des Pop-In-Effektes zeigten hingegen in Abhängigkeit vom Probenmaterial und dem Verrundungsradius des verwendeten Indenters mehr oder weniger deutliche Unterschiede. In diesem Abschnitt sollen deshalb die bei den Unter-

¹ An dieser Stelle möchte ich mich besonders bei Herrn André Zeckzer für die fruchtbare Zusammenarbeit bedanken. Die hier angegebenen Auszüge aus seiner Arbeit über die wirksamen Spannungen in den Gleitsystemen sind unentbehrlich für das Verständnis der Orientierungsabhängigkeit des Pop-In-Effektes.

suchungen aufgetretenen Variationen der gemessenen Parameter des Pop-In-Effektes diskutiert werden.

5.7.1 Statistische Streuung der Kenngrößen des Pop-In-Effektes

Zuerst soll anhand dreier „Extrembeispiele“ verdeutlicht werden, wie stark bzw. schwach die Kraft-Eindringtiefen-Kurven und die Einsatzpunkte des Pop-In-Effektes streuen.

Abbildung 5-11 A zeigt den Idealfall, bei dem sowohl die Meßverläufe als auch die Einsatzpunkte des Pop-In-Effektes wenig variieren (Streuung <5%). Dieses Verhalten zeigten hauptsächlich die versetzungsarmen (Versetzungsdichte deutlich kleiner 10^5 cm^{-2}) Halbleiterwafer. Bei dem Beispiel aus Abbildung 5-11 B weisen zwar die Kraft-Eindring-

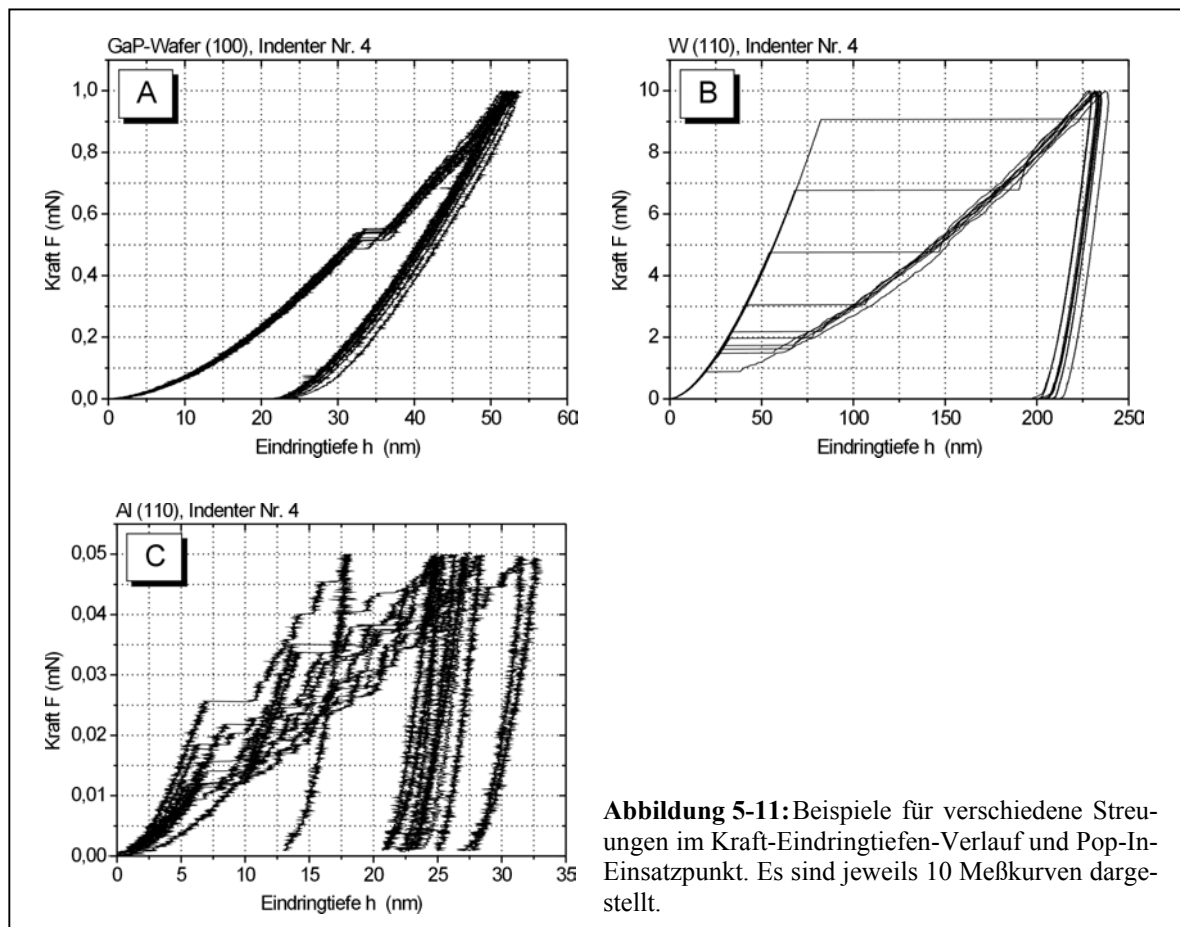


Abbildung 5-11: Beispiele für verschiedene Streuungen im Kraft-Eindringtiefen-Verlauf und Pop-In-Einsatzpunkt. Es sind jeweils 10 Meßkurven dargestellt.

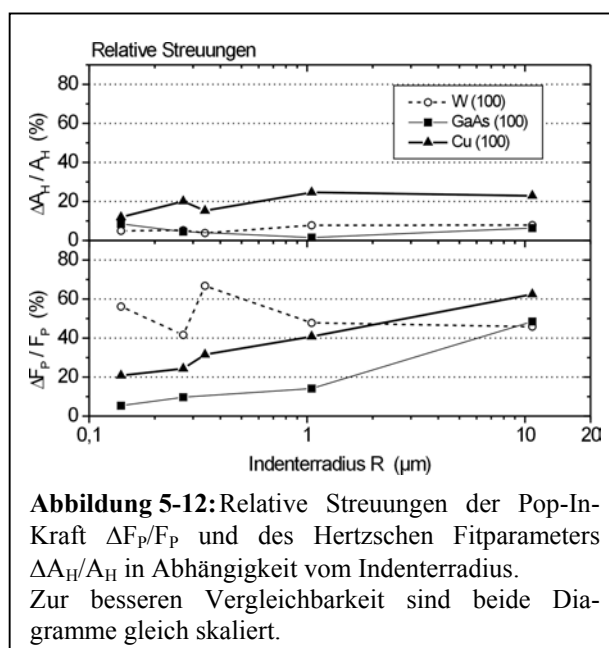
tiefen-Kurven vor dem Pop-In-Sprung ein fast identisches Verhalten (Streuung der Proportionalitätsfaktoren A_H der Hertzschen $F=A_H \cdot h^{1,5}$ -Fitkurven $\approx 5\%$) auf, aber der Pop-In-Effekt setzt bei sehr unterschiedlichen Kräften ein (Streuung $\approx 80\%$). Derartige Meßergebnisse wurden hauptsächlich an Wolfram und Halbleitermaterialien mit nicht ganz niedriger Versetzungsdichte ($\rho_{\text{Vers}} \geq 10^5 \text{ cm}^{-2}$) erhalten. Die (100)-Galliumarsenidprobe ($\rho_{\text{Vers}} \approx 10^3 \text{ cm}^{-2}$) zeigte eine hohe Streuung im Einsetzen des Pop-In-Sprunges erst bei Indentierung mit einem stark verrundeten Indenter (Indenter Nr. 10 $R \approx 11 \mu\text{m}$, siehe Abbildung 5-12). Es ist zu vermuten, daß die Streuung des Einsatzpunktes des Pop-In-Effektes durch die Wechselwirkung mit schon im Material vorhandenen Versetzungen

korreliert. Das dritte Beispiel (Abbildung 5-11 C) veranschaulicht den Fall, wenn sowohl die Kurvenverläufe als auch die Einsatzpunkte stark streuen. In diesen Fällen liegt wahrscheinlich außer einer schon sehr hohen Versetzungsdichte ($\rho_{\text{Vers}} \gg 10^5 \text{ cm}^{-2}$) auch eine ungenügende Qualität der Probenoberfläche (z.B. Oxidationsschicht, Rauigkeit) vor. Ähnliche starke Streuungen wie die Aluminiumprobe zeigten auch die Kupferprobe und die Kadmiumtelluridproben. Der Pop-In-Effekt ist zwar immer noch deutlich nachweisbar, aber die Interpretation der quantitativen Analyse der Meßergebnisse ist in diesen Fällen unsicherer. Eine detailliertere Erklärung der Abhängigkeit des Pop-In-Effektes von der Versetzungsdichte wird in Abschnitt 6.3.1 gegeben.

Ein während der Untersuchungen bewußt variiertes Parameter war der Verrundungsradius des Indenters, weshalb bei den bisherigen Darstellungen auch immer der verwendete Indenter angegeben wurde. Allerdings konnten nicht alle Proben mit allen Indentern untersucht werden, da sich die Einsatzzeiträume der jeweiligen Indenter in Abstimmung der verschiedenen Arbeiten innerhalb der Arbeitsgruppe ergaben und viele Proben erst im Laufe der Zeit durch die anlaufenden Zusammenarbeiten zur Verfügung standen.

Prinzipiell werden bei Indentierung mit stärker verrundeten Eindringkörpern die entsprechenden mechanischen Spannungen erst bei größeren Eindringtiefen erreicht (siehe Abschnitt 6.3), und entsprechend tritt der Pop-In-Effekt bei verschiedenen Eindringtiefen auf. An dieser Stelle soll zunächst auf die radienabhängige Streuung der Meßergebnisse eingegangen werden. Zweckmäßig werden dabei nicht die absoluten, sondern die relativen Streuungen diskutiert.

Abbildung 5-12 zeigt anhand von drei Proben, die mit allen 5 Indentern (außer GaAs (100) mit Indenter Nr. 1) untersucht werden konnten, wie die relative Streuung der Kraft $\Delta F_p/F_p$, bei der der Pop-In-Sprung einsetzt, und die relative Streuung des Hertzschen Fitparameters $\Delta A_H/A_H$, der den elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verlauf vor dem Pop-In-Effekt charakterisiert, mit dem Radius des verwendeten Indenters variieren. Die relative Streuung des Hertzschen Fitparameters ist ein Maß für die Reproduzierbarkeit des elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verlaufs vor dem Einsetzen des Pop-In-Sprunges und charakterisiert somit die (elastische) Materialhomogenität bzw. -qualität.



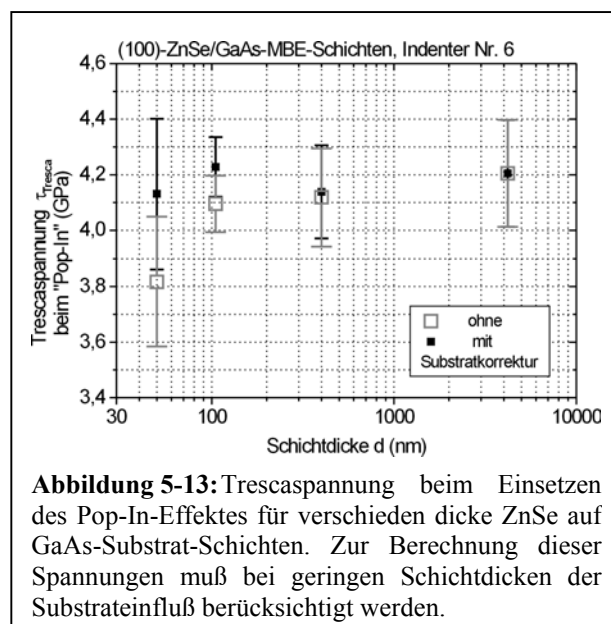
charakterisiert, mit dem Radius des verwendeten Indenters variieren. Die relative Streuung des Hertzschen Fitparameters ist ein Maß für die Reproduzierbarkeit des elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verlaufs vor dem Einsetzen des Pop-In-Sprunges und charakterisiert somit die (elastische) Materialhomogenität bzw. -qualität.

Ist dieser Wert sehr hoch ($>10\%$), so deutet dies auf eine schlechte Oberflächenqualität der Probe (Rauigkeit, Schicht). Von den drei in Abbildung 5-12 dargestellten Proben trifft dies auf die

Kupferprobe zu. Wenn der Hertzsche Fitparameter eine geringe Streuung aufweist, charakterisiert die relative Streuung der Pop-In-Kraft die Variationen bei der homogenen Versetzungsgeneration. Ursächlich dafür könnten die Fluktuationen aufgrund des thermisch aktivierten Nukleationsprozesses und die Wechselwirkungen mit Inhomogenitäten, wie zum Beispiel mit benachbarten Versetzungen, sein. Da mit zunehmender Indenterverrundung größere Volumenbereiche in den Nukleationsprozess involviert sind, ist eine Zunahme der relativen Streuung der Pop-In-Kraft, wie sie die Kupfer- und Galliumarsenidprobe zeigen, begründbar. Bei der Wolframprobe ist die relative Streuung der Pop-In-Kraft schon bei kleinen Verrundungsradien relativ hoch und zeigt bei zunehmenden Radien keinen durchgängigen Aufwärtstrend. Für die absolute Streuung bedeutet dies dennoch eine starke Zunahme. Eingehender wird die Radiusabhängigkeit im nächsten Kapitel behandelt. An dieser Stelle bleibt vorerst festzuhalten, daß die Streuung der elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verläufe Hinweise auf die Oberflächenqualität der Probe gibt und bei zu großer Streuung ($\Delta A_H/A_H > 10\%$) die gewonnenen Ergebnisse unter Vorbehalt zu beurteilen sind. Die Streuung des Einsatzpunktes des Pop-In-Effektes deutet auf fluktuierende Anteile im Nukleationsmechanismus und ist material-, versetzungs-dichten- und radiusabhängig.

5.7.2 Pop-In-Effekt bei Heteroschichtsystemen

Die Beeinflussung des Spannungsfeldes durch dünne Oberflächenfilme auf den Proben wurde bisher ausschließlich als mögliche Fehlerquelle diskutiert. Wenn die „Pop-In-aktive“ Probe aber selbst in Form einer dünnen Schicht vorliegt, stellt sich die Frage, ab welcher Schichtdicke der Substrateinfluß vernachlässigbar wird bzw. ob und wie der Pop-In-Effekt beeinflusst wird. Zu dieser Problematik konnte im Rahmen einer Zusammenarbeit innerhalb des Graduiertenkollegs 415 (speziell Herr U. Hilpert, Arbeitsgruppe Halbleiterkristalleigenschaften am Fachbereich Physik der Martin-Luther-Universität Halle) eine Schichtdickenserie molekularstrahlepitaktisch erzeugter Zinkselenidschichten (hergestellt an der Julius-Maximilians-Universität Würzburg in der Arbeitsgruppe von Dr. A. Waag) untersucht werden. Durch das pseudomorphe Aufwachsen von Zinkselenid auf einem Galliumarsenid (100)-



Wafers ergibt sich aufgrund der unterschiedlichen Gitterkonstanten (Unterschied rund 0,3%) zunächst eine kompressive Verspannung. Ab einer Schicht-

dicke von etwa 150nm wird diese Verspannung durch den Einbau von α -Versetzungen und ab einer Dicke von rund 300nm auch durch den Einbau von β -Versetzungen sukzessiv abgebaut [52, 53]. Daher bestand zunächst die Frage, ob diese schichtdickenabhängige Verspannung und/oder die unterschiedlichen Versetzungsdichten im Erscheinungsbild des Pop-In-Effektes nachweisbar waren. Es zeigte sich auch ein deutlicher Trend in Form eines späteren Einsetzens des Pop-In-Effektes bei dickeren Schichten. Die Auswertung dieser Ergebnisse anhand der Theorie des Hertzschen Kontaktes (zur Auswertung siehe nächstes Kapitel) ergab somit eine Zunahme der zum Pop-In-Sprung gehörenden maximalen Schubspannung (Trescaspannung), wie die in Abbildung 5-13 als offene Quadrate dargestellten Werte zeigen. Der für die Hertzsche Lösung vorausgesetzten Bedingung, die Probe als unendlich ausgedehnten Halbraum anzusehen, werden dünne Schichten jedoch nicht gerecht. Vielmehr muß beachtet werden, daß das Substrat, wenn seine elastischen Eigenschaften deutlich von denen der Schicht abweichen, das Spannungsfeld im Vergleich zur Hertzschen Lösung „deformiert“. In dem untersuchten Schicht-Substrat-System ist das Substrat elastisch viel steifer als die Schicht. Qualitativ ist demnach zu erwarten, daß sich das Spannungsfeld nicht ungestört von der Schicht in das Substrat fortsetzen kann. Das elastisch steifere Substrat „reflektiert“ sozusagen die mechanischen Spannungen, so daß im Vergleich zur Hertzschen Lösung bei dünneren Schichten höhere Spannungen bei gleichem Kontaktdruck aufgebaut werden. Die quantitative Berücksichtigung des Substrateinflusses wurde durch die Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Th. Chudoba (Technische Universität Chemnitz, Institute für Physik) möglich. Mittels der in dieser Arbeitsgruppe gefundenen analytischen Lösung für elastische Kugeleindruckexperimente an Schichtsystemen [58] wurden die wirksamen Trescaspannungen für die eigenen Experimente berechnet. Die so gewonnenen Ergebnisse sind in Abbildung 5-13 als geschlossene Quadrate eingetragen. Diese Werte zeigen keine signifikante Schichtdickenabhängigkeit, und es kann geschlußfolgert werden, daß für die Untersuchungen an den Zinkselenidschichten zwar Unterschiede im Pop-In-Effekt gefunden wurden. Diese lassen sich jedoch durch den Substrateinfluß auf das Spannungsfeld erklären, und die zum Pop-In-Effekt gehörenden Trescaspannungen sind im Rahmen der Streuungen nicht sensitiv gegenüber den geringen Verspannungen der Schicht und den unterschiedlichen Versetzungsdichten. Mit diesem Ergebnis läßt sich außerdem widerlegen, daß mit Erreichen der kritischen Schichtdicke so hohe Spannungen in der Schicht vorliegen, daß sich Versetzungen allein aufgrund dieser Spannungen bilden. Wenn dies nämlich der Fall wäre, würden bei Indentierung nur sehr geringe äußere Spannungen aufgeprägt werden müssen, um die Versetzungsbildung auszulösen. Die Versuche zeigten aber, daß unabhängig von der Schichtdicke immer gleich hohe Trescaspannungen durch die Indentierung aufgebracht werden müssen.

5.7.3 Einfluß von Punktdefekten auf den Pop-In-Effekt

Im Rahmen dieser Arbeit wurden hauptsächlich punktdefektarme Kristalle (hochreine Metalle und Ionenkristalle sowie undotierte Halbleiterproben) untersucht. Nur im Falle von Galliumarsenid standen neben der undotierten Probe noch siliziumdotierte Proben mit Defektkonzentrationen von rund $1,5 \cdot 10^{18} \text{cm}^{-3}$ und $5 \cdot 10^{18} \text{cm}^{-3}$ (Herstellerangaben) zur Verfügung.

Abbildung 5-14 zeigt, daß bei den Messungen an diesen Proben keine Beeinflussung des Pop-In-Einsatzpunktes durch die Dotierung gefunden wurde. Auch die anderen Parameter des Pop-In-Effektes zeigten keine signifikanten Variationen, und sogar die Härtewerte, welche die elastisch-plastische Deformation bei größeren Kräften bzw. Eindringtiefen charakterisieren, zeigten keine signifikante Abhängigkeit von der vorliegenden Dotierung.

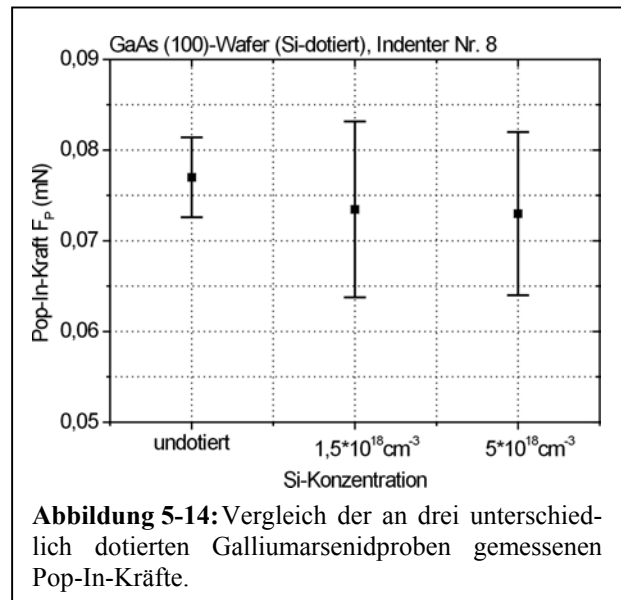


Abbildung 5-14: Vergleich der an drei unterschiedlich dotierten Galliumarsenidproben gemessenen Pop-In-Kräfte.

Eine Beeinflussung der homogenen Versetzungsnukleation bei Galliumarsenid konnte innerhalb der angestellten Untersuchungen somit nicht gefunden werden. Sie ist aber für viel höhere Dotierungen nicht auszuschließen, und weiterführende Untersuchungen könnten hierbei neue Einblicke ermöglichen, zumal auch in der Literatur bisher keine Überlegungen zu einer Beeinflussung der homogenen Versetzungsgeneration durch Punktdefekte zu finden sind.

6 Auswertung und Interpretation

Im vorangehenden Kapitel wurden anhand von Einzelbeispielen die wichtigsten charakteristischen Eigenschaften des Pop-In-Effektes präsentiert. Es wurde auch herausgearbeitet, wie sich diese Charakteristiken in das Bild der homogenen Versetzungsgeneration einfügen bzw. warum diese Interpretation zu favorisieren ist. In diesem Kapitel sollen daran anknüpfend die Auswertungen aller Meßdaten im Hinblick auf die maximal im Material erreichbaren Schubspannungen (siehe Kapitel 2) vorgestellt und diese Spannungen mit den theoretischen Vorhersagen zur homogenen Versetzungsgeneration (siehe Kapitel 3) verglichen werden. Dazu wird zunächst aus der rein elastischen Belastung anhand der Hertzschen Kontakttheorie der mittlere Kontaktdruck am Punkt des Einsetzens des Pop-In-Sprunges berechnet und daraus auf die zur homogenen Versetzungsgeneration notwendige Schubspannung geschlossen. Außerdem wird eine Interpretation der Skalenabhängigkeit des Pop-In-Effektes gegeben und begründet, warum dieser Effekt erst mit Einführung der Nanoindentierung entdeckt wurde. Als weitere Punkte sollen die Vorgänge während des Pop-In-Sprunges und die Einordnung dieses Effektes in die Problematik der lastabhängigen Härte diskutiert werden. Zum Ende dieses Kapitels werden weiterführende Modellierungen und Untersuchungen sowie Anwendungsideen für den Pop-In-Effekt erörtert.

6.1 Auswertung des rein elastischen Kontaktes vor dem Pop-In-Sprung

Vor dem Einsetzen des Pop-In-Effektes wird das Material bei Indentierung rein elastisch verformt. Damit eröffnet sich die Möglichkeit, den Kraft-Eindringtiefen-Verlauf anhand der Theorie, die in Kapitel 2 abgeleitet wurde, zu beschreiben. Voraussetzung dafür sind jedoch die mit dieser Lösung verbundenen Näherungen der Materialisotropie und Axial-

symmetrie des Spannungsfeldes sowie die Einschränkungen bezüglich der Indenterform. Für axialsymmetrische Indentergeometrien mit einer Potenzfunktion als einhüllender Funktion läßt sich ein potenzfunktionsförmiger Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhang analytisch ableiten. Eine analytische Lösungsdarstellung des kompletten Spannungszustandes mit elementaren Funktionen ist für Indenterfunktionen mit ganzzahligen Exponenten möglich (siehe Anhang). Für verrundete Indenterspitzen bietet sich dabei besonders die Indenterfunktion mit Exponent zwei an, welche als parabolische Näherung für die Kugelform anzusehen ist. Bei der Auswertung der Meßergebnisse soll daher zunächst geprüft werden, ob die Kraft-Eindringtiefen-Verläufe dem aus der Kugelform folgenden $F \sim h^{1,5}$ -Zusammenhang gehorchen; der elastische Kontakt also als Hertzscher Kontakt angesehen werden kann.

6.1.1 Exponenten der potenzfunktionsförmigen Kraft-Eindringtiefen-Verläufe

In Abschnitt 2.3 wurde gezeigt, daß anhand der Sneddon-Lösung des elastischen Kontaktproblems aus einer axialsymmetrischen Indenterform mit potenzfunktionsförmiger Einhüllfunktion (Gleichung (2-43)) ein ebenfalls potenzfunktionsförmiger, elastischer Kraft-Eindringtiefen-Verlauf (Gleichung (2-46)) resultiert.

Zu dem Exponenten des Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhanges n gehört dabei der Exponent der Indenterfunktion $m=1/(n-1)$. Für einen Wert von $n=1,5$ folgt somit eine Parabel als Indenterfunktion, welche die erste Näherung eines kugelförmigen Indenters darstellt. Für Werte $n>1,5$ ist der Indenter dann „spitzer“ ($n=2$ entspricht kegelförmigem Indenter) und für Werte $n<1,5$ „stumpfer“ ($n=1$ entspricht zylinderförmigem Stempel) als eine Kugel.

Der Vorfaktor des Potenzgesetzes des Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhanges beinhaltet sowohl die elastischen Materialeigenschaften als auch den Vorfaktor und den Exponenten der Indenterfunktion (Gleichung (2-46)). Als materialunabhängiger Test, ob sich die experimentellen Ergebnisse gut mit der Hertzschen Kontakttheorie ($n=1,5$) beschreiben lassen, bietet sich somit eine Regression einer Potenzfunktion an die Kraft-Eindringtiefen-Meßwerte und eine anschließende Diskussion der damit bestimmten Fitexponenten n an. Es sei an dieser Stelle betont, daß die nichtlineare Regression einer Potenzfunktion allgemein eine sehr gute Anpassung an die experimentellen Meßverläufe ergibt. Fitfunktionen mit mehr als zwei Parametern wären somit „übertrieben“. Eine zweiparametrische Potenzreihe $y=a \cdot x + b \cdot x^2$ analog dem Bernhardt-Ansatz [60] für den elastisch-plastischen Kraft-Eindringtiefen-Verlauf liefert schlechtere Übereinstimmungen als eine zweiparametrische Potenzfunktion. Abbildung 6-1 zeigt eine Übersicht über die aus den Regressionen gewonnenen Exponenten für alle untersuchten Materialien und die jeweils verwendeten Indenter. Wie schon in Kapitel 5 erwähnt, konnten wegen der zeitlichen Verfügbarkeit nicht alle Proben mit allen Indentern untersucht werden. Abbildung 6-1 gibt somit auch einen Überblick, an welcher Probe mit welchen Indentern gemessen wurde. Die Ergebnisse in Abbildung 6-1 zeigen zunächst, daß bei den meisten Messungen der Kraft-Ein-

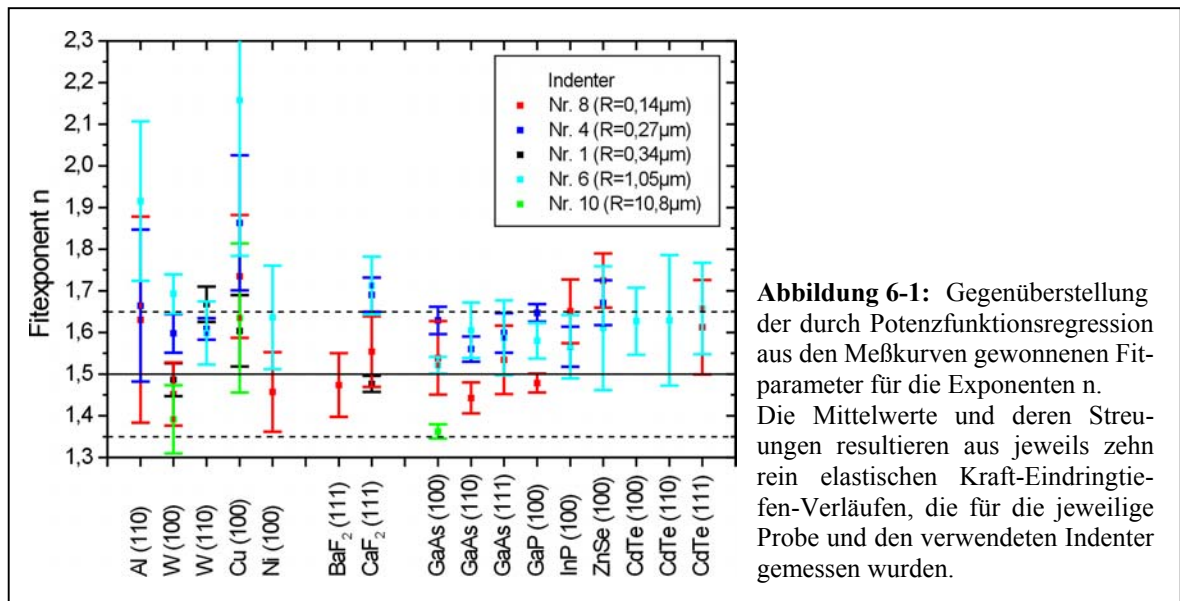


Abbildung 6-1: Gegenüberstellung der durch Potenzfunktionsregression aus den Meßkurven gewonnenen Fitparameter für die Exponenten n . Die Mittelwerte und deren Streuungen resultieren aus jeweils zehn rein elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verläufen, die für die jeweilige Probe und den verwendeten Indenter gemessen wurden.

dringtiefen-Verlauf dem Hertzschen $F \sim h^{1,5}$ -Verhalten nahe kommt. Das heißt, der bestimmte Fitexponent n (die Fehlerbalken zeigen die Streuung der jeweils durchgeführten zehn Messungen um den Mittelwert) liegt meist im Bereich $1,5 \pm 0,15$ (dieser Bereich ist in Abbildung 6-1 durch die waagerechten Linien markiert). Teilweise starke Abweichungen sowie sehr große Streuungen zeigen die Fitexponenten der Aluminium- und Kupferprobe. Diese Proben wiesen eine ungenügende Oberflächenqualität (Oxidschicht, Einschlüsse, im Vergleich zu anderen Proben höhere Versetzungsdichte) auf, die bei den geringen Lasten zu derart hohen Streuungen führten. Auch wenn in den folgenden Abschnitten weitere Ergebnisse für diese Proben angegeben werden, so sind diese unter Vorbehalt zu interpretieren.

Die Unterschiede der Fitexponenten zwischen den einzelnen Proben bei Verwendung desselben Indenters könnten neben einer Folge unterschiedlicher Oberflächenbeschaffenheit auch ein Ausdruck der von der Theorie nicht berücksichtigten Materialanisotropie sowie der nichtaxialsymmetrisch-potenzgesetzförmigen Indenterform sein. Der Kraft-Eindringtiefen-Verlauf mittelt jedoch über diese Einflüsse und kann daher über den dreidimensionalen, anisotropen und mit dem Abstand zum Kontaktzentrum abklingenden Spannungszustand zu wenig Informationen liefern, um eine genauere Quantifizierung vorzunehmen. Nur bei Kenntnis der Einflußparameter (z.B. Schichtdicke und elastische Schichteigenschaften, genauere Indenterform) kann durch aufwendige numerische Berechnungen (dreidimensionale FEM-Rechnungen) der Kraft-Eindringtiefen-Verlauf simuliert und dann mit dem Experiment verglichen werden.

Da nur ein schwacher Trend bei Indenter Nummer 6 und Indenter Nummer 10 hinsichtlich einer Indenterabhängigkeit des Fitexponenten n festzustellen ist (Indenter Nummer 6 ist etwas „spitzer“ und Indenter Nummer 10 etwas „stumpfer“ als eine Kugel), würde eine theoretische Einbindung der Abweichungen zum Hertzschen $F \sim h^{1,5}$ -Verhalten mittels einer allgemeineren, potenzfunktionsförmigen Indenterform eher proben- als indenterabhängig

erfolgen. Für die verwendeten Indenter ist die vereinfachte Beschreibung mittels der einparametrischen Hertzschen Lösung zur Auswertung der Meßergebnisse somit als ausreichende Näherung zu betrachten, auch wenn eine zweiparametrische Regression eine prinzipiell bessere Anpassung an die Meßwerte liefert.

6.1.2 Auswertung nach der Hertzschen Lösung

Eine Auswertung nach der Hertzschen Lösung bedeutet, daß aus dem elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verlauf vor dem Einsetzen des Pop-In-Effektes durch eine lineare Regression der Wertepaare F und $h^{1,5}$ der Vorfaktor A_H des einparametrischen Zusammenhanges $F=A_H \cdot h^{1,5}$ bestimmt wurde. Der so gewonnene Vorfaktor beinhaltet entsprechend der Hertzschen Lösung die Indentergeometrie in Form des Verrundungsradius R und die elastischen Eigenschaften der Probe und des Indenters, zum Beispiel ausgedrückt durch die Elastizitätsmoduln E_P bzw. E_i und Querkontraktionszahlen ν_P bzw. ν_i (siehe Tabelle 2-1 und Gleichung (2-52), Diamantindenter: $E_i=1140\text{GPa}$, $\nu_i=0,07$).

$$A_H = \frac{4}{3} \cdot \left(\frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_P^2}{E_P} \right)^{-1} \cdot \sqrt{R} \quad (6-1)$$

Somit besteht die Möglichkeit, bei Vorgabe der elastischen Materialparameter den Verrundungsradius des Indenters zu bestimmen oder bei Kenntnis des Radius und einer elastischen Konstante die andere elastische Konstante zu berechnen. Im letzteren Fall wird dabei fast immer der Elastizitätsmodul aus dem Radius und der Querkontraktionszahl bestimmt. Falls diese nicht bekannt ist, läßt sich mit einem Näherungswert von $\nu=0,25$ arbeiten. Abbildung 6-2 zeigt die Ergebnisse für die Elastizitätsmoduln der untersuchten Proben, die aus den Vorfaktoren A_H über die Vorgabe der Indenterradien (AFM-Messungen, siehe Tabelle 4-1) ermittelt wurden. Die so bestimmten Elastizitätsmoduln E_{Mess} wurden dabei jeweils auf die Literaturwerte der mittleren Hillschen Elastizitätsmoduln E_{Hill} (siehe Tabelle 2-2) bezogen, um eine bessere Vergleichbarkeit zu diesen Werten und der

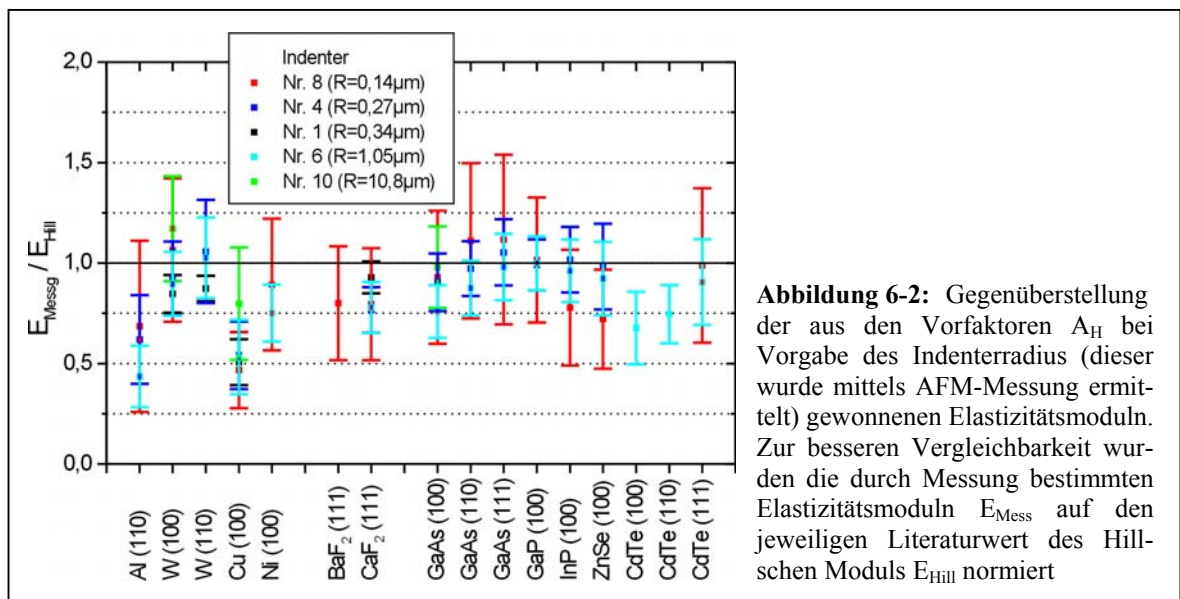


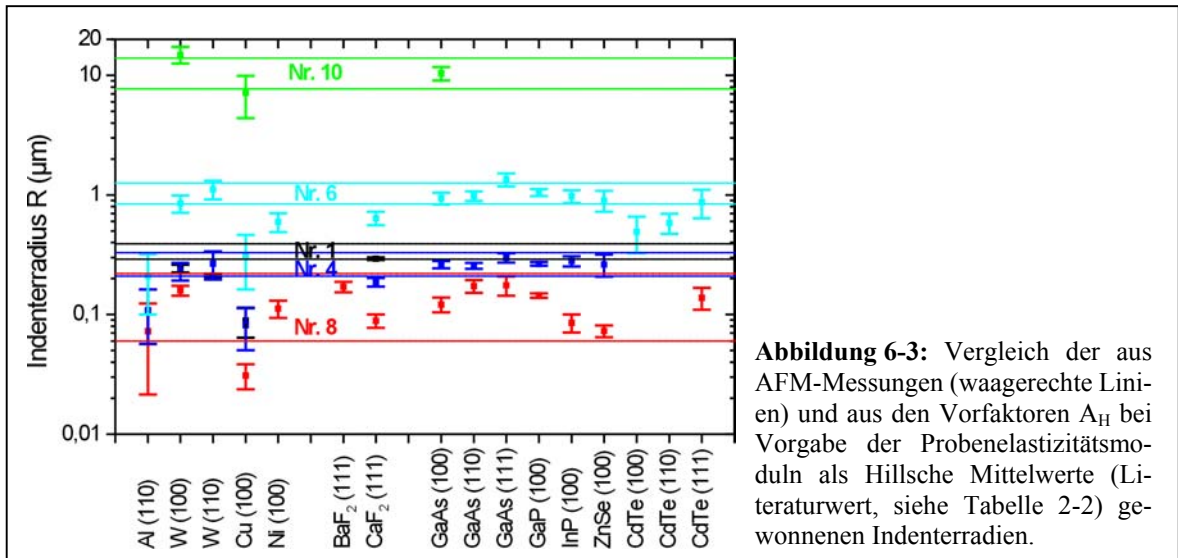
Abbildung 6-2: Gegenüberstellung der aus den Vorfaktoren A_H bei Vorgabe des Indenterradius (dieser wurde mittels AFM-Messung ermittelt) gewonnenen Elastizitätsmoduln. Zur besseren Vergleichbarkeit wurden die durch Messung bestimmten Elastizitätsmoduln E_{Mess} auf den jeweiligen Literaturwert des Hillschen Moduls E_{Hill} normiert

Proben untereinander zu ermöglichen. Die angegebenen Fehlerbalken resultieren aus den Streuungen der jeweils zehn durchgeführten Messungen und den Streuungen der aus den AFM-Messungen bestimmten Indenterradien.

Gute Übereinstimmungen mit den Literaturwerten wurden für die untersuchten Halbleiter erhalten. Wie schon in Abschnitt 5.6 diskutiert, treten zwar Abweichungen zum mittleren Hillschen Modul auf. Ein Vergleich mit den Richtungselastizitätsmoduln würde aber noch stärkere Unterschiede ergeben. Gute Übereinstimmungen wurden auch an den beiden Wolframproben erhalten. Die recht starken Abweichungen der bestimmten Elastizitätsmoduln für die Kupfer- und Aluminiumprobe waren schon wegen der starken Unterschiede zum Hertzchen Kraft-Eindringtiefen-Verlauf (Fitexponent n deutlich größer als 1,5) zu erwarten.

Aus dem Kraft-Eindringtiefen-Verlauf vor dem Pop-In-Effekt läßt sich demnach bei Kenntnis des Verrundungsradius des Indenters ein guter Näherungswert für den Elastizitätsmodul der Probe bestimmen. Im Vergleich zu anderen Verfahren wie zum Beispiel Ultraschallgeschwindigkeitsmessung, Laserakustik-Methode oder Auswertung der Entlastungskurve (siehe Abschnitt 6.5.3) sind die Ungenauigkeiten bei dieser Methode relativ groß. Ein Hauptproblem der Hertzchen Beschreibung ist dabei die Geometrie der Indenterspitze. Sowohl die Approximation der Kugelform als auch die durch die Vermessung der Spitze verursachten Toleranzen bedingen die starke Streuung der bestimmten Elastizitätsmoduln.

Da der Verrundungsradius ebenfalls aus dem Vorfaktor A_H bestimmbar ist, stellt sich die Frage, ob anhand von Messungen an Standardproben, deren Elastizitätsmodul bekannt ist, eine genauere Ermittlung des effektiven Verrundungsradius als aus der direkten Spitzenvermessung (z.B. durch AFM-Messung) möglich ist. Die Betonung liegt hierbei auf „effektiv“. Das heißt, im Unterschied zur AFM-Messung wird nicht ein geometriebezogener mittlerer Radius, sondern ein das effektive Spannungsfeld charakterisierender Radius bestimmt. Die realen Abweichungen der Indenterspitze von der idealisierten Kugelform werden somit anders gewichtet. Als Standardproben kämen elastisch isotrope Materialien mit guter Oberflächenqualität (geringe Rauigkeit, keine Oberflächenbeschichtung) in Frage. Die sich anbietenden Gläser zeigen nicht den abrupten Übergang vom rein elastischen zum elastisch-plastischen Verhalten in Form des Pop-In-Effektes, und die meisten Kristalle sind elastisch anisotrop. Neben dem elastisch isotropen Wolfram entsprechen von den untersuchten Proben nur noch Aluminium und Bariumfluorid näherungsweise der Isotropieforderung (siehe Anisotropiefaktoren in Tabelle 2-2). Nach Abbildung 6-1 zeigt jedoch Aluminium ein ungenügendes Hertzches Kraft-Eindringtiefen-Verhalten. Somit sind unter den in Abbildung 6-3 dargestellten Ergebnissen für die aus den Vorfaktoren A_H ermittelten Indenterradien besonders die Werte für Wolfram und Bariumfluorid zu beachten. Es zeigen sich teilweise Abweichungen innerhalb der Fehlergrenzen zu den mittels AFM-Messung bestimmten Mittelwerten der Radien. Speziell bei Indenter Nr. 8



($R=0,14\mu\text{m} \pm 0,08\mu\text{m}$), mit dem an Bariumfluorid und Wolfram (100) gemessen wurde, ergab sich für beide Proben in sehr guter Übereinstimmung ein Indenterradius von $0,165\mu\text{m} \pm 0,017\mu\text{m}$, der im Vergleich zur stark streuenden AFM-Messung eine viel geringere Schwankung besitzt. Ähnlich gute Übereinstimmungen der Radien aus AFM-Messung und Indentierung ergaben sich wiederum für die Halbleitermaterialien (außer CdTe (100) und (110)). Prinzipiell läßt sich anhand der elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verläufe ein Wert für den Indenterradius gewinnen, der gute Übereinstimmung mit dem mittels AFM vermessenen Radius zeigt. Eine Kalibrierung der Indenterverrundung über kristalline Standardproben unter Ausnutzung des Hertzschen Kraft-Eindringtiefen-Verlaufs stellt somit eine gute Alternative zur direkten Vermessung der Indenterspitze dar. Eine ähnliche Kalibrierung der Indenterflächenfunktion über die elastisch-plastische Kennlinie von Standardproben [1] ist bereits etabliert; unterliegt allerdings der Schwierigkeit, daß die theoretischen Modelle zur elastisch-plastischen Indentierung wesentlich komplizierter sind und neben den elastischen auch die plastischen Materialparameter bekannt sein müssen. Das heißt, ausgehend von der Lösung des elastischen Kontaktes (elastische Kontaktsteifigkeit, siehe Gleichung (2-42)) wird über Korrekturparameter, die aus experimentellen Messungen oder FEM-Simulationen gewonnen werden, der elastisch-plastische Kontakt beschrieben.

6.2 Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes

Nachdem das rein elastische Kraft-Eindringtiefen-Verhalten vor dem Pop-In-Effekt im Rahmen der Hertzischen Kontakttheorie beschrieben und die damit verbundenen Unsicherheiten diskutiert wurden, wird nunmehr das Ende dieser elastischen Belastung, also der Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes, betrachtet. Während des Belastungsvorganges steigen im Material die mechanischen Spannungen, bis bei einem kritischen Wert der sprunghafte Übergang von der elastischen zur elastisch-plastischen Verformung einsetzt. Im folgenden sollen diese kritischen Spannungen anhand der Meßkurven bestimmt und interpretiert werden.

6.2.1 Der mittlere Kontaktdruck zu Beginn des Pop-In-Sprunges

Beim elastischen Eindringen von nicht ideal spitzen Indentern in die Probe nehmen der Kontaktdruck und die im Material wirksamen Spannungen mit der Kraft bzw. Eindringtiefe zu. Für kugelförmige Indenter erhöht sich zum Beispiel der mittlere Kontaktdruck p_m mit der Wurzel der Gesamteindringtiefe h bzw. der kontaktgebenden Eindringtiefe $h_c = 1/2 \cdot h$ (E^* : effektiver Elastizitätsmodul, siehe Gleichung (2-52), R : Kugelradius).

$$p_m = \frac{4}{3} \cdot E^* \cdot \frac{1}{\pi \cdot \sqrt{R}} \cdot \sqrt{h} \quad (6-2)$$

Alle anderen Spannungen unter dem Kugeleindruck sind direkt proportional zu diesem mittleren Kontaktdruck. Somit steigen die mechanischen Spannungen, speziell die maximale Schubspannung im Materialinneren, bis zu einem kritischen Wert, bei dem der Übergang von rein elastischer zu elastisch-plastischer Verformung in Form des Pop-In-Effektes einsetzt. Das heißt, am Einsatzpunkt des Pop-In-Sprunges herrscht der maximal erreichbare mittlere Kontaktdruck. Die nachfolgende Plastifizierung führt zu einer Erniedrigung des Materialwiderstandes gegen das Eindringen des Indenters, und folglich stellt sich ein härtespezifischer mittlerer Kontaktdruck ein, der geringer als der Druck zu Beginn des Pop-In-Sprunges ist und im allgemeinen konstant bleibt oder sogar mit zunehmender Eindringtiefe abnimmt (indentation size effect ISE, siehe Abschnitt 6.5.2). Dieser maximal erreichbare Kontaktdruck stellt somit eine Materialkenngröße dar, die den Schwellwert für die homogene Versetzungsgeneration charakterisiert.

Abbildung 6-4 zeigt diese beim Einsetzen des Pop-In-Effektes herrschenden mittleren Kontaktdrücke für die untersuchten Proben und die jeweils verwendeten Indenter. Zur Berechnung der Drücke wurden in Gleichung (6-2) die Hillschen Elastizitätsmoduln, die mittels AFM-Messung ermittelten Indenteradien und die Eindringtiefen, bei denen die elastische Belastung endete bzw. der Pop-In-Effekt einsetzte, verwendet. Die Fehlerbalken resultieren somit aus den Streuungen der Radien und denen der jeweils 10 gemessenen Eindringtiefen. Durch entsprechende Substitutionen in Gleichung (6-2) ließe sich der mittlere Kontaktdruck auch über andere Kombinationen wie zum Beispiel Pop-In-Kraft,

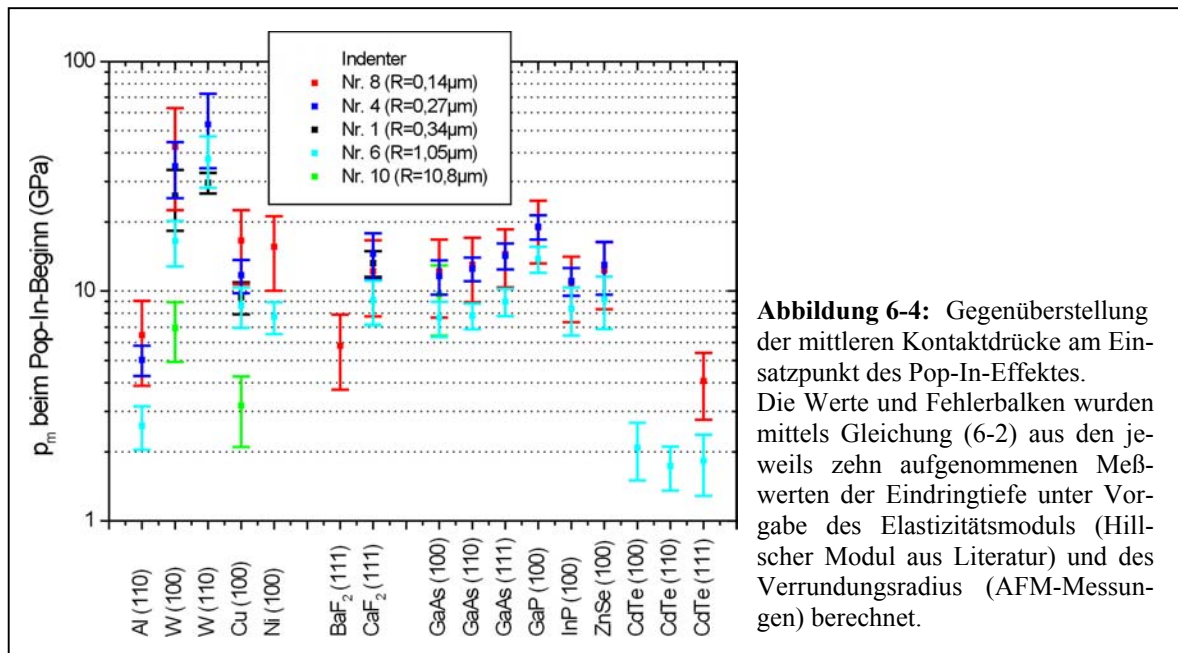


Abbildung 6-4: Gegenüberstellung der mittleren Kontaktdrücke am Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes. Die Werte und Fehlerbalken wurden mittels Gleichung (6-2) aus den jeweils zehn aufgenommenen Meßwerten der Eindringtiefe unter Vorgabe des Elastizitätsmoduls (Hillscher Modul aus Literatur) und des Verrundungsradius (AFM-Messungen) berechnet.

Vorfaktor A_H und Elastizitätsmodul berechnen. In jedem Fall muß aber entweder der Elastizitätsmodul oder der Verrundungsradius bekannt sein. Eine Berechnung des mittleren Kontaktdruckes nur aus dem Kraft-Eindringtiefen-Verlauf ist nicht möglich. Die Kombination von Gleichung (6-2) wurde gewählt, da so keine der beiden Größen Radius oder Elastizitätsmodul bevorzugt bzw. betont werden. Die erhaltenen Drücke bei Verwendung der anderen Kombinationen zeigen allgemein keine signifikanten Abweichungen zu den in Abbildung 6-4 dargestellten Werten. Jedoch sind die Fehlerbreiten bei einigen Proben bedeutend größer.

Bevor aus den maximal erreichten mittleren Kontaktdrücken die maximal wirksamen Schubspannungen (Trescaspannungen), die den kritischen Schwellwert für die homogene Versetzungsgeneration darstellen, berechnet werden, sollen vorerst die Ergebnisse aus Abbildung 6-4 diskutiert werden.

Zunächst ist zu erkennen, daß die mit verschiedenen verrundeten Indentern erreichten mittleren Kontaktdrücke zum Teil deutliche Unterschiede aufweisen. Nach der Hypothese einer homogenen Versetzungsgeneration bei einem nur materialspezifischen, kritischen Schubspannungswert dürften hingegen nur Unterschiede zwischen den einzelnen Proben und Probenorientierungen zu erwarten sein. Die Werte der mittleren Kontaktdrücke in Abbildung 6-4 zeigen aber einen deutlichen Trend zu einer Abnahme bei zunehmendem Verrundungsradius. Die sehr extremen Abweichungen bei den Messungen an Kupfer und Aluminium könnten dabei auch auf die Probenqualität zurückzuführen sein, wie schon in den vorangehenden Abschnitten zu sehen war. Der viel niedriger liegende Wert des mittleren Kontaktdruckes bei der (100)-Wolframprobe bei der Messung mit Indenter Nummer 10 im Vergleich zu den Messungen mit den anderen Indentern könnte darin begründet sein, daß aufgrund des größeren Verrundungsradius und des somit einbezogenen größeren Beanspruchungsgebietes die schon im Material vorhandenen Versetzungen den

Belastungsvorgang beeinflusst haben könnten. Nur bei der im Vergleich zu den anderen Proben sehr versetzungsarmen (100)-Galliumarsenidprobe scheint die Indentierung mit Indenter Nummer 10 noch relativ ungestört von den im Material vorhandenen Versetzungen verlaufen zu sein, und der erreichte mittlere Kontaktdruck liegt im Wertebereich der Messungen mit den anderen Indentern.

Zusammenfassend bleibt festzuhalten, daß der erreichbare mittlere Kontaktdruck mit zunehmender Indenterverrundung unterproportional abnimmt. Das bedeutet, daß der Pop-In-Effekt eine nicht unmittelbar einzusehende Skalenabhängigkeit zeigt.

6.3 Reproduzierbarkeit und Skalenabhängigkeit des Pop-In-Effektes

An dieser Stelle soll diskutiert werden, inwiefern der Pop-In-Effekt von dem Verrundungsradius des verwendeten Indenters und den damit verbundenen Kraft- und Eindringtiefen-Änderungen abhängt. Dabei stellt sich speziell die Frage nach einer Größen- bzw. Skalenabhängigkeit des Auftretens dieses Effektes und der statistischen Variation der charakteristischen Meßgrößen bei dem Übergang von der Nano- über die Mikro- bis hin zur Makrohärtemessung. Mit einem größeren Verrundungsradius werden entsprechende Kontaktdrücke erst bei größeren Kräften und Eindringtiefen erreicht, und die Lokalisierung der mechanischen Beanspruchung, also die Ausdehnung des Spannungsfeldes, nimmt ab. Damit ändern sich zum Beispiel die anteilige Einflußnahme durch Oberflächenfilme auf den Proben und schon im Material vorhandene Versetzungen.

6.3.1 Abhängigkeit von der Versetzungsdichte

Wie in Abschnitt 5.3 herausgearbeitet, ist das Auftreten des Pop-In-Effektes an die lokale Versetzungsfreiheit des Kontaktgebietes gebunden. Als Näherungswert für die Größenordnung dieses Gebietes kann die aus der Hertzschen Theorie folgende Kontaktfläche ($A = \pi \cdot a^2 \approx \pi \cdot R \cdot h$) herangezogen werden, da sich das Spannungsfeld in diesem Bereich konzentriert (siehe Abbildung 2-2). Wird diese Kontaktfläche mit der Versetzungsdichte ρ_{Vers} der Probe multipliziert, ergibt sich daraus die Anzahl von Versetzungen N_{Treff} , die bis zum Einsetzen des Pop-In-Effektes im Einzugsbereich des Spannungsfeldes angetroffen wird.

$$N_{\text{Treff}} = \rho_{\text{Vers}} \cdot \pi \cdot R \cdot h_p \quad (6-3)$$

$N_{\text{Treff}} \leq 1$ entspricht dabei einer Art Wahrscheinlichkeit, noch vor dem Pop-In-Effekt eine Versetzung zu treffen. Für Werte $N_{\text{Treff}} \ll 1$ ist somit das Auftreten des Pop-In-Effektes sehr wahrscheinlich. Für $N_{\text{Treff}} \gg 1$ ist das Auftreten des Pop-In-Effektes hingegen sehr

unwahrscheinlich, da schon vor Erreichen des Schwellwertes zur homogenen Versetzungsgeneration Versetzungen aktiviert werden können.

Mittels der materialspezifischen Bedingung zur homogenen Versetzungsnukleation ($\tau_{Tresca} = \tau_{krit} \approx G/9$) und dem Hertzischen Spannungsfeld (Gleichungen (2-61) und (6-2)) läßt sich ein Zusammenhang zwischen der Pop-In-Eindringtiefe h_p und dem Indenterradius R gewinnen.

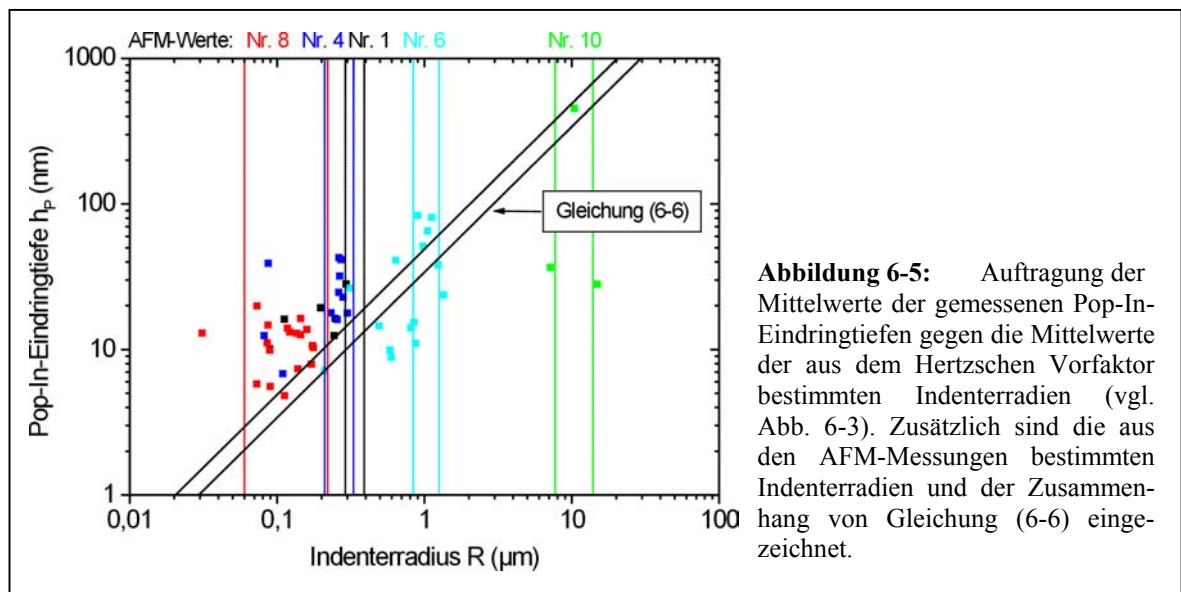
$$\tau_{Tresca} = p_m \cdot (0,52 - 0,24 \cdot \nu) \approx \frac{G}{9} \Rightarrow \frac{G}{9} \approx \frac{4}{3\pi} \frac{E}{(1-\nu^2)} \sqrt{\frac{h_p}{R}} \cdot (0,52 - 0,24 \cdot \nu) \quad (6-4)$$

$$\text{mit } 2G = \frac{E}{1+\nu} \Rightarrow \sqrt{R} \approx 24 \frac{(0,52 - 0,24 \cdot \nu)}{(1-\nu)} \frac{\sqrt{h_p}}{\pi} \quad (6-5)$$

Vernachlässigt wurde in Gleichung (6-4), daß eigentlich der effektive Elastizitätsmodul (siehe Gleichung (2-52)) aus Indenter- und Probenmoduln in den mittleren Kontaktdruck p_m einfließt. Speziell für Diamantindenter ist diese Korrektur im Vergleich zu den anderen Näherungen dieser Ableitung aber kaum relevant. Für den typischen Wertebereich der Querkontraktionszahlen $\nu=0,2...0,4$ folgt aus Gleichung (6-5) demnach eine grobe Abschätzung für die maximal erreichbare elastische Eindringtiefe in Abhängigkeit vom Indenterradius.

$$h_p \approx (0,034...0,049) \cdot R \quad (6-6)$$

Das bedeutet, kristalline, im Einzugsbereich des Spannungsfeldes versetzungsfreie Materialien können theoretisch nur bis zu dieser Eindringtiefe rein elastisch belastet werden, und der Pop-In-Effekt tritt materialunabhängig (!) immer bei etwa derselben nur vom Verundungsradius abhängigen Eindringtiefe (die Kräfte am Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes sind natürlich materialabhängig, da $F \sim E^* \cdot h^{1,5}$) auf. Diese Aussage ist natürlich nur unter Beachtung der isotropen Näherung und der angenommenen einheitlichen Elastizitätsgrenze von $G/9$ zu treffen. In den vorherigen Abschnitten wurde zum Beispiel gezeigt, daß aus der Orientierung der Gleitsysteme deutliche Unterschiede für die Pop-In-Kräfte und



-Eindringtiefern resultieren und der mittlere Kontaktdruck zum Hervorrufen des Pop-In-Effektes eine schwache (unterproportionale) Größenabhängigkeit zeigt. Außerdem ist zu beachten, daß der geometrische Übergang von der kugelförmigen Indenterspitze zu der drei- bzw. vierzähligen Pyramidenform (siehe Gleichung (2-71)) im Bereich des Pop-In-Überganges nach Gleichung (6-6) liegt. Somit zeigt der in Abbildung 6-5 gegebene Vergleich zwischen den experimentellen Ergebnissen (farbige Punkte in Abbildung 6-5) und der theoretischen h_p -R-Relation nach Gleichung (6-6) (Diagonalen in Abbildung 6-5) zum Teil deutliche Abweichungen (Nicht gemeint sind dabei die beiden „Ausreißer“ für Indenter Nummer 10, die in Abschnitt 6.2.1 begründet wurden.). Der prinzipielle Trend der Proportionalität zwischen Pop-In-Eindringtiefe und Indenterradius läßt sich aber bestätigen.

Somit kann Gleichung (6-6) als Abschätzung akzeptiert und in Gleichung (6-3) eingesetzt werden. Als grobe Näherung für die Anzahl der noch vor dem Einsetzen des Pop-In-Effektes im Einzugsbereich des Spannungsfeldes anzutreffenden Versetzung N_{Treff} ergibt sich dann (für die Querkontraktionszahl wurde als Mittelwert $\nu=0,25$ verwendet):

$$N_{\text{Treff}} \approx \frac{1}{8} \cdot \rho_{\text{Vers}} \cdot R^2 \quad \text{bzw.} \quad N_{\text{Treff}} \approx 80 \cdot \rho_{\text{Vers}} \cdot h_p^2 \quad (6-7).$$

Anhand dieser Gleichung läßt sich grob einschätzen, ob noch vor dem Erreichen des Pop-In-Effektes im Wirkungsbereich des Spannungsfeldes Versetzungen aktiviert werden können ($N_{\text{Treff}} \gg 1$) oder ob die ersten Versetzungen homogen nukleiert werden müssen ($N_{\text{Treff}} \ll 1$). Im letzteren Fall führt dies zur Ausprägung des Pop-In-Sprunges in der Kraft-Eindringtiefen-Meßkurve.

Abbildung 6-6 soll diese Aussage graphisch verdeutlichen. Bei der Auftragung von Gleichung (6-7) in ein zweidimensionales Schema Versetzungsdichte ρ_{Vers} gegenüber Indenterradius R ergeben sich Bereiche mit einer niedrigen bzw. hohen Wahrscheinlichkeit, eine oder mehrere schon vorhandene Versetzungen innerhalb des Spannungsfeldes vorzufinden. Die beiden eingezeichneten Diagonalen kennzeichnen den im Rahmen der theoretischen Abschätzung folgenden Übergangsbereich zwischen Auf- und Nichtauftreten des Pop-In-Effektes.

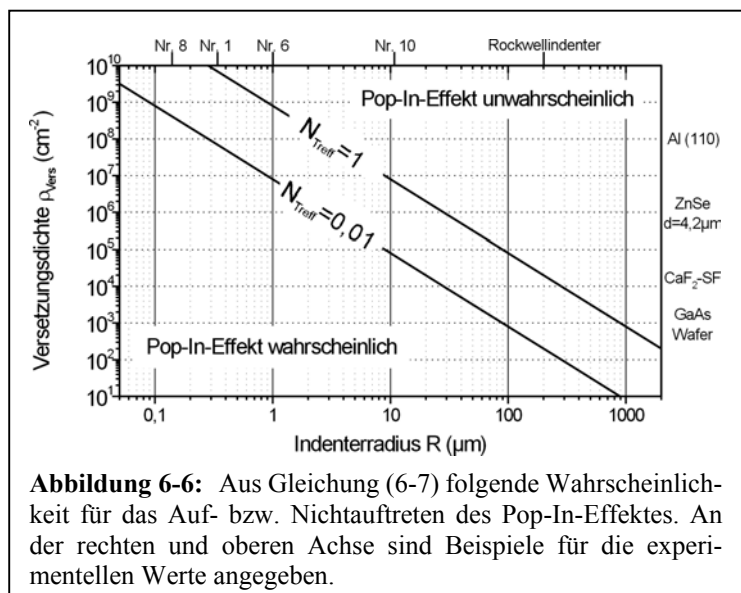


Abbildung 6-6: Aus Gleichung (6-7) folgende Wahrscheinlichkeit für das Auf- bzw. Nichtauftreten des Pop-In-Effektes. An der rechten und oberen Achse sind Beispiele für die experimentellen Werte angegeben.

Zusätzlich sind einige experimentelle Werte für die Radien der verwendeten Indenter und die Versetzungsdichten einiger untersuchter Proben angegeben.

Diese Betrachtungen lassen auch quantitativ verstehen, warum der Pop-In-Effekt erst durch die registrierende Härtemessung mit Nanometerauflösung zugänglich wurde. So ließ sich zum Beispiel an dem sehr versetzungsarm herstellbaren Galliumarsenidwafer ($\rho_{\text{Vers}} \approx 10^3 \text{ cm}^{-2}$) bei Indentierung mit einem Rockwellindenter mit genormter Verrundung von $200 \mu\text{m}$ (durchgeführt am Mikrohärtemeßgerät UMH10R) kein Pop-In-Effekt messen. Nach Abbildung (6-6) liegt dieses Experiment schon in dem Bereich, wo vor Erreichen des Pop-In-Effektes Versetzungen aktiviert werden können. Nachweisbar war der Pop-In-Effekt an der (100)-Galliumarsenidprobe „letztmalig“ mit Indenter Nr. 10 ($10,8 \mu\text{m}$ Verrundung). Ausgedrückt in Eindringtiefen bedeutet dies, daß der Pop-In-Effekt bis maximal $200 \dots 800 \text{ nm}$ experimentell registriert werden konnte. Für Proben mit höherer Versetzungsdichte liegt diese Grenze noch niedriger, und demzufolge ist der Pop-In-Effekt ein Phänomen der Nanometerskala.

Aus N_{Treff} nach Gleichung (6-7) folgen nicht nur Aussagen über das Auf- bzw. Nichtauftreten des Pop-In-Effektes, sondern es können auch Rückschlüsse auf die Streuung der gemessenen Pop-In-Kräfte gezogen werden. So ist zum Beispiel zu vermuten, daß die in Abschnitt 5.7.1 diskutierte Zunahme der Streuung der Pop-In-Kräfte bei Messung mit Indentern größerer Verrundungsradien (siehe Abbildung 5-12) durch die immer wahrscheinlichere Beeinflussung des Spannungsfeldes durch eingewachsene Versetzungen bedingt ist. Speziell die starken Abweichungen der Meßergebnisse für den mittleren Kontaktdruck bei Indenter Nummer 10 der Wolfram- und Kupferprobe (siehe Abbildung 6-4), die im Vergleich zu Galliumarsenid versetzungsreicher sind, könnten so begründet werden. Durch das Spannungsfeld einer schon im Material vorhandenen Versetzung können sich die von außen aufzuprägenden, für die homogene Versetzungsnukleation nötigen Spannungen verringern.

Mit den hier angestellten Überlegungen läßt sich eine quantitative Abschätzung für das Auf- bzw. Nichtauftreten des Pop-In-Effektes in Abhängigkeit von der Versetzungsdichte und dem Indenterradius geben. Für den Übergangsbereich zwischen dem Auf- und Nichtauftreten sind Zusammenhänge zwischen der Streuung der Pop-In-Meßergebnisse und der immer wahrscheinlicheren Beeinflussung des Spannungsfeldes durch die eingewachsenen Versetzungen zu vermuten.

6.3.2 Ausdehnung des Spannungsfeldes

Für den Trend, daß der mittlere Kontaktdruck am Punkt des Pop-In-Effektes mit zunehmendem Indenterradius und damit zunehmender Eindringtiefe abnimmt, können sich noch weitere Erklärungsmodelle finden lassen. So spielt die Beeinflussung des Spannungsfeldes durch nicht vermeidbare Oberflächenbelegungen (z.B. Oxidfilme) sicherlich eine entscheidende Rolle, und es ist anzunehmen, daß dieser Einfluß bei größeren Eindringtiefen nachläßt. In [6] wurde zum Beispiel gezeigt, daß die an Wolfram bzw. Eisen gemess-

senen Pop-In-Kräfte leicht bzw. stark mit der Erhöhung der Schichtdicke der Oxidschicht zunehmen.

Auch die nicht ideal verrundeten Indenterspitzen können zu einem solchen Trend führen. Die in Abbildung 4-4 dargestellte AFM-Aufnahme von Indenter Nummer 6 gibt ein Beispiel dafür. Es ist vorstellbar, daß Einzelerhebungen auf der verrundeten Indenterspitze, die einen kleineren Radius als den gemittelten, globalen Verrundungsradius aufweisen, zu Spannungskonzentrationen in der Probe führen, die oberhalb der mittels des globalen Radius berechneten Spannungen liegen. Außerdem liegt der Übergang von der kugelförmigen Spitze zur drei- bzw. vierzähligen Pyramidenform (siehe Abschnitt 2.4.3, Gleichung (2-71)) im Bereich der beim Pop-In-Effekt erreichten Eindringtiefen (Gleichung (6-6)).

Zusammen mit den anderen Näherungen der theoretischen Beschreibung des elastischen Kontaktes (Materialisotropie usw.) lassen sich die Unterschiede in den mittleren Kontaktdrücken zu Beginn des Pop-In-Effektes durchaus verstehen.

Es gibt auch Argumente bezüglich der Versetzungstheorie, die eine Größenabhängigkeit in diesem Sinne zulassen. Bei dicht an der Oberfläche liegenden Versetzungen ist die auf diese zusätzlich wirkende Bildkraft (engl.: image force; Oberfläche wirkt anziehend auf die Versetzung) zu beachten. „Dicht an der Oberfläche“ bedeutet dabei, daß der Abstand eines Versetzungsloops zur Oberfläche in der Größenordnung des Loopradius ist [32]. Für die hier anzunehmenden kritischen Loopradien von rund einem Nanometer spielt diese Kraft wahrscheinlich eine untergeordnete Rolle, da die Zone der maximalen Schubspannung und damit das Nukleationszentrum in einer Tiefe des halben Kontaktradius von der Kontaktfläche entfernt ist und somit diese Tiefe mindestens 15nm (kleinster Verrundungsradius) betrug. Für AFM-typische Verrundungsradien im Ångströmbereich spielt die Bildkraftwirkung hingegen eine große Rolle [7].

Ein weiteres Argument für eine Größenabhängigkeit wäre, daß die Ausdehnung der Zonen gleicher Spannungen mit zunehmendem Verrundungsradius wächst. Die maximal wirksame Schubspannung τ_{Tresca} , die nach Gleichung (2-61) aus dem mittleren Kontaktdruck folgt, wirkt eigentlich nur punktuell. Der räumliche Abfall dieser Spannung um das Maximum kann grob durch

$$\tau(x) \approx \tau_{Tresca} \left[1 - \left(\frac{x}{a} \right)^2 \right] \quad (6-8)$$

beschrieben werden (x ist der Abstand vom Punkt des Maximums und a ist der Radius der Kontaktfläche). Um einen Versetzungsloop homogen zu nukleieren, muß in einem Gebiet mit dem kritischen Loopradius r_C die kritische Schubspannung τ_{krit} herrschen.

$$\tau_{krit} \approx \tau_{Tresca} \left[1 - \left(\frac{r_C}{a} \right)^2 \right] \quad (6-9)$$

Durch das Experiment sind der mittlere Kontaktdruck $p_m \approx \tau_{Tresca}/0,46$ (Gleichung (2-61) mit $\nu=0,25$) und der Kontaktradius $a = \sqrt{(h \cdot R)} \approx R \cdot \sqrt{0,04}$ (Mittelwert für Gleichung (6-6)) am

Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes zugänglich. Aus Gleichung (6-9) folgt somit eine Radiusabhängigkeit des mittleren Kontaktdruckes von:

$$p_m(R) \approx \frac{\tau_{krit}}{0,46} \cdot \left[1 - \left(\frac{5 \cdot r_c}{R} \right)^2 \right]^{-1} \quad (6-10).$$

Nach Gleichung (6-10) nimmt der am Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes meßbare mittlere Kontaktdruck dann merklich zu, wenn der Radius des verwendeten Indenters in die Größenordnung des kritischen Loopradius von rund 1nm rückt. Aber schon für den für die Experimente verwendeten Indenter mit dem kleinsten Verrundungsradius von rund 140nm ist diese Korrektur vernachlässigbar. Es kann allerdings auch im Umkehrschluß aus Gleichung (6-10) gefolgert werden, daß die zur homogenen Loopgeneration notwendige kritische Schubspannung in einem viel größeren Gebiet wirken muß. Wird in Gleichung (6-10) der kritische Radius r_c als freier Fitparameter betrachtet, ergeben die entsprechenden Regressionen an die probenabhängigen $p_m(R)$ -Meßwerte einen Ausdehnungsradius des Gebietes, in dem die Schubspannungen $\geq \tau_{krit}$ sein müssen, von rund 10nm bis 30nm.

Um anhand des Experimentes entscheiden zu können, welches der hier vorgestellten Erklärungsmodelle für die Radiusabhängigkeit des mittleren Kontaktdruckes zu präferieren ist, müssen weitere gezielte Untersuchungen (zum Beispiel Messungen an Proben mit bekannten Oberflächenschichten unterschiedlicher Dicke) durchgeführt werden.

Im Rahmen dieser Arbeit werden deshalb die beim Auftreten des Pop-In-Effektes wirkenden, maximalen Schubspannungen aus den mittleren Kontaktdrücken mittels Gleichung (2-61) bestimmt und diese mit den theoretisch vorhergesagten kritischen Schubspannungen zur homogenen Versetzungsnukleation verglichen. Eine Korrektur der Radiusabhängigkeit fließt somit nicht in die Berechnung ein.

6.4 Vergleich der experimentell ermittelten Schubspannung zur homogenen Versetzungsnukleation mit den versetzungstheoretischen Vorhersagen

Abbildung 6-7 zeigt die finalen Ergebnisse der im Rahmen dieser Arbeit angestellten Untersuchungen. Die durch Indentierung experimentell ermittelten, maximal im Material erreichbaren Schubspannungen sind dem Wertebereich der theoretisch zur homogenen Versetzungsgeneration nötigen Schubspannung gegenübergestellt. Die experimentellen Ergebnisse folgen mittels Gleichung (2-61) direkt aus den in Abbildung 6-4 dargestellten mittleren Kontaktdrücken. Die theoretischen Wertebereiche stammen aus dem in Kapitel 3 vorgestellten theoretischen Modell zur homogenen Versetzungsnukleation (vgl. Tabelle 3-2).

Bei der Beurteilung der Meßergebnisse muß in Betracht gezogen werden, daß die für die Aluminium- und Kupferprobe und besonders die mit Indenter Nummer 10 an Wolfram und Kupfer erhaltenen Werte, wie in den vorangegangenen Abschnitten begründet, sehr unsicher sind. Wird dann noch berücksichtigt, daß die Meßwerte der „spitzeren“ Indenter (Indenter Nummer 8, 4 und 1) wahrscheinlich auf die im vorherigen Abschnitt diskutierten Fehlereinflüsse zurückzuführen sind und eine Korrektur in Richtung der Ergebnisse von Indenter Nummer 6 anzunehmen ist, so kann von einer guten Übereinstimmung der experimentell gemessenen mit den theoretischen, zur homogenen Versetzungsgeneration nötigen Schubspannungen gesprochen werden.

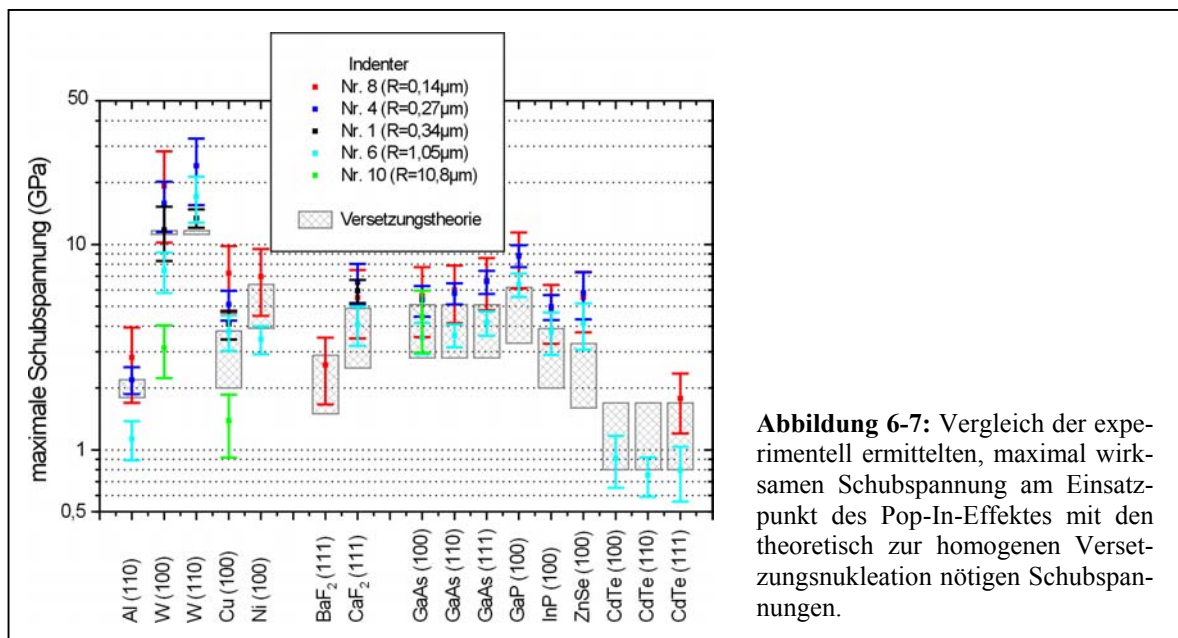


Abbildung 6-7: Vergleich der experimentell ermittelten, maximal wirk-samen Schubspannung am Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes mit den theoretisch zur homogenen Versetzungsnukleation nötigen Schubspannungen.

Diese Übereinstimmung spricht wiederum für die Hypothese, daß der Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes den Schwellwert der homogenen Versetzungsnukleation markiert.

Umgekehrt läßt sich schlußfolgern, daß trotz der stark abstrahierten theoretischen Modellierung ein guter Vergleich zum Experiment möglich ist. Das bedeutet, daß sich der

eigentlich auf atomarer Ebene abspielende Nukleationsprozeß in diesem Fall noch hinreichend genau mittels der elastischen Kontinuumtheorie beschreiben ließ.

Eine genauere Klassifizierung, ob die Versetzungen als perfekte Loops oder als Schockley'sche Loops nukleiert werden und ob sich der in Kapitel 3 diskutierte thermische Nukleationsanteil bestätigen läßt, ist aufgrund der Unsicherheiten in den bestimmten Schubspannungen nicht möglich. Das heißt, die Meßergebnisse liegen durchgängig weder am oberen (Null Kelvin, perfekter Loop) oder am unteren (Raumtemperatur, meist Schockleyscher Loop, siehe Tabelle 3-2) Ende des von der Versetzungstheorie vorhergesagten Spannungsbereiches.

6.5 Einbeziehung des Pop-In-Effektes in die Interpretation der Härtemessung an Kristallen

6.5.1 Szenario des Pop-In-Effektes

Die schon mehrfach im Laufe dieser Arbeit angerissene Beschreibung des Ablaufs des Versetzungsgeschehens vor, während und nach dem Pop-In-Effekt soll hier in zusammengefaßter Form wiedergegeben werden.

Drückt ein verrundeter Indenter auf die Probenoberfläche, erhöht sich mit zunehmender Eindringtiefe auch die aufzubringende Belastungskraft. Die mechanischen Spannungen wachsen ebenfalls in ihren Beträgen (bei kugelförmiger Verrundung mit der Wurzel der Eindringtiefe) und ihrer Ausdehnung. Der Kontaktbeginn wird immer elastisch erfolgen. Sind im Einzugsbereich der anwachsenden mechanischen Spannungen bewegliche Versetzungen vorhanden, können diese schon bei Schubspannungen im Megapascalbereich bewegt werden und die elastisch-plastische Deformation beginnt. Dieser Übergang von der elastischen zur elastisch-plastischen Indentierung ist in der Kraft-Eindringtiefen-Registrierkurve meist nicht zu erkennen, da er schon bei niedrigen Kräften und sehr allmählich erfolgt. Ein abrupter Übergang bei höheren Kräften bzw. Eindringtiefen (siehe vergleichendes Beispiel in Abbildung 5-5) zeichnet sich hingegen in der Meßkurve ab, wenn der indentierte Kristall im Einzugsbereich der elastisch aufgeprägten Spannungen versetzungsfrei ist. Die bei diesem als „Pop-In“ bezeichneten Übergang im Material herrschenden Schubspannungen liegen allgemein im Gigapascalbereich bzw. im Bereich der theoretischen Festigkeit.

Mikroskopisch läßt sich dieses Verhalten folgendermaßen erklären. Bei Abwesenheit von Versetzungen werden unter den zunehmenden Druck-, Zug- und Scherspannungen unter dem Indenter die Atomrümpfe aus ihren abstandsbezogenen Gleichgewichtslagen ausgelenkt. Die lokal hochkonzentrierten Schubspannungen führen dabei zu einer gegenseitigen

Verschiebung von Gitterebensegmenten. Steigert sich der Verschiebungsvektor auf einen Gittertranslationsabstand, so sind die gegenseitig verschobenen Segmente von einem embryonalen Versetzungsloop umrandet. Der Loopradius liegt theoretisch bei nur wenigen Atomabständen, und diese „Keimbildung“ kann thermisch unterstützt werden. Bei Rücknahme der Belastung würde ein solcher embryonaler Loop wieder zusammenfallen. Eine weitere Spannungserhöhung zieht den Loop dagegen weiter auseinander, und ab einem kritischen Radius (etwa 1nm) wächst der Versetzungsloop explosionsartig, da ab diesem Schwellwert die theoretisch zur Aufrechterhaltung des Loops nötige Schubspannung mit größer werdendem Radius sinkt (siehe Abbildung 3-2). Bis zu diesem Schwellwert ist der meßbare Kraft-Eindringtiefen-Verlauf reversibel bzw. rein elastisch. Das explosionsartige Loopwachstum und das damit mögliche Schneiden und Multiplizieren weiterer Versetzungen führen zu einer Plastifizierung des Materials unter Abbau der überhöhten mechanischen Spannungen, was sich in der Kraft-Eindringtiefen-Meßkurve als Eindringtiefen-sprung (bei kraftgesteuerter Versuchsführung) von mehreren Nanometern äußert.

Vor allem bei spröden Materialien führt dieser Eindringtiefen-sprung sofort auf den Zustand einer schon seit Indentierungsbeginn elastisch-plastisch verformten Vergleichsprobe. Duktile Materialien zeigen hingegen teilweise mehrere Pop-In-ähnliche Folgesprünge, bevor sich auch hier der „typische“ elastisch-plastische Kraft-Eindringtiefen-Verlauf einstellt (siehe Abbildung 5-1). Ob die Plastifizierungskaskaden, die sich in diesen Folgesprüngen ausdrücken, bei genauerer Auflösung des Einzelsprunges auch bei duktilen Materialien zu finden sind, kann wegen der Einschränkungen der Meßwerterfassungsrate des Nano-Indenters[®] II nicht geklärt werden und ist auch noch nicht in der Literatur diskutiert worden. Bei allen Materialien stellt der Pop-In-Effekt jedoch den Übergang von einem elastisch überkritischen auf den elastisch-plastischen Gleichgewichtszustand beim Eindruckversuch dar und er ist Ausdruck einer homogenen Versetzungsnukleation mit anschließender rascher Plastifizierung des Materials unter dem Eindruck.

6.5.2 Kraft-Eindringtiefen-Verlauf nach dem Pop-In-Effekt

Während des Belastungszyklus stellt sich nach dem Pop-In-Effekt sofort oder nach einigen (Anzahl<10) Folgesprüngen ein stetiger und annähernd parabolisch (bei pyramidenförmigen Indentern) verlaufender Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhang ein, der den elastisch-plastischen Widerstand des Materials gegen das Eindringen des härteren Indenters charakterisiert. Die in Gleichung (2-69) definierte Martenshärte (Universalhärte) ist ein Maß für diesen Widerstand. Aufgrund der geometrischen Selbstähnlichkeit der für die registrierende Härtemessung üblichen Vickers- oder Berkovich-Pyramiden ist zunächst ein ebenfalls selbstähnliches elastisch-plastisches Spannungsfeld und somit eine konstante Martenshärte zu erwarten (Kicksches Ähnlichkeitsprinzip). Bei allen durchgeführten Messungen zeigte die Martenshärte jedoch eine deutliche Zunahme mit kleiner werdenden Eindringtiefen. Dieses Verhalten wird in der Literatur als „indentation size effect“ (kurz ISE) diskutiert und wird auf den plastischen Anteil der Martenshärte zurückgeführt. Der

Kraft-Eindringtiefen-Verlauf wird demnach nicht ausschließlich durch die selbstähnliche Geometrie des Kontaktes bestimmt, sondern unterliegt ebenso größenabhängigen Verformungsmechanismen wie zum Beispiel Dehnungsratenabhängigkeiten [20, 21, 22] und einer zunehmenden Versetzungszahl im Einzugsbereich des Spannungsfeldes [23, 24]. Speziell die letztgenannte Hypothese ist dabei interessant, da sie sich mit der Begründung der Härte durch Versetzungen auseinandersetzt, und sie soll deshalb hier kurz wiedergegeben werden. In Abbildung 6-8 ist die Modellvorstellung zu dieser versetzungsabhängigen Härteinterpretation verdeutlicht. Dargestellt ist die geometrisch notwendige, ideale (unabhängig von der realen Lage der Gleitsysteme) Versetzungsanordnung unter dem Eindruck. Aus dem halben Öffnungswinkel der Indenterpyramide folgt dann für das Verhältnis von Eindringtiefe h zum Kontaktradius a sowie für das Verhältnis des Burgersvektorbetrages b zum Abstand der Gleitstufen s :

$$\tan \theta = \frac{h}{a} = \frac{b}{s} \quad (6-11).$$

Die Gesamtlängenlänge λ der geometrisch nötigen Versetzungsloops dieser Anordnung beträgt

$$d\lambda = 2\pi \cdot r \frac{dr}{s} \Rightarrow \lambda = \int_0^a \frac{h}{b \cdot a} \cdot 2\pi \cdot r \cdot dr = \frac{\pi \cdot h \cdot a}{b} \quad (6-12).$$

In [23] wird nun angenommen, daß sich diese Loops auf ein halbkreisförmiges Volumen (Radius= a , siehe obere Abbildung 6-8) unterhalb des Eindrucks verteilen, woraus eine geometrisch notwendige Versetzungsdichte von

$$\rho_G = \frac{\pi \cdot h \cdot a}{b} \Big/ \frac{2\pi \cdot a^3}{3} = \frac{3}{2 \cdot b \cdot h} \cdot \tan^2 \theta \quad (6-13)$$

folgt. Es sei an dieser Stelle betont, daß sich die im folgenden abgeleitete Härtezunahme bei kleineren Eindringtiefen aus genau dieser Annahme ergibt. Die geometrisch notwendige Versetzungsdichte widerspricht nämlich dem Kickschen Selbstähnlichkeitsprinzip.

Für den Zusammenhang zwischen Fließgrenze und Versetzungsdichte favorisieren die Autoren den Taylor-Mechanismus (notwendige Schubspannung, um eine Versetzung durch ein Versetzungsnetzwerk gegebener Versetzungsdichte zu bewegen) und addieren zu der geometrisch notwendigen Versetzungsdichte $\rho_G(h)$ noch die Versetzungsdichte des Materials ρ_S (G ist der Schubmodul des Materials).

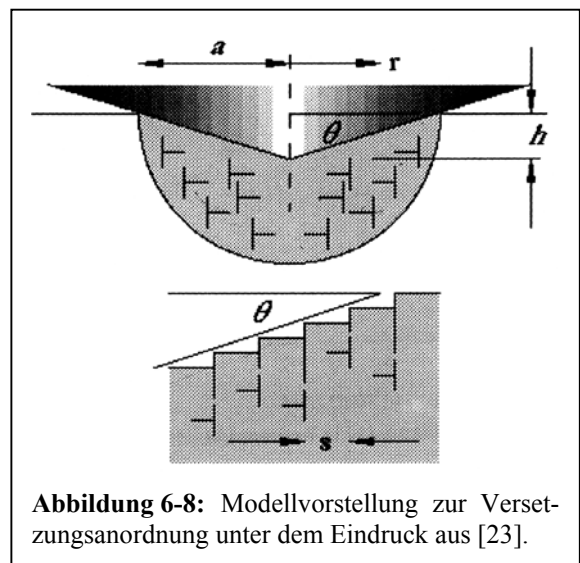


Abbildung 6-8: Modellvorstellung zur Versetzungsanordnung unter dem Eindruck aus [23].

$$\tau_{\text{Fließ}}(h) = \frac{G \cdot b}{2} \cdot \sqrt{\rho_s + \rho_G(h)} \quad (6-14)$$

Die plastische Härte H ergibt sich aus dieser Fließgrenze über $H=3 \cdot \sqrt{3} \cdot \tau_{\text{Fließ}}$ (Tabor-Beziehung [14]). Somit folgt eine plastische Härte für kristalline Materialien, die mit kleiner werdenden Eindringtiefen zunimmt und im Limes unendlich großer Eindringtiefen einen Wert H_0 annimmt, der von der Versetzungsdichte des Materials und seinem Schubmodul bestimmt wird.

$$\frac{H(h)}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad \text{mit } H_0 = 2,6 \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_s}; \quad h^* = 10,1 \cdot b \cdot \tan^2 \theta \cdot \frac{G^2}{H_0^2} \quad (6-15)$$

Zur Überprüfung dieses versetzungstheoretischen Härtemodells muß aus dem Kraft-Eindringtiefen-Verlauf $F(h)$, der das elastisch-plastische Materialverhalten charakterisiert, die plastische Härte separiert werden. Diese Trennung bzw. die Bestimmung der plastischen Härte und des Elastizitätsmoduls erfolgen über die etablierte Methode von Oliver und Pharr [1]. Aus dem Anstieg der Entlastungskurve $S=dF/dh$ (siehe auch Abschnitt 2.2.2) lassen sich der plastische und elastische Materialkennwert danach wie folgt berechnen.

$$A_{\text{proj}} = g \cdot \left(h - \varepsilon \cdot \frac{F}{S} \right)^2 \quad E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2 \cdot \beta} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_{\text{proj}}}} \quad H = \frac{F}{A_{\text{proj}}} \quad (6-16)$$

Die Faktoren g , ε und β sind von der Indentergeometrie abhängig und betragen $g=24,5$ und $\varepsilon=0,72$ für Vickers- und modifizierte Berkovich-Pyramide sowie $\beta=1,012$ für Vickers- und $\beta=1,034$ für Berkovich-Indenter. Die Berechnung des Probenelastizitätsmoduls aus dem effektiven Elastizitätsmodul E^* erfolgt nach Gleichung (2-52).

Mit den so aus Eindruckversuchen verschiedener Maximalkräfte (1mN, 10mN, 100mN, 400mN) berechneten plastischen Härten kann Gleichung (6-15) verglichen werden. Dazu zeigt Abbildung 6-9 drei Beispiele. Für je einen Vertreter der untersuchten Materialklassen der Metalle, Ionenkristalle und Halbleiter ist die plastische Härte gegenüber der Eindringtiefe aufgetragen (die doppellogarithmische Darstellung ist wegen der um mehrere Größenordnungen variierenden Eindringtiefen und Härten für eine bessere Erkennbarkeit nötig). Die der kleinsten Eindringtiefe entsprechende Kraft lag immer etwa um Faktor 10 oberhalb der Pop-In-Kraft. Bei diesen und den noch größeren Kräften verschwinden die indenterabhängigen Unterschiede zwischen den Kraft-Eindringtiefen-Verläufen, die vor dem Pop-In-Sprung noch sehr deutlich auffielen. Um

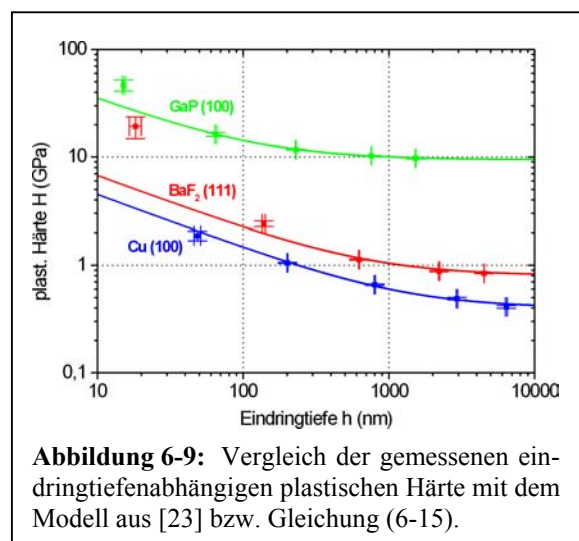


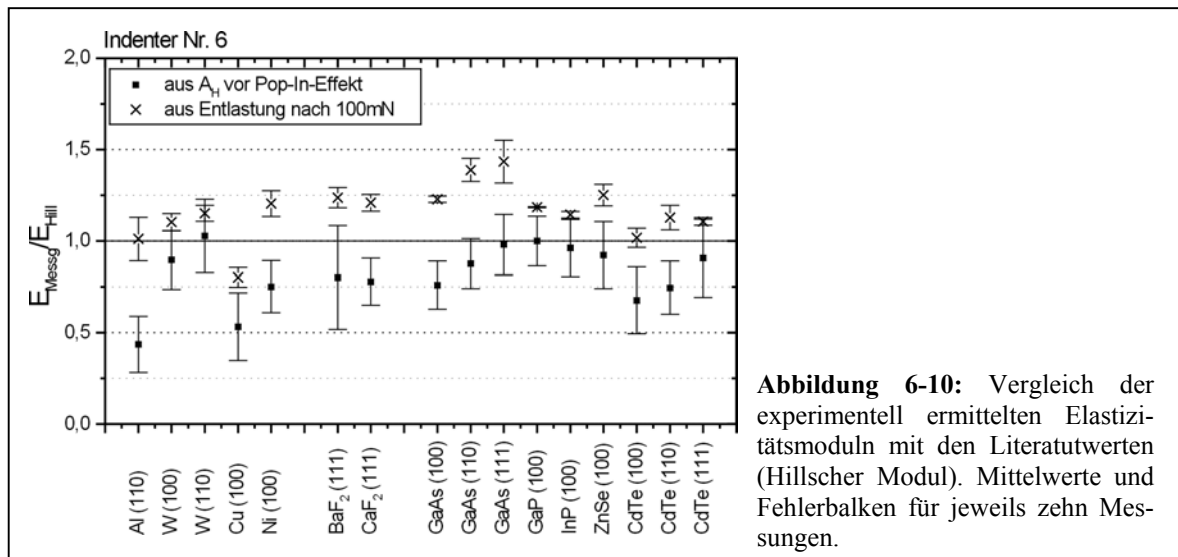
Abbildung 6-9: Vergleich der gemessenen eindringtiefenabhängigen plastischen Härte mit dem Modell aus [23] bzw. Gleichung (6-15).

diese Meßergebnisse mit den theoretischen Vorstellungen von Gleichung (6-15) vergleichen zu können, sind zusätzlich die jeweiligen Regressionskurven angegeben. Zusammen mit den Ergebnissen der anderen Proben lassen sich daraus folgende Schlußfolgerungen ziehen: Für Metalle stellt der versetzungstheoretisch begründete, eindringtiefenabhängige Härteverlauf nach [23, 24] eine gute Beschreibung dar. Für die anderen Materialien zeigt sich eine gute Übereinstimmung erst mit größeren Eindringtiefen (dementsprechend wurden zur Regression die Härten bei den kleinsten Eindringtiefen vernachlässigt). Das heißt, bei diesen Materialien ist die Härtezunahme mit kleiner werdenden Eindringtiefen stärker als der wurzelförmige Zusammenhang nach Gleichung (6-15). Als Ursachen dafür kann der Übergang von einer versetzungsnukleationsdominierten Plastizität (homogene Nukleation und anschließende Multiplikation) zur versetzungsmobilitätsdominierten Plastizität (Gleiten und gegenseitige Behinderung der Versetzungen) angeführt werden. Zusätzlich sind einige Annahmen des Modells wie die Festlegung des Volumens für die geometrisch notwendigen Versetzungen (Gleichung 6-13) und die Gültigkeit des Taylor-Modells für sehr hohe Versetzungsdichten (Gleichung 6-14) wahrscheinlich zu grob für die exakte Beschreibung des Versetzungsgeschehens bei Indentierung. So folgen zum Beispiel aus den durch Regression bestimmten Parametern H_0 (siehe Gleichung 6-15) viel zu hohe Versetzungsdichten (Bsp. GaP (100)-Wafer: $\rho_{\text{vers}} \approx 3 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$). Die nach Gleichung (6-15) zu erwartenden Unterschiede zwischen den mechanisch polierten Oberflächen und den Spaltflächen konnten weder bei Kalziumfluorid noch bei Bariumfluorid gefunden werden. Die stark unterschiedlichen Versetzungsdichten der beiden Oberflächenqualitäten führten zu keinen signifikanten Unterschieden zwischen den Kraft-Eindringtiefen-Verläufen nach dem Pop-In-Effekt (siehe Abschnitt 5.3).

Die versetzungstheoretische Erklärung der Kraft-Eindringtiefen-Information der registrierenden Härtemessung kann somit noch nicht als abgeschlossen angesehen werden. In dieser Arbeit konnten zumindest die Prozesse bis zum Einsetzen des Pop-In-Effektes geklärt werden.

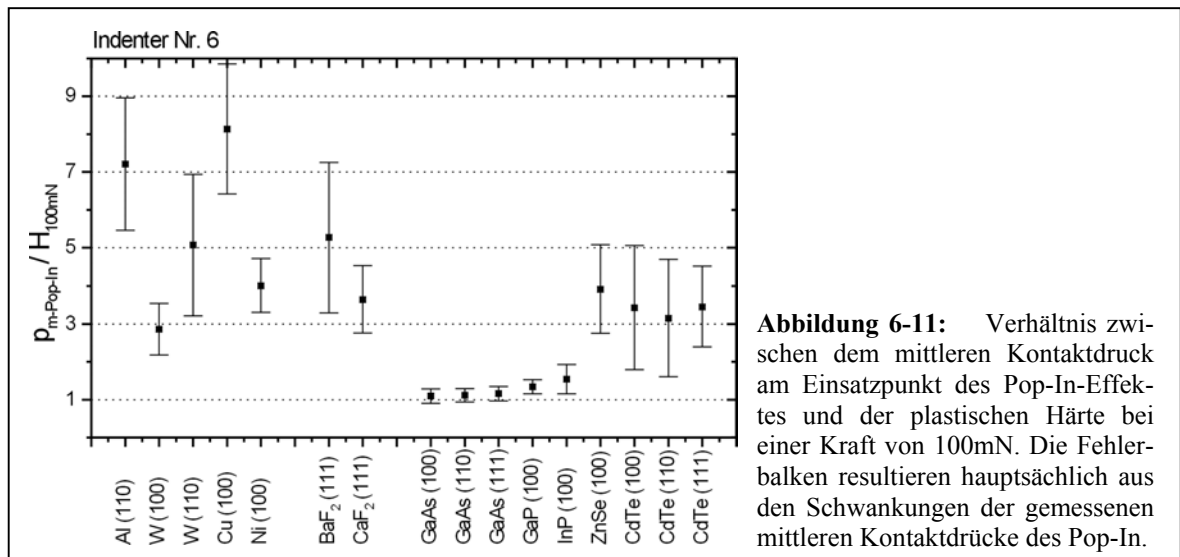
6.5.3 Vergleich der Kennwerte des Pop-In-Effektes mit denen der Härtemessung

Sowohl aus dem elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verlauf vor dem Pop-In-Effekt (siehe Abschnitt 6.1.2) als auch aus dem Verlauf des Entlastungsbeginns nach elastisch-plastischer Indentierung (siehe Gleichung (6-16)) läßt sich der Elastizitätsmodul der Probe bestimmen. Somit ist ein Vergleich der auf diese beiden Arten bestimmten Moduln untereinander und mit den Literaturwerten (Hillscher Mittelwert) interessant. Abbildung 6-10 zeigt dazu eine Gegenüberstellung der mit Indenter Nummer 6 (für BaF₂ wurden die Werte von Indenter Nummer 8 verwendet, da diese Probe nicht mit Indenter Nummer 6 gemessen wurde) gewonnenen Elastizitätsmoduln. Es fällt auf, daß die Elastizitätsmoduln, die aus dem Hertzschen Kraft-Eindringtiefen-Verlauf vor dem Pop-In-Sprung ermittelt wurden, eher kleiner als die Literaturwerte und die Elastizitätsmoduln, die aus der



Auswertung nach Oliver und Pharr bestimmt wurden, eher größer als die Literaturwerte ausfallen. Durch die elastische Materialanisotropie bedingte Unterschiede sind bei beiden Bestimmungsarten gefunden worden. Sie sind aber weniger deutlich als die richtungsspezifischen Elastizitätsmoduln bei einaxialer Belastung. Für die aus der elastischen Verformung vor dem Pop-In-Effekt bestimmten Moduln wurden die Abweichungen zu den Hillschen Literaturwerten schon in Abschnitt 6.1.2 diskutiert. Daß die Ergebnisse der Auswertung nach Oliver und Pharr oftmals deutlich zu hoch ausfallen, liegt außer am „indentation size effect“ (um diesen Einfluß gering zu halten, wurden die Ergebnisse der 100mN-Messung verwendet, da so größere Eindringtiefen erreicht wurden) noch an den Unzulänglichkeiten des Modells. So ist zum Beispiel die Annahme einer rein elastischen Entlastung oftmals nicht erfüllt. Vor allem bei duktilen Materialien ist die Entlastung von Kriechprozessen überlagert, was zu einem steileren Anstieg der Entlastungskurve führt, und der damit bestimmte Elastizitätsmodul ist zu groß (siehe Gleichung (6-16): S zu groß $\Rightarrow E^*$ zu groß). Außerdem wird in dem Modell nicht die Möglichkeit der Wallbildung um den Eindruck und einer somit größeren kontaktgebenden Fläche berücksichtigt. Dieses führt ebenfalls zu einem zu großen Wert für den bestimmten Elastizitätsmodul (siehe Gleichung (6-16): A_{proj} zu klein $\Rightarrow E^*$ zu groß). Vorschläge zur Korrektur des Oliver-Pharr-Modells in dieser Hinsicht sind derzeitiger Diskussionsgegenstand [17].

Der große Vorteil der Bestimmung des Elastizitätsmoduls aus der rein elastischen Deformation vor dem Pop-In-Effekt ist die im Gegensatz zum elastisch-plastischen Spannungszustand viel einfachere theoretische Beschreibung. Nachteil dieser Methode ist, daß sie nur für sehr kleine Eindringtiefen (damit empfindlich gegenüber Oberflächenqualität und -schichten) und nur bei versetzungsarmen kristallinen Werkstoffen einsetzbar ist (siehe Abschnitt 6.3.1). Für diese Fälle stellt sie aber eine gute Alternative zur Oliver-Pharr-Auswertung dar.



Ebenfalls interessant, da materialcharakterisierend, ist das Verhältnis des mittleren Kontaktdruckes am Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes $p_{m-Pop-In}$ zur plastischen Härte H bei größeren Eindringtiefen (entspricht dem mittleren Kontaktdruck bei elastisch-plastischer Indentierung). Während der eine Kennwert den Schwellwert der homogenen Versetzungsgeneration charakterisiert, ist der andere Wert ein Maß für die Versetzungsbeweglichkeit und -multiplizierbarkeit. In Abbildung 6-11 ist dieses Verhältnis (wie in Abbildung 6-10: außer für BaF₂ Indenter Nummer 6, Härte H bei 100mN) dargestellt.

Sehr auffällig ist, daß der Pop-In-Kontaktdruck für die als äußerst spröde bekannten Halbleiter GaAs, GaP und InP nur wenig größer als deren plastische Härte ist. Das bedeutet, daß sich die während des Pop-In-Sprunges gebildeten Versetzungen kaum bewegen lassen. Hingegen zeigen die sehr duktilen Materialien Aluminium und Kupfer einen fast zehnmal niedrigeren plastischen Widerstand, nachdem Versetzungen vorhanden sind.

Die Einordnung in sprödes bzw. duktilen Materialverhalten drückt sich somit auch über das Verhältnis zwischen der zur homogenen Versetzungsgeneration nötigen Spannung und der plastischen Härte aus. Da die kritische Schubspannung zur homogenen Versetzungsgeneration durch die Elastizität des Materials dominiert wird ($\tau \approx G/9$), entspricht das in Abbildung 6-11 dargestellte Verhältnis einer Relation zwischen Elastizität und Härte und ist somit zwangsläufig ein Maß für Duktilität bzw. Sprödigkeit.

6.6 Anwendungsmöglichkeiten des Pop-In-Effektes und zukünftige Ziele

Aus festkörperphysikalischer Sicht sind der experimentelle Zugang zur homogenen Versetzungsgeneration und die gute Übereinstimmung mit den versetzungstheoretischen Vorhersagen die wesentlichen Aspekte dieser Arbeit. Anwendungstechnisch ist die homogene Versetzungsgeneration jedoch weniger relevant. Es können aber einige mit dem Pop-In-Effekt verbundene Charakteristiken für weiterreichende Anwendungen eingesetzt werden. Ein großer Vorteil ist dabei der deutliche Sprung in der Kraft-Eindringtiefen-Kurve, der die computergestützte Erkennbarkeit sowie Separation des Effektes sehr vereinfacht. Ob sich bei einer sehr großen Anzahl von Messungen anhand der statistischen Verteilung des Auf- bzw. Nichtauftretens des Pop-In-Effektes auf die Versetzungsdichte der Probe rückschließen läßt, bleibt noch zu erforschen. Dagegen können anhand des Pop-In-Effektes eindeutig mechanisch polierte Oberflächen von Spaltflächen bzw. versetzungsarmen Oberflächen unterschieden werden. Anwendbar wäre dieses Unterscheidungskriterium zum Beispiel, um bei gesägten Kristallen zu testen, wie lange diese elektrolytisch oder chemisch poliert werden müssen, bis die durch das Sägen hinterlassene „Versetzungsschicht“ abgetragen wurde.

Für die Anwendung sofort einsetzbar ist die Möglichkeit, den Elastizitätsmodul der Probe aus dem vor dem Einsetzen des Pop-In-Effektes rein elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verlauf zu bestimmen, falls der Verrundungsradius des Indenters bekannt ist (siehe Abschnitt 6.1.2). Für die bei der Nanohärtemessung zwingend notwendige Kalibrierung der Indenterrundung bietet sich der rein elastische Verlauf ebenfalls an. Aus der Indentierung von Standardproben (kristallin, versetzungsarm, keine bzw. geringe Beeinflussung durch Oberflächenschichten) bekannter Elastizität ließe sich, wie in Abschnitt 6.1.2 beschrieben, ein effektiv wirksamer Indenterradius bestimmen. Besonders nützlich ist dieses Verfahren, um die Abnutzung bzw. zunehmende Verrundung der Indenterspitze zu beobachten, ohne jedesmal den Indenter mittels AFM-Untersuchung ausmessen zu müssen.

Abbildung 6-12 zeigt hierzu ein Beispiel. Die dargestellten Werte stammen von den Auswertungen der rein elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verläufe vor der Phasenumwandlung bei Silizium (wurde mehrfach gemessen) und vor dem Pop-In-Effekt bei Kalziumfluorid, Kupfer und Wolfram.

Bei dem sehr spitz (Verrundungsradius rund 50nm) hergestellten Indenter Nummer 1 er-

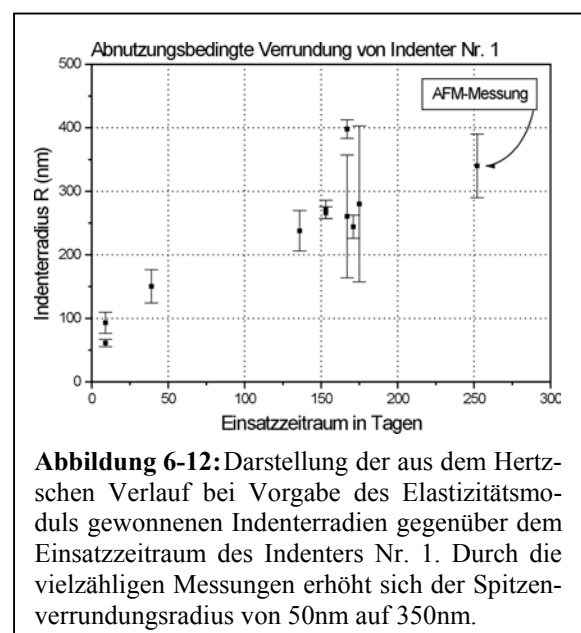


Abbildung 6-12: Darstellung der aus dem Hertzischen Verlauf bei Vorgabe des Elastizitätsmoduls gewonnenen Indenterradien gegenüber dem Einsatzzeitraum des Indenters Nr. 1. Durch die vielzähligen Messungen erhöht sich der Spitzenverrundungsradius von 50nm auf 350nm.

höhte sich der Verrundungsradius durch die vielzähligen Messungen an so harten Werkstoffen wie Gläsern und Silizium auf rund 350nm. Obwohl der als Indentermaterial genutzte Diamant der härteste Werkstoff ist, führt eine geringe Verrundung zu so hohen Kontaktdrücken, daß die Diamantspitze amorphisiert und graphitisiert und sich dadurch so lange abnutzt, bis sich ein Verrundungsradius einstellt, bei dem die Kontaktdrücke nicht mehr für Phasenumwandlungen ausreichen (siehe Ende von Abschnitt 3.4).

Durch zukünftige Untersuchungen zum Pop-In-Effekt sind neben den Anwendungsmöglichkeiten noch einige im Rahmen dieser Arbeit offen gebliebene Details zu klären. Von der Seite der theoretischen Beschreibung sind Verbesserungen hinsichtlich der Berücksichtigung der Gleitsysteme (siehe Abschnitt 5.6) und eine genauere Kenntnis der materialspezifischen, die Versetzungskernenergie charakterisierenden inneren Abschneideradien (siehe Abschnitt 3.3) bis hin zur atomistischen (numerischen) Simulation [7] möglich.

Aus experimenteller Sicht sind weitere gezielte Untersuchungen zur Beeinflussung des Pop-In-Effektes durch Oberflächenschichten (z.B. Oxidfilme), Kristalldefekte (Punktdefekte, „eingewachsene“ Versetzungen, Korngrenzen) und Vorverspannungen (z. B. Verspannungen in epitaktischen Schichten oder gebogenen balkenartigen Proben) zur Abrundung der hier vorgestellten, ersten Ergebnisse wünschenswert. Dadurch sollte es u.a. möglich werden, die Eindringtiefenabhängigkeit des am Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes herrschenden mittleren Kontaktdruckes (siehe Abschnitt 6.3.2) quantitativ zu begründen.

Aus gerätetechnischer Sicht ist eine abbildende „in situ“-Betrachtung der homogenen Versetzungsgeneration während des Pop-In-Effektes erstrebenswert, um die hier postulierten Prozesse direkt beobachten zu können. Aber zum Beispiel die technische Umsetzung einer Indentierungsvorrichtung im Transmissionselektronenmikroskop und die Indentierung der abgedünnten Probe, ohne diese zu zerstören, sind schwer zu bewältigende Probleme.

Für die Nanoindentierung sind folgende Verbesserungen anzustreben. Zukünftige Geräte sollten so konstruiert werden, daß eine Messung unter Vakuum oder Schutzgas möglich ist, damit die Beeinflussung der Messung durch Belegungen der Probenoberfläche vermieden werden kann. Auch eine zeitlich genauere Auflösung der Geschehnisse während des Pop-In-Sprunges könnte weitere Einblicke in den Ablauf der homogenen Versetzungsgeneration ermöglichen. Hierzu wird in der eigenen Arbeitsgruppe ein externer Datenabgriff am Nano-Indenter[®] II vorbereitet. Außerdem wären Messungen bei verschiedenen Temperaturen sehr aufschlußreich, um Versetzungsprozesse besser charakterisieren zu können. Entsprechende Nanohärtemeßgeräte mit Temperaturkammern sind derzeit noch im Entwicklungsstadium.

7 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der bei Indentierung von kristallinen Materialien auftretende plötzliche Verformungsschub, der in der aktuellen Literatur als „pop in“ diskutiert wird, eindeutig auf den Prozeß der homogenen Nukleation erster Versetzungsloops und deren anschließendes rasches Wachstum und Vervielfältigung zurückgeführt.

Dazu wurden Eindruckversuche an Proben der Materialklassen der Metalle, Ionenkristalle und Halbleiter durchgeführt, um ein verallgemeinerungsfähiges experimentelles Fundament abzusichern. Für den Versetzungsnachweis konnten im Rahmen der vielfältigen Zusammenarbeiten verschiedene abbildende Methoden herangezogen werden.

Zur theoretischen Beschreibung wurden die etablierten Modelle zum axialsymmetrischen elastischen Kontakt sowie zur homogenen Versetzungsgeneration aufgegriffen und auf die Spezifikationen des Eindruckexperimentes übertragen. Speziell für die Theorie des elastischen Kontaktes wurde eine über den Hertzschen Kontakt hinausgehende, in Fortführung des Sneddonschen Ansatzes bestimmte Lösung des Kontaktproblems für Indenterformen mit potenzfunktionsförmiger Einhüllfunktion gefunden. Diese verallgemeinerte Beschreibung ist vor allem dann für die Berechnung des elastischen Spannungsfeldes notwendig, wenn die Indenterspitzenform stark von der in der Hertzschen Lösung vorausgesetzten Kugelgeometrie abweicht.

Die theoretische Formulierung der homogenen Versetzungsnukleation erfolgte im Rahmen der sich aus dem kontinuumtheoretischen Volterra-Versetzungsmodell ergebenden kritischen Schubspannung zur Abscherung eines Versetzungsloops im ungestörten Kristall. Diese Spannung liegt im Bereich der theoretischen Scherfestigkeit von Kristallen und beträgt rund ein Neuntel des elastischen Schubmoduls. Der kritische Loopradius, oberhalb dessen ein Versetzungsloop trotz abfallender Schubspannung aufrechterhalten wird, liegt im Bereich von rund drei Burgersvektoren. Aufgrund dieses sehr kleinen kritischen Loopradius ist der Fehlereinfluß des inneren Abschneideradius, mit dem das Volterra-Modell behaftet ist, sehr stark. Somit ist eine genaue Kenntnis der materialspezifischen inneren Abschneideradien erforderlich.

Der wesentliche Teil dieser Arbeit bestand in der systematischen Untersuchung der charakteristischen Eigenschaften des Pop-In-Effektes, die zur experimentellen Verifizierung der Hypothese der homogenen Versetzungsnukleation führte. Neben der technischen Voraussetzung eines Härtemeßgerätes mit Kraft-Eindringtiefen-Registrierung und einer Eindringtiefeauflösung im Nanometerbereich (Nano-Indenter[®] II) waren hierbei vor allem die untersuchte Materialvielfalt und die Möglichkeit der Einbindung versetzungsabbildender Methoden von Vorteil und führten zu neuen Erkenntnissen.

Aus den gesammelten Ergebnissen aller untersuchten Proben wurden die folgenden charakteristischen Merkmale, die immer das Bild der homogenen Versetzungsgeneration untermauern, gefunden.

- Der Pop-In-Effekt ist ein sprunghafter Verformungsschub, der so nicht bei anderen mit Eindruckversuchen verbundenen Mechanismen, wie zum Beispiel Schichtabplatzung oder Ribbildung, gefunden wurde. Speziell die Abgrenzung von den indentierungsinduzierten Hochdruck-Phasenumwandlungen bei Silizium konnte theoretisch und experimentell gegeben werden. Bei kraftgesteuerten Eindruckversuchen und Ritzversuchen tritt der Verformungsschub im Belastungssegment als deutlicher Sprung der Eindringtiefe bei nahezu konstanter Kraft auf. Deutlicher Sprung bedeutet dabei, daß innerhalb einer sechstel Sekunde (maximale Meßwerterfassungsrate) bis zu 180nm Eindringtiefenzuwachs gemessen wurden.
- Wird die Belastung nicht über diesen Pop-In-Sprung hinaus geführt, geht die Deformation des Materials bei Krafrücknahme reversibel in den Ausgangszustand zurück. Das heißt, der Eindruckversuch hinterläßt keine bleibende Eindringtiefe und der Ritzversuch keine Ritzfurche. Der Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhang $F(h)$ folgt in guter Näherung dem rein elastischen Hertzschen $F \sim h^{1,5}$ -Verlauf.
- Der Pop-In-Effekt tritt nicht auf, wenn im Einzugsgebiet des starken Spannungsfeldes unter dem Eindruck schon Versetzungen vorhanden sind. Aus diesem Grund zeigen Messungen an mechanisch polierten Kristallen und Eindrücke, die in das Versetzungsfeld des Nachbareindruckes plaziert werden, keinen Pop-In-Sprung, sondern verlaufen sofort nach Kontaktbeginn elastisch-plastisch.
- Schon unmittelbar nach dem Pop-In-Effekt sind zahlreiche Versetzungen im Eindruckgebiet vorhanden. Speziell die erstmals gemachten transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen einer (100)-Galliumarsenidprobe, die mit etwa 110 Prozent der kritischen Pop-In-Kraft indentiert wurde, zeigten schon etwa 100 Versetzungsloops. Die Kathodolumineszenzuntersuchungen der indentierten Kadmitellurid- und Zinkselenidproben ergaben nur Versetzungskontraste, wenn die Indentierungslast oberhalb der Pop-In-Kraft lag, und auch die nach Indentierung versetzungsgeätzten Bariumfluorid- und Kalziumfluoridoberflächen zeigten nur oberhalb der Pop-In-Kraft Ätzgruben.
- Der Pop-In-Effekt ist nahezu unabhängig von den mit dem Nano-Indenter[®] II realisierbaren Belastungsgeschwindigkeiten.

- Die Orientierung der Gleitsysteme zum Spannungsfeld beeinflusst den Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes.
- Der am Einsatzpunkt erreichte mittlere Kontaktdruck zeigt eine unterproportionale Abhängigkeit vom Verrundungsradius des Indenters, die wahrscheinlich auf dem Einfluß von Oberflächenbelegungen beruht.
- Unter Berücksichtigung dieser Radiusabhängigkeit und der Ungenauigkeiten der theoretischen Modellierung stimmen die am Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes gemessenen maximalen Schubspannungen gut mit den theoretischen Vorhersagen zur homogenen Versetzungsnukleation überein.

Die Summe dieser Charakteristiken führt notwendigerweise zu der hier gegebenen Interpretation des Pop-In-Effektes als Ausdruck einer homogenen Versetzungsnukleation mit anschließend rascher Plastifizierung des Materials. Das bedeutet, daß wegen des Fehlens jeglicher plastizitäts-tragender Versetzungen der Kontakt zwischen Probe und verrundetem Indenter rein elastisch beginnt und die mit der Eindringtiefe zunehmenden mechanischen Schubspannungen im Materialinneren so groß werden können, daß sie lokal die theoretische Fließgrenze erreichen. Dadurch werden lokale Abscherungen von Gleitebenen, die von embryonalen Versetzungsloops umrandet sind, bewirkt. Die weitere Spannungserhöhung vergrößert diese Loops, und ab einem kritischen Radius von etwa drei Burgersvektoren wachsen diese Loops explosionsartig, schneiden und multiplizieren sich, bis die Spannungsüberhöhung durch die nunmehr mögliche plastische Relaxation abgebaut ist. Bei einigen Materialien erfolgt dieser Übergang der elastisch aufgestauten Spannungen zum plastischen Gleichgewichtszustand innerhalb eines Verformungsschubes. Andere Materialien zeigen nach dem ersten Sprung noch weitere Folgesprünge, bevor sich der für die registrierende Härtemessung typische elastisch-plastische Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhang einstellt.

In dieser Arbeit wurde auch erstmals eine Wahrscheinlichkeitsabschätzung für das Auf- bzw. Nichtauftreten des Pop-In-Effektes abgeleitet. Da mit Indentern größerer Verrundungsradien die zum Pop-In-Sprung nötigen mechanischen Spannungen erst bei größeren Eindringtiefen erreicht werden, müssen entsprechend größere Volumenbereiche versetzungsfrei sein. Dieses führt zum Beispiel dazu, daß mit einem 200µm-verrundeten Indenter der Pop-In-Effekt nur noch an Proben mit einer Versetzungsdichte kleiner 10^{-3} cm^{-2} meßbar ist. Da die meisten Kristalle jedoch höhere Versetzungsdichten aufweisen, ist der Pop-In-Effekt ein Phänomen der Nanohärtemessung, bei der in Nanometerauflösung mit Indenterspitzen, deren Verrundungsradien typischerweise im Bereich von 100nm bis maximal 1µm liegen, gemessen wird.

Zukünftige Untersuchungsschwerpunkte und Anwendungsmöglichkeiten für den Pop-In-Effekt werden hauptsächlich in der geräte- und kalibrierungstechnischen Verbesserung der registrierenden Nanohärtemessung gesehen.

Literatur

- [1] W. C. Oliver, G. M. Pharr
An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments
J. Mater. res. Vol. 7 No. 6, pp. 1564-1583 (1992)
- [2] T. A. Michalske, J. E. Houston
Dislocation nucleation at nano-scale mechanical contact
Acta mater. Vol. 46 No.2, pp. 391-396 (1998)
- [3] D. F. Bahr, D. E. Wilson, D. A. Crowson
Energy considerations regarding yield points during indentation
J. Mater. Res. Vol. 14 No. 6, pp. 2269-2275 (1999)
- [4] A. B. Mann, J. B. Pethica
The effect of tip momentum on the contact stiffness and yielding during nanoindentation testing
Phil. Mag. A. Vol. 79 No. 3, pp. 577-592 (1999)
- [5] E. B. Tadmor, R. Miller, R. Phillips, M. Ortiz
Nanoindentation and incipient plasticity
J. Mater. Res. Vol. 14 No. 6, pp. 2233-2250 (1999)
- [6] D. F. Bahr, C. M. Watkins, D. E. Kramer, W. W. Gerberich
Yield Point Phenomena During Indentation
Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 522 (1998)
- [7] C. L. Kelchner, S. J. Plimpton, J. C. Hamilton
Dislocation nucleation and defect structure during surface indentation
Phys. Rev. B Vol. 58 No. 17, pp.11085-11088 (1998)
- [8] J. Boussinesq
Application des Potentials à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques
Gauthier-Villars Paris 1985
- [9] H. Hertz
Über die Berührung fester elastischer Körper
J. Reine Angew. Math. Vol. 92, S. 156-171 (1881)

- [10] U. D. Schwarz, H. Hölscher
Reibung auf der Nanometerskala - Nanotribologie mit dem Rasterkraftmikroskop
Phys. Bl. Vol. 54 Nr. 12, S. 1127-1130 (1998)
- [11] I. N. Sneddon
The relation between load and penetration in the axialsymmetric Boussinesq
problem for a punch of arbitrary profile
Int. J. Engng. Sci. Vol. 3, pp. 47-57 (1965)
- [12] I. N. Sneddon
Fourier Transforms
Neuaufgabe: Dover Publications, Inc., New York 1995
Original: McGraw-Hill Book Company, Inc., New York 1951
- [13] S. P. Timoshenko, J. N. Goodier
Theory of Elasticity (Third Edition)
McGraw-Hill Book Company, Inc., Singapore 1970
- [14] K. L. Johnson
Contact Mechanics
Cambridge University Press 1985
- [15] H. G. Hahn
Elastizitätstheorie
B. G. Teubner, Stuttgart 1985
- [16] I. N. Bronstein, K. A. Semendjajew
Taschenbuch der Mathematik
23. Auflage, Teubner Leipzig 1987
- [17] Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng
Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work
hardening
J. Appl. Phys. Vol. 84 No. 3, pp. 1284-1291 (1998)
- [18] J. C. Hay, A. Bolshakov, G. M. Pharr
„A critical examination of the fundamental relations used in the analysis
of nanoindentation data“
J. Mater. Res. Vol. 14 No. 6, pp. 2296-2305 (1999)
- [19] F. Kick
Das Gesetz der proportionalen Widerstände und seine Anwendungen
Felix-Verlag, Leipzig 1885
- [20] P. Grau, G. Berg, H. Meinhard, S. Mosch
Strain Rate Dependence of the Hardness of Glass and Meyer`s Law
J. Am. Ceram. Soc. Vol. 81 No. 6, pp. 1557-1564 (1998)
- [21] B. N. Lucas, W. C. Oliver, G. M. Pharr, J.-L. Loubet
Time Dependent Deformation during Indentation Testing
Materials Research Society Symposium, San Francisco Apr. 1996

- [22] S. A. Syed Asif, J. B. Pethica
Nanoindentation of single-crystal tungsten and gallium arsenide
Phil. Mag. A Vol. 76 No. 6, pp. 1105-1118 (1997)
- [23] W. D. Nix, H. Gao
Indentation size effect in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity
J. Mech. Phys. Solids Vol. 46, pp. 411-425 (1998)
- [24] H. Gao, Y. Huang, W. D. Nix
Modeling Plasticity at the Micrometer Scale (review article)
Naturwissenschaften Vol. 86, pp. 507-515 (1999)
- [25] Landolt-Börnstein, New Series, Berlin 1982
Vol. III/17a (III-V-HL), III/22a (II-VI-HL), III/7a (Halogenide)
- [26] H. P. Stüwe
Mechanische Anisotropie
Springer-Verlag, Wien - New York 1974
- [27] A. Zeckzer, persönliche Mitteilungen
- [28] P. Grau, G. Berg
Messung der Härte von dünnen Schichten
Härterei-Tech. Mitt. Jahrgang 48, S. 317-323 (1993)
- [29] Vornorm: E DIN EN ISO 14577-1 (Juni 2000)
- [30] Ch. Kittel
Einführung in die Festkörperphysik
R. Oldenbourg Verlag 1993
- [31] J.P. Hirth, J. Lothe
Theory of dislocations (second edition 1982)
Wiley New York 1982
- [32] J. Friedel
Dislocations
Addison-Wesley 1964
- [33] F. Prinz, A. Korner, H.O.K. Kirchner
Core energies and core tensions of dissociated and partial dislocations
in fcc and hcp metals
Phil. Mag. A Vol.47 No.3, pp. 441-452 (1983)
- [34] G. Schoeck
The Peierls Dislocation: Line Energy, Line Tension, Dissociation and Deviation
Acta. Mater. Vol. 45 No. 6, pp. 2597-2605 (1997)

- [35] U. Messerschmidt, H. Schmid
The radius of curvature of dislocation segments in MgO crystals stressed in the high-voltage electron microscope
Phil. Mag. A Vol. 51 No. 6, pp. 781-796 (1985)
- [36] S. V. Kamat, J. P. Hirth
Dislocation injection in strained multilayer structures
J. Appl. Phys. Vol. 67 No. 11, pp. 6844-6850 (1990)
- [37] D. Hull, D. J. Bacon
Introduction to dislocation
Pergamon Press, Oxford 1992
- [38] G. Xu, A. S. Argon
Homogeneous nucleation of dislocation loops under stress in perfect crystals
Phil. Mag. Lett. Vol. 80 No. 9, pp. 605-611 (2000)
- [39] S. Takeuchi, K. Suzuki, K. Maeda, H. Iwanaga
Stacking-fault energy of II-VI compounds
Phil. Mag. A Vol. 59 No. 2, pp. 171-178 (1984)
- [40] A. G. Evans, P. L. Pratt
Dislocations in Fluorite Structure
Phil. Mag. Vol. 20, pp. 1213-1237 (1969)
- [41] R. J. Hemley, H. Mao, G. Shen, J. Badro, P. Gillet, M. Hanfland
X-ray Imaging of Stress and Strain of Diamond, Iron and Tungsten at Megabar Pressure
Science Vol. 276, pp. 1242-1244 (1997)
- [42] E. J. Tonkov
Фазовые превращений соединений при высоком давлении
(Phasenübergänge der Verbindungen bei hohem Druck)
Metallurgija-Verlag, Moskau 1988
- [43] A. Kailer
Lokale Schädigung von Oberflächen und Phasenumwandlungen in harten, spröden Materialien verursacht durch mechanischen Kontakt
Tübinger Geowissenschaftliche Arbeiten (TGA), Reihe E: Mineralogie, Petrologie und Geochemie Band 7/99
Shaker Verlag, Aachen 1999
- [44] A. Kailer, Y. G. Gogotsi, K. G. Nickel
Phase transformations of silicon caused by contact loading
J. Appl. Phys. Vol. 81 No. 7, pp. 3057-3063 (1997)
- [45] Y. G. Gogotsi, V. Domnich, S. N. Dub, A. Kailer, K. G. Nickel
Cyclic nanoindentation and Raman microspectroscopy study of phase transformations in semiconductors
J. Mater. Res. Vol. 15 No. 4, pp. 871-879 (2000)

- [46] Y. Q. Wu, X. Y. Yang, Y. B. Xu
Cross-sectional electron microscopy observation on the amorphized indentation region in [001] single crystal silicon
Acta mater. Vol. 47 No. 8, pp. 2431-2436 (1999)
- [47] F. Vollertsen, S. Vogler: Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur;
Carl Hanser Verlag München Wien 1989
- [48] Nano-Indenter[®] II Operating Instructions Version 2.0
Nano Instruments, Inc. 1994
- [49] S. Enders
Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften von spröden Schicht- und Kompaktsystemen durch Deformation kleiner Volumina
Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle Wittenberg, FB Physik (1998)
- [50] S. Enders, P. Grau, G. Berg
The Sliding / Ploughing Transition by Scratch Test Measurements at the Nanometer Region
J. Mater. Res. (eingereicht August 2000)
- [51] H. Uniewski, J. Schreiber, S. Hildebrandt, H. S. Leipner,
SEM CL Layer studies on polar glide dislocations in CdTe
Mater. Sci. Eng. B. 42, pp. 284-288 (1996)
- [52] J. Schreiber, U. Hilpert, L. Höring, L. Worschech, B. König, W. Ossau, A. Waag, G. Landwehr
Study on plastic relaxation of layer stress in ZnSe/GaAs(001) heterostructures
Inst. Phys. Conf. Ser. 164, p. 299-304 (1999)
- [53] J. Schreiber, U. Hilpert, L. Höring, L. Worschech, W. Ossau, A. Waag, G. Landwehr
Luminescence studies on plastic stress relaxation in ZnSe/GaAs(001)
Physica Status Solidi (b) Vol. 222, pp. 169-177 (2000)
- [54] J. Woïrgard, J.-C. Dargent, C. Thomas, V. Audurier
A new technology for nanohardness measurements: principle and applications
Surf. Coatings Tech. 100-101, pp. 103-109 (1998)
- [55] H. Johansen, D. Lorenz, P. Grau
Comparative characterization of differently prepared surfaces of single crystalline calcium fluoride by DUV laser irradiation and microhardness measurements
Opt. Eng. (eingereicht April 2001)
- [56] D. Lorenz, H. Johansen, P. Grau
Dislocation Nucleation during Nanoindentation
Proc. of 3rd Int. Conf. Micro Materials MicroMat2000 Berlin, pp. 396-399 (2000)

- [57] H. S. Leipner, D. Lorenz, A. Zeckzer, P. Grau
Dislocation-Related Pop-In Effect in Gallium Arsenide
phys. stat. sol. (a) Vol.183 Nr. 2, pp. R4-R6 (2001)
- [58] N. Schwarzer, F. Richter, G. Hecht
The elastic field in a coated half-space under Hertzian pressure distribution
Surface and Coatings Technology Vol. 114, pp. 292-304 (1999)
- [59] D. Cáceres, I. Vergara, R. Gonzáles, E. Monroy, F. Calle, E. Muñoz, F. Omnés
Nanoindentation on AlGa_N thin films
J. Appl. Phys. Vol. 86 No. 12, pp. 6773-6778 (1999)
- [60] E. O. Bernhardt
Über die Mikrohärtigkeit der Feststoffe im Grenzbereich des Kockschen
Ähnlichkeitssatzes
Z. Metallkd. Vol. 33, S. 135 (1941)
- [61] I.S. Gradshteyn, I.M Ryzhik
Table of Integrals, Series and Products
Fifth Edition, Academic Press, London 1994

Anhang

I. Ableitung der Spannungsfelder für den Kontakt mit zylindrischem Stempel, Kegel und Kugel

Ausgehend von den Gleichungen (2-48) bis (2-51), wird im folgenden der Lösungsweg zu den Endformeln des Spannungsfeldes von zylindrischem Stempel, Kegel und Kugel skizziert. Die auftretenden Integrale werden dabei so weit aufgelöst, daß sich die Ergebnisse mittels Algebraprogrammen, wie zum Beispiel MATHEMATICA[®] oder Maple[™], weiter auswerten und grafisch darstellen lassen. Zur Vereinfachung werden zunächst der Kontaktradius a und der mittlere Kontaktdruck p_m gleich Eins gesetzt. Daraus folgt, daß die Ortskoordinaten r und z in Einheiten von a und die Spannungen in Einheiten von p_m zu interpretieren sind. Die Lösungsansätze der auftretenden Integrale sind zum Beispiel in [12, 61] zu finden. Als weitere Abkürzungen zur Lösungsdarstellung wird analog [61]

$$K^4 = (r^2 + z^2 - 1)^2 + 4z^2 \quad \text{und} \quad \tan(2\Phi) = \frac{2z}{r^2 + z^2 - 1} \quad (\text{I-1})$$

verwendet.

I.1 Zylindrischer Stempel

Für den Fall des zylindrischen Stempels reduziert sich das innere Integral in den Gleichungen (2-48) bis (2-51) auf:

$$\int_0^1 (1 - t^\infty) \cdot \cos(\alpha \cdot t) dt = \int_0^1 \cos(\alpha \cdot t) dt = \frac{1}{\alpha} \cdot \sin \alpha \quad (\text{I-2}).$$

Somit ergibt sich nach Gleichung (2-48) für die Spannung σ_{zz} :

$$\begin{aligned} \sigma_{zz} &= -\frac{1}{2} \int_0^\infty (1 + \alpha z) \sin \alpha \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha = -\frac{1}{2} \cdot \left[z \frac{d^2}{dz^2} - \frac{d}{dz} \right] \cdot \int_0^\infty \frac{\sin \alpha}{\alpha} \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \\ &= -\frac{1}{2} \cdot \left[z \frac{d^2}{dz^2} - \frac{d}{dz} \right] \arctan \left[\frac{1 + K \cdot \sin \Phi}{z + K \cdot \cos \Phi} \right] \end{aligned} \quad (\text{I-3})$$

Für die Schubspannung τ_{rz} folgt mit Gleichung (2-49):

$$\begin{aligned}\tau_{rz} &= -\frac{1}{2} \cdot z \cdot \int_0^{\infty} \alpha \cdot \sin \alpha \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha = -\frac{1}{2} \cdot z \cdot \frac{d^2}{dz^2} \int_0^{\infty} \frac{\sin \alpha}{\alpha} \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \\ &= -\frac{1}{2} \cdot \frac{z}{r} \cdot \frac{d^2}{dz^2} (1 - K \cdot \sin \Phi)\end{aligned}\quad (\text{I-4}).$$

Und für σ_{rr} aus Gleichung (2-50) ergibt sich:

$$\begin{aligned}\sigma_{rr} &= -\frac{1}{2} \int_0^{\infty} (1 - \alpha z) \sin \alpha \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha + \frac{1}{2r} \cdot \left[(1 - 2\nu) + z \frac{d}{dz} \right] \int_0^{\infty} \frac{\sin \alpha}{\alpha} \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \\ &= -\frac{1}{2} \cdot \left\{ \left[-z \frac{d^2}{dz^2} - \frac{d}{dz} \right] \arctan[\dots] - \frac{1}{r^2} \left[(1 - 2\nu) + z \cdot \frac{d}{dz} \right] (1 - K \cdot \sin \Phi) \right\}\end{aligned}\quad (\text{I-5}).$$

Für $\sigma_{\varphi\varphi}$ folgt schließlich nach Gleichung (2-51):

$$\sigma_{\varphi\varphi} = (1 + \nu) \cdot \frac{d}{dz} \int_0^{\infty} \frac{\sin \alpha}{\alpha} \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha - \sigma_{rr} - \sigma_{zz} = (1 + \nu) \cdot \frac{d}{dz} \arctan[\dots] - \sigma_{rr} - \sigma_{zz} \quad (\text{I-6}).$$

Das Maximum der Schubspannung nach Tresca (siehe Gleichung (2-59)) und das Maximum des hydrostatischen Druckes (Gleichung (2-60)) liegen direkt am Kontaktrand des zylindrischen Stempels ($r=1, z=0$) und sind theoretisch unendlich groß (siehe nachfolgende graphische Darstellung).

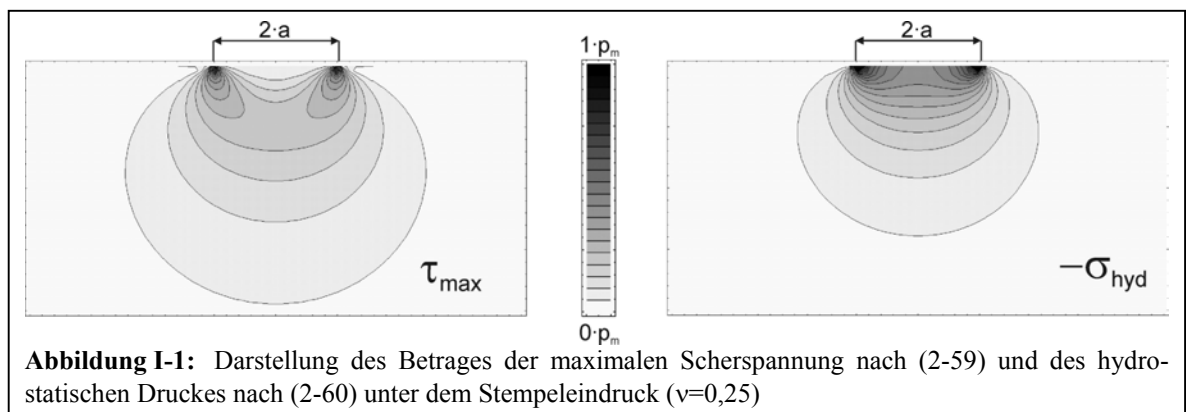


Abbildung I-1: Darstellung des Betrages der maximalen Scherspannung nach (2-59) und des hydrostatischen Druckes nach (2-60) unter dem Stempeleindruck ($\nu=0,25$)

I.2 Kegel

Für einen kegelförmigen Eindringkörper ergibt sich für das innere Integral:

$$\int_0^1 \cos(\alpha \cdot t) \cdot (1 - t) dt = \frac{1}{\alpha^2} \cdot [1 - \cos(\alpha)] \quad (\text{I-7}).$$

Damit folgt nach (2-48) für σ_{zz} :

$$\begin{aligned}\sigma_{zz} &= -\int_0^{\infty} \left(\frac{1 - \cos \alpha}{\alpha} + z(1 - \cos \alpha) \right) \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \\ \sigma_{zz} &= -\frac{1}{2} \ln \left[\frac{(z + K \cdot \cos \Phi)^2 + (1 + K \cdot \sin \Phi)^2}{(z + \sqrt{r^2 + z^2})^2} \right] - \frac{z}{\sqrt{z^2 + r^2}} + \frac{z \cdot \cos \Phi}{K}\end{aligned}\quad (\text{I-8}).$$

Die Schubspannung τ_{rz} berechnet sich nach (2-49) zu:

$$\tau_{rz} = -z \cdot \int_0^{\infty} (1 - \cos \alpha) \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha = -\frac{z}{r} \left[\frac{z \cdot \cos \Phi + \sin \Phi}{K} - \frac{z}{\sqrt{r^2 + z^2}} \right] \quad (\text{I-9}).$$

Für σ_{rr} ergibt sich nach (1-50):

$$\begin{aligned} \sigma_{rr} &= -\int_0^{\infty} \frac{1 - \cos \alpha}{\alpha} \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha + z \int_0^{\infty} (1 - \cos \alpha) \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \\ &\quad + \frac{1 - 2\nu}{r} \cdot \int_0^{\infty} \frac{1 - \cos \alpha}{\alpha^2} \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha - \frac{z}{r} \cdot \int_0^{\infty} \frac{1 - \cos \alpha}{\alpha} \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \\ \sigma_{rr} &= -\frac{1}{2} \ln \left[\frac{(z + K \cdot \cos \Phi)^2 + (1 + K \cdot \sin \Phi)^2}{(z + \sqrt{r^2 + z^2})^2} \right] + \frac{z}{\sqrt{z^2 + r^2}} - \frac{z \cdot \cos \Phi}{K} \\ &\quad + \frac{1 - 2\nu}{2r} \left(r \cdot \frac{1}{2} \ln[\dots] - \frac{z}{r} (\sqrt{z^2 + r^2} - K \cdot \cos \Phi) + \frac{1 - K \cdot \sin \Phi}{r} \right) - \frac{z \sqrt{z^2 + r^2} - K \cdot \cos \Phi}{r} \\ \sigma_{rr} &= -\frac{\frac{1}{2} + \nu}{2} \ln \left[\frac{(z + K \cdot \cos \Phi)^2 + (1 + K \cdot \sin \Phi)^2}{(z + \sqrt{r^2 + z^2})^2} \right] + \frac{z}{\sqrt{z^2 + r^2}} - \frac{z \cdot \cos \Phi}{K} \\ &\quad + \frac{1 - 2\nu}{2r^2} (1 - K \cdot \sin \Phi) + \frac{z}{r^2} \frac{2\nu - 3}{2} (\sqrt{z^2 + r^2} - K \cdot \cos \Phi) \end{aligned} \quad (\text{I-10}).$$

Für $\sigma_{\varphi\varphi}$ folgt schließlich nach Gleichung (2-51):

$$\sigma_{\varphi\varphi} = -2(1 + \nu) \cdot \int_0^{\infty} \frac{1 - \cos \alpha}{\alpha} \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha - \sigma_{rr} - \sigma_{zz} = -(1 + \nu) \cdot \ln[\dots] - \sigma_{rr} - \sigma_{zz} \quad (\text{I-11}).$$

Auch beim Kegel werden das Maximum der Schubspannung nach Tresca und das Maximum des hydrostatischen Druckes direkt an der Kegelspitze ($r=0, z=0$) unendlich groß (siehe folgende graphische Darstellung).

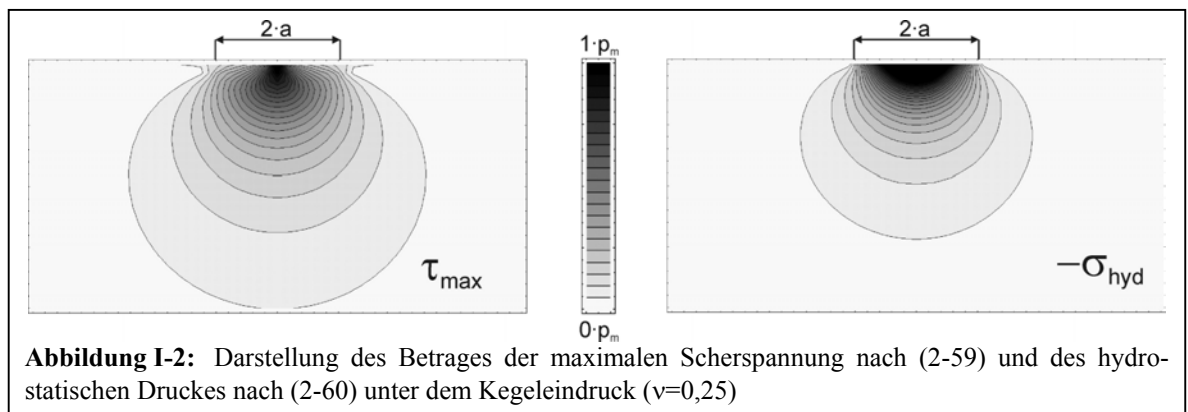


Abbildung I-2: Darstellung des Betrages der maximalen Scherspannung nach (2-59) und des hydrostatischen Druckes nach (2-60) unter dem Kegeleindruck ($\nu=0,25$)

I.3 Kugel

Für die Kugel in Parabelnäherung reduziert sich das innere Integral auf:

$$\int_0^1 \cos(\alpha \cdot t) \cdot (1-t^2) dt = \frac{2}{\alpha^2} \left[\frac{\sin \alpha}{\alpha} - \cos \alpha \right] \quad (\text{I-12}).$$

Für die Spannung σ_{zz} folgt daraus nach Gleichung (2-48):

$$\begin{aligned} \sigma_{zz} &= -\frac{3}{2} \int_0^\infty \left[\frac{\sin \alpha}{\alpha^2} - \frac{\cos \alpha}{\alpha} + z \frac{\sin \alpha}{\alpha} - z \cdot \cos \alpha \right] \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \\ \sigma_{zz} &= -\frac{3}{2} \cdot \left[K \cdot \sin \Phi - z \cdot \arctan \frac{1+K \cdot \sin \Phi}{z+K \cdot \cos \Phi} + z \cdot \arctan \frac{1+K \cdot \sin \Phi}{z+K \cdot \cos \Phi} - z \cdot \frac{\cos \Phi}{K} \right] \\ &= -\frac{3}{2} \left[K \cdot \sin \Phi - z \cdot \frac{\cos \Phi}{K} \right] \end{aligned} \quad (\text{I-13}).$$

Für die Scherspannung τ_{rz} ergibt sich mit (2-49):

$$\begin{aligned} \tau_{rz} &= -\frac{3}{2} z \cdot \left[\int_0^\infty \frac{\sin \alpha}{\alpha} e^{-\alpha z} J_1(\alpha r) d\alpha - \int_0^\infty \cos \alpha \cdot e^{-\alpha z} J_1(\alpha r) d\alpha \right] \\ &= -\frac{3}{2} z \cdot \left[\frac{1}{r} (1 - K \cdot \sin \Phi) - \frac{1}{r} + \frac{1}{r} \frac{z \cdot \cos \Phi + \sin \Phi}{K} \right] \\ \tau_{rz} &= -\frac{3}{2} \cdot \frac{z}{r} \cdot \frac{z \cdot \cos \Phi - (K^2 - 1) \cdot \sin \Phi}{K} \end{aligned} \quad (\text{I-14}).$$

Die Schubspannung σ_{rr} berechnet sich nach Gleichung (2-50) zu:

$$\begin{aligned} \sigma_{rr} &= -\frac{3}{2} \int_0^\infty \left[\frac{\sin \alpha}{\alpha^2} - \frac{\cos \alpha}{\alpha} - z \frac{\sin \alpha}{\alpha} + z \cdot \cos \alpha \right] \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha \\ &\quad + \frac{3}{2} \cdot \frac{1}{r} \int_0^\infty (1-2\nu) \left(\frac{\sin \alpha}{\alpha^3} - \frac{\cos \alpha}{\alpha^2} \right) - z \frac{\sin \alpha}{\alpha^2} + z \frac{\cos \alpha}{\alpha} \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_1(\alpha r) d\alpha \\ \sigma_{rr} &= -\frac{3}{2} \cdot \left[K \cdot \sin \Phi - 2z \cdot \arctan \frac{1+K \cdot \sin \Phi}{z+K \cdot \cos \Phi} + z \cdot \frac{\cos \Phi}{K} \right] \\ &\quad + \frac{3}{2} \cdot \frac{1}{r} \cdot \left((1-2\nu) \left[\frac{1}{2} \left[-\frac{z}{r} (\sqrt{z^2+r^2} - K \cdot \cos \Phi) + \frac{1}{r} (1 - K \cdot \sin \Phi) \right] \right. \right. \\ &\quad \left. \left. - \frac{1}{2r} \left[\frac{K^3}{3} \sin 3\Phi + r^2 (z \cdot \arctan[\dots] - K \cdot \sin \Phi) - z \sqrt{z^2+r^2} + \frac{1}{3} \right] \right] \right) \\ &\quad + \frac{3}{2} \cdot \frac{1}{r} \cdot \left[-\frac{z}{2} \left(r \cdot \arctan[\dots] + \frac{K}{r} (z \cdot \sin \Phi + \cos \Phi) - \frac{2z}{r} \right) + \frac{z}{r} (K \cdot \cos \Phi - z) \right] \\ \sigma_{rr} &= \frac{3}{2} (1+\nu) \cdot z \cdot \arctan \frac{1+K \cdot \sin \Phi}{z+K \cdot \cos \Phi} - \frac{3}{2} \cdot K \cdot \left[\frac{z}{K^2} + \frac{z}{r^2} (\nu-1) \right] \cdot \cos \Phi \\ &\quad - \frac{3}{4} \cdot K \cdot \left[1+2\nu + \frac{1-2\nu+z^2}{r^2} \right] \cdot \sin \Phi + (1-2\nu) \frac{2-K^3 \cdot \sin 3\Phi}{4r^2} \end{aligned} \quad (\text{I-15}).$$

Für $\sigma_{\varphi\varphi}$ folgt schließlich nach Gleichung (2-51):

$$\sigma_{\varphi\varphi} = -3(1+\nu) \int_0^{\infty} \left[\frac{\sin \alpha}{\alpha^2} - \frac{\cos \alpha}{\alpha} \right] \cdot e^{-\alpha z} \cdot J_0(\alpha r) d\alpha - \sigma_{rr} - \sigma_{zz}$$

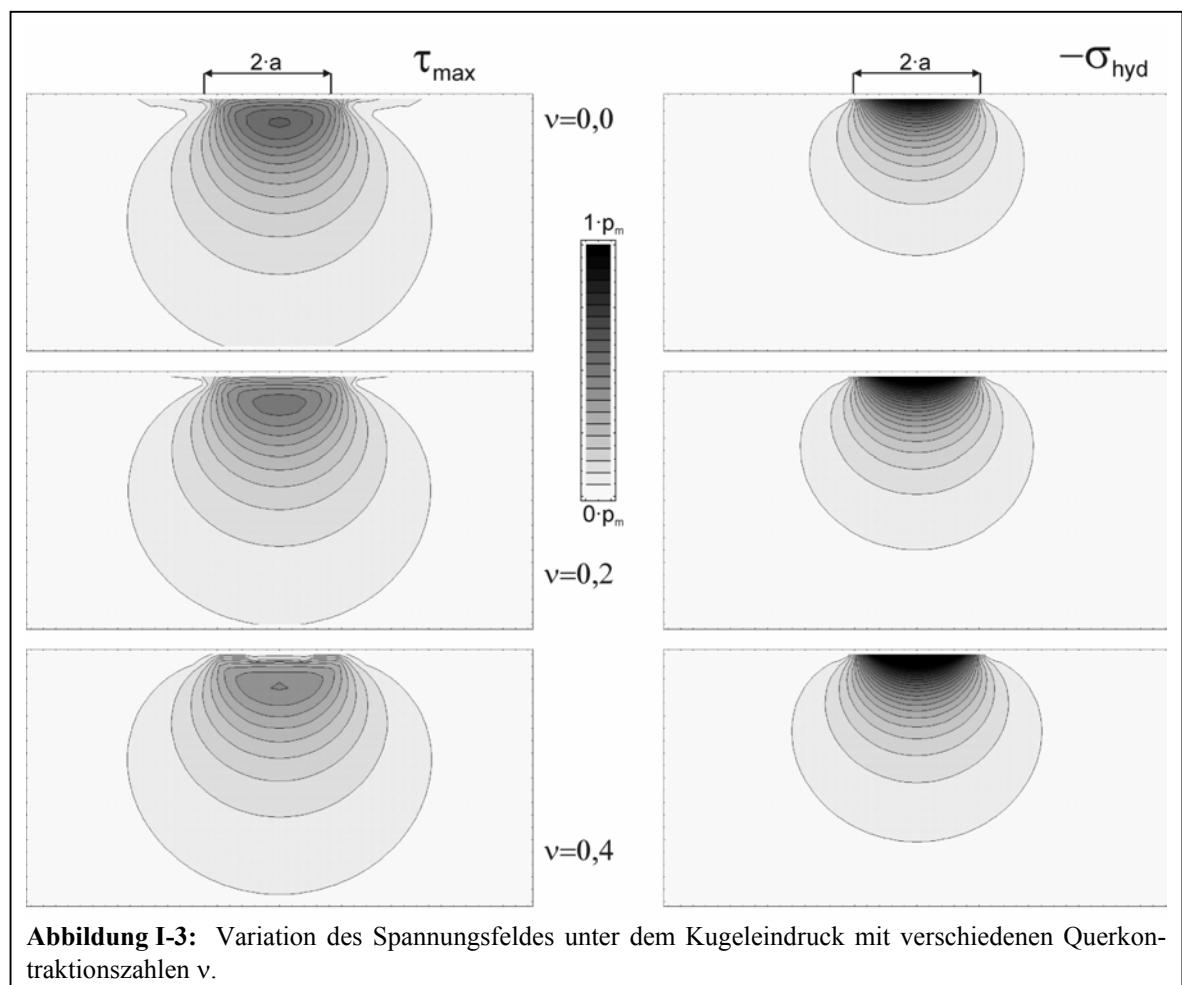
$$\sigma_{\varphi\varphi} = -3(1+\nu) \left[K \cdot \sin \Phi - z \cdot \arctan \frac{1 + K \cdot \sin \Phi}{z + K \cdot \cos \Phi} \right] - \sigma_{rr} - \sigma_{zz} \quad (\text{I-16}).$$

Durch entsprechende algebraische Umformungen ergeben sich die Gleichungen (2-53) bis (2-56) sowie das daraus folgende endliche Maximum der Schubspannung nach Tresca und das Maximum des hydrostatischen Druckes, wie in Kapitel 2.3.1 diskutiert.

II. Einfluß der Querkontraktionszahl (Poissonzahl) auf das Spannungsfeld unter dem Kugeleindruck

Die folgende Abbildung soll zur Verdeutlichung des Einflusses der Querkontraktionszahl ν auf die Form und Intensität des Spannungsfeldes unter dem Kugeleindruck dienen.

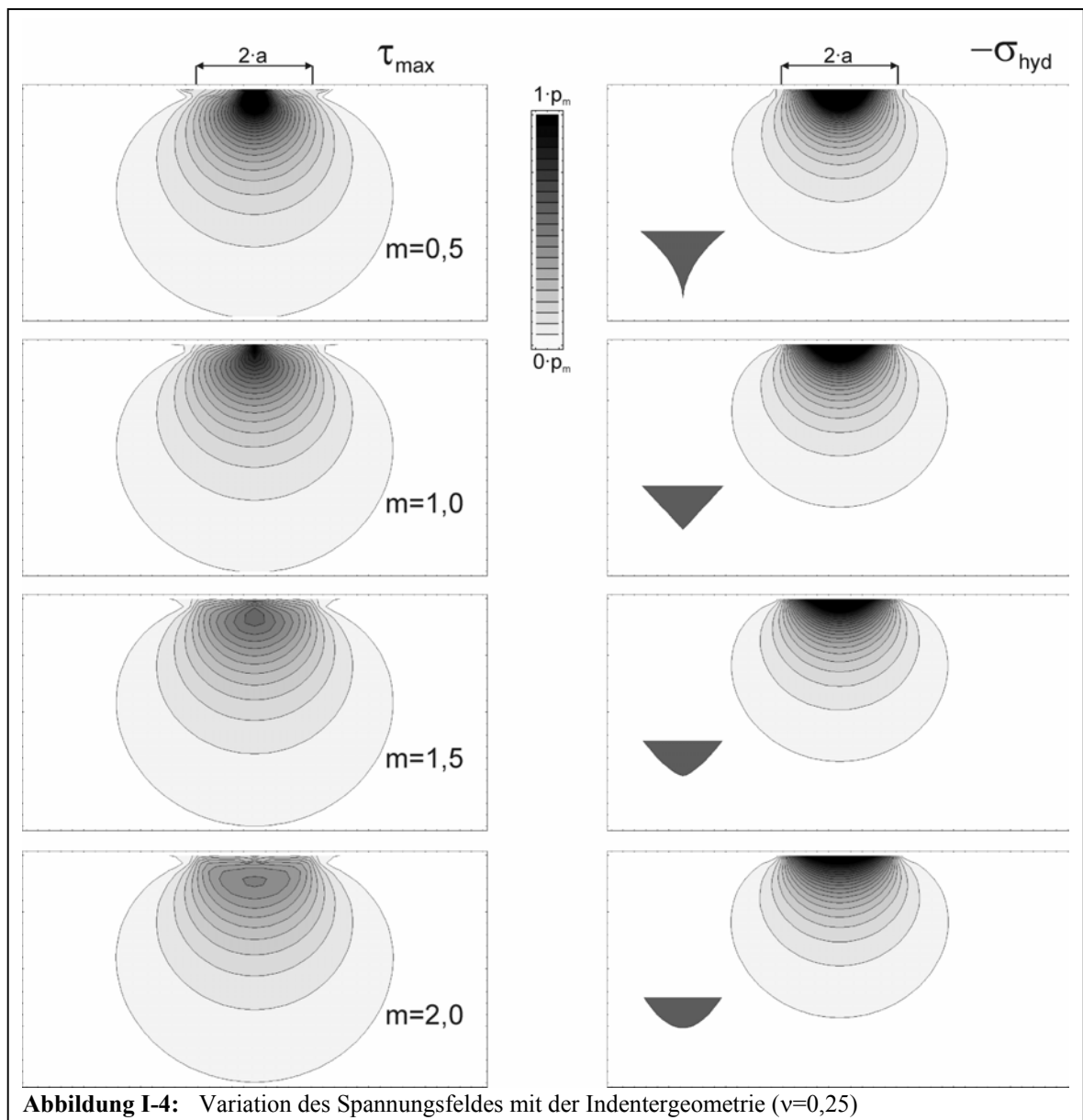
Daß der Betrag der hydrostatischen Spannung mit der Querkontraktionszahl ν zu- und die



Trescaspannung abnimmt, wurde schon mit Gleichung (2-62) und (2-61) gezeigt. Die Abbildung I-3 verdeutlicht aber außerdem, daß sich auch die Form des Spannungsfeldes ändert. Dies ist zum Beispiel für die Diskussion elastisch anisotropen Materials zu beachten (Kapitel 2.4).

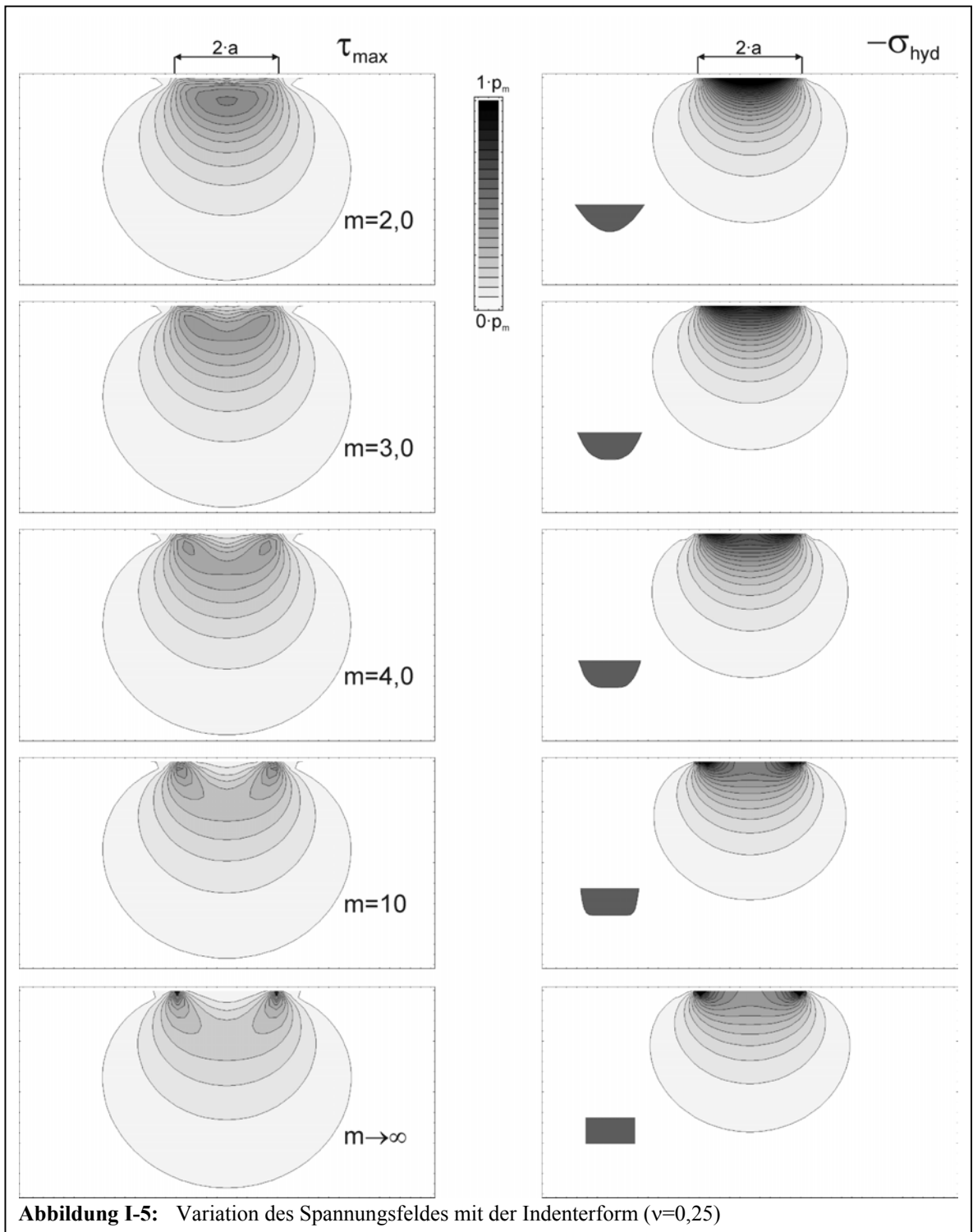
III. Graphische Darstellung der numerischen Lösungen für Indenter mit potenzfunktionsförmiger Einhüllender

Die folgenden Abbildungen zeigen einige Lösungen, die durch numerische Integration der Gleichungen (2-48) bis (2-51) für verschiedene Indenterformen erhalten wurden. Angegeben sind dabei der Exponent der einhüllenden Potenzfunktion m sowie ein symbolisierter In-



denterquerschnitt, dessen Höhen- Breiten-Verhältnis im Vergleich zu realen Indenterformen aus Gründen der besseren Erkennbarkeit stark übertrieben wurde.

Abbildung I-4 verdeutlicht die Veränderung des Spannungszustandes, beginnend mit einem durch eine Wurzelfunktion ($m=0,5$) beschriebenen Indenter bis hin zur Kugelform ($m=2$). Für die Kegelgeometrie und spitzere Formen ($m \leq 1$) sind sowohl die Tresca- als auch die hydrostatische Spannung an der Indenterspitze theoretisch unendlich*. Für rundere Spitzen bis hin zur Kugel ($1 < m \leq 2$) sind beide Spannungen endlich, und während die



maximale hydrostatische Spannung weiterhin direkt im Kontaktzentrum ($r=0, z=0$) liegt, verlagert sich das Maximum der Trescaspannung entlang der z -Achse ins Material ($r=0, z>0$).

In Abbildung I-5 ist die Änderung des Spannungsfeldes ausgehend vom kugelförmigen Indenter ($m=2$) in Richtung weiterer Abstumpfung bis hin zum zylindrischen Stempel ($m\rightarrow\infty$) dargestellt. Das Maximum des hydrostatischen Druckes verlagert sich mit zunehmender Abstumpfung von der Kontaktmitte ($r=0, z=0$) zum Kontaktrand ($r=a, z=0$) und wird beim zylindrischen Stempel theoretisch unendlich*. Das Maximum der Trescaspannung liegt für den Kugelindenter unterhalb des Kontaktes auf der Symmetrieachse und verschiebt sich mit zunehmender Verrundung ebenfalls hin zum Kontaktrand und wird im Falle des zylindrischen Indenters theoretisch singulär*.

* Die theoretischen Singularitäten stellen natürlich bei der numerischen Integration ein Problem dar, weshalb die Berechnungen nicht bis zum Rand ($z=0$), sondern nur bis $z=0,01$ realisiert wurden.

Danksagung

Ich möchte mich bei allen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, herzlich bedanken. Mein besonderer Dank gilt dabei

Herrn Prof. Dr. P. Grau für die Übernahme der Betreuung dieser Arbeit und die vielen konstruktiven Diskussionen und Anregungen

den Mitwirkenden des Graduiertenkollegs 415 „Defektstrukturbestimmte physikalische Eigenschaften“, speziell Herrn Prof. Dr. H.-R. Höche für die Förderung dieser Arbeit und den Herren Dr. H. S. Leipner, Dr. J. Schreiber, N. Engler, U. Hilpert und L. Höring für die Zusammenarbeiten zur Untersuchung der Versetzungsstrukturen

Herrn Prof. Dr. J. Kirschner für die Zurverfügungstellung der Metalleinkristalle

Herrn Dr. H. Johansen für die Einbindung der Fluoridkristalle in diese Arbeit

den Mitarbeitern der Fachgruppe Experimentelle Physik I für ein schönes Arbeitsklima und die sofortige und freundliche Hilfe bei jeglichen Problemen, speziell Herrn A. Zeckzer für die Zusammenarbeit und seine Beiträge zur Diskussion der Materialanisotropie

meinen Eltern für deren unschätzbare Unterstützung, ohne die mein Studium und meine Promotionsphase nicht möglich gewesen wäre

Herrn A. Rammelt für das Redigieren dieser Arbeit

Angaben zur Person und zum Bildungsgang

Name: Lorenz
Vorname: Dirk
Geburtsdatum: 28. Juni 1971 in Altenburg
Familienstand: ledig
Staatsangehörigkeit: deutsch

Schulbildung:

09/78 - 08/88 Zehnklassige Polytechnische Oberschule Halle (9. POS)
Abschluß: 10. Klasse mit Prädikat "Auszeichnung"
09/88 - 07/91 Abitur an der Betriebsberufsschule der Leuna-Werke-AG
Abschluß: Abitur mit Durchschnittsnote 1,2

Berufsausbildung:

09/88 - 07/91 Lehre an der Betriebsberufsschule der Leuna-Werke-AG
Berufsabschluß als FA für Meß- und Regeltechnik

Studium:

09/91 - 09/94 Grundstudium im Diplomstudiengang Physik an der
Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
Note Vordiplom: sehr gut
(einjährige Unterbrechung durch Zivildienst)
10/94 – 09/97 Hauptstudium mit Spezialisierung Festkörpermechanik
Diplomprüfungen mit Prädikat "Auszeichnung"
09/92 – 09/98 Fernstudium BWL an der Fernuniversität Hagen
Abschluß Vordiplom
seit 10/97 Promotionsstudium
an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

Halle, den 19. 04. 2001

Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere, daß ich die vorliegende Arbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Quellen und Hilfsmittel angefertigt habe. Alle Ausführungen, die wörtlich oder sinngemäß übernommen wurden, sind als solche gekennzeichnet.

Diese Arbeit hat in dieser oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegen.

Halle, den 19. 04. 2001