

## Auf Biegen und Brechen – Mikromechanik an miniaturisierten Materialien

### Small but strong – Micromechanics of miniaturized materials

Kirchlechner, Christoph; Dehm, Gerhard

Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf

Korrespondierender Autor

E-Mail: [dehm@mpie.de](mailto:dehm@mpie.de)

---

#### Zusammenfassung

Werkstoffe unterschiedlicher Natur sind im Alltag extremen mechanischen Belastungen ausgesetzt, die letztendlich ihre Lebensdauer bestimmen. Wie lange kann man Werkstoffe wiederkehrenden Belastungen aussetzen? Verhalten sich miniaturisierte Werkstoffe genauso wie makroskopische Werkstoffe? Gibt es neue mechanische Effekte bei Materialgrößen im Nanometerbereich? Antworten auf diese grundlegenden Fragen zu bekommen und zur Entwicklung robusterer Werkstoffe zu nutzen ist das Ziel der Forschung der neuen Arbeitsgruppe Nano- und Mikromechanik am MPI für Eisenforschung.

#### Summary

Materials of any kind have to endure severe mechanical conditions, which ultimately determine their lifetime. How long can materials sustain cyclic (thermo-)mechanical loading? Is their response independent of material dimensions? Are new mechanisms occurring when the material volume decreases into the nanoworld? Finding fundamental answers to these questions and to use the knowledge to design robust materials is the basic research mission of the new group Nano- and Micromechanics at the MPI of Iron Research.

#### Einleitung

Strukturwerkstoffe müssen in der Anwendung extremen mechanischen Belastungen gewachsen sein, z. B. als hochfeste, energieabsorbierende Werkstoffe in Fahrzeugkarosserien, als zuverlässige Stahlseile, die tonnenschweren Hängebrücken Stabilität verleihen, oder als rasend schnell rotierende Turbinenwerkstoffe, die bei mehr als 800°C in Flugzeugmotoren oder Kraftwerken im Einsatz sind. Aber auch miniaturisierte Materialien, die beispielsweise in mikro- und nanoelektronischen Bauteilen in Computern und Fahrzeugsteuerungen, bei kleinen mikro-elektromechanischen Systemen (z. B. Sensoren) oder in der Energietechnik (z. B. Batterie, Brennstoffzelle, Solarzelle) eingesetzt werden, sind hohen mechanischen Belastungen ausgesetzt. Dies ist auf den ersten Blick erstaunlich, da eigentlich die Funktionseigenschaften im Vordergrund stehen. Allerdings führen Erwärmung durch Stromfluss sowie Änderungen der Umgebungstemperatur aufgrund der unterschiedlichen Ausdehnung der verschiedenen Materialien zu hohen mechanischen Spannungen, die immer und immer wieder auftreten. Als Konsequenz der stetigen

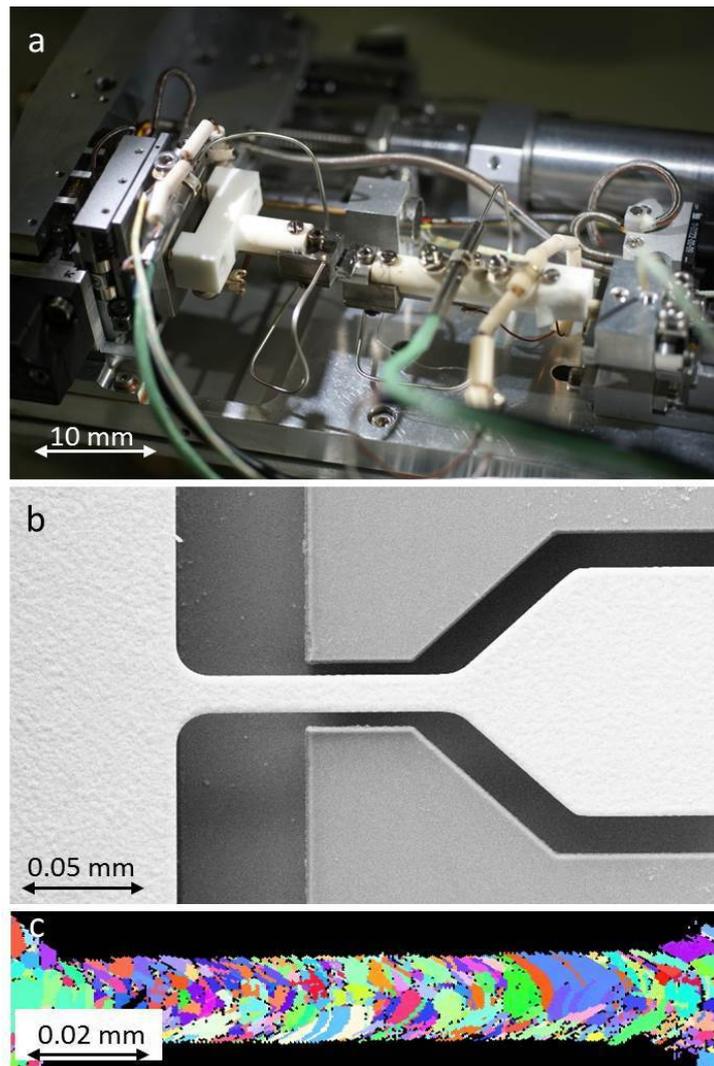
mechanischen Belastung können Risse entstehen, die mechanisches Versagen zur Folge haben.

Wie lange kann man Werkstoffe stets wiederkehrenden Belastungen aussetzen? Verhalten sich Werkstoffe, wenn die Dimensionen immer winziger werden, anders als der entsprechende Massivwerkstoff? Wie kann man bei kleinen Probendimensionen, die von wenigen Atomen bis hin zum Durchmesser eines menschlichen Haares reichen, überhaupt die mechanischen Eigenschaften messen und lassen sich dort neue mechanische Effekte bestimmen? Und zuletzt: Kann man die Erkenntnisse nutzen, um Werkstoffe auch in der Makrowelt robuster zu machen? Diesen und ähnlichen Fragen widmet sich die seit Anfang 2013 am Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH in der Grundlagenforschung tätige Arbeitsgruppe Nano- und Mikromechanik der Abteilung Struktur und Nano-/Mikromechanik von Materialien.

## Entwicklung quantitativer Messmethoden

Kontrollierte mechanische Experimente an Proben, die so klein sind, dass man sie mit dem bloßen Auge nicht mehr sehen kann, erfordern spezielle Abbildungsverfahren und Apparaturen mit entsprechend empfindlicher Weg- und Kraftauflösung. Neben der Lichtmikroskopie, die für Probengrößen ab mehreren Mikrometern aufwärts geeignet ist, wird vor allem für Bereiche, in denen extrem hohe Auflösungen erforderlich sind, die Elektronenmikroskopie zur Abbildung eingesetzt [1].

Eine modifizierte Prüfapparatur, die in die Kammer eines Rasterelektronenmikroskops eingebaut wird, ist in **Abbildung 1a** dargestellt. Mit dieser Apparatur können die Proben bei Temperaturen von bis zu 400°C mit sehr großer Genauigkeit verformt werden. In der Prüfapparatur werden die zu messenden Proben in einem Halter fixiert und dann je nach Versuch mit einem flachen Stempel gedrückt, einer Schneide gebogen, abgesichert, oder mittels eines Greifers (siehe Abb. 1b) gezogen.



**Abb. 1:** (a) Mechanische Prüfapparatur, die mit einer getrennten Heizung für Probe und Gegenkörper versehen wurde. Durch die getrennte Regelung der beiden Heizungen wird die Messgenauigkeit verbessert. Nach [2]. (b) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer miniaturisierten Zugprobe (Durchmesser  $20\ \mu\text{m} = 0,02\ \text{mm}$ ), deren Kopf in einen Greifer eingefädelt wurde. (c) Mit Elektronenbeugung kenntlich gemachte Kornstruktur der Zugprobe. Jeder farbige Bereich zeigt einzelne Kupferkörner; die Farbe gibt die kristallographische Orientierung des Korns an.

© A. Wimmer (KAI)

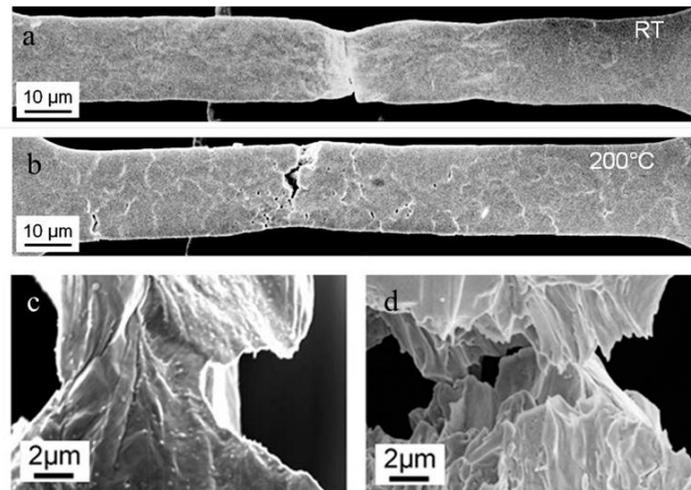
Um eine quantitative Aussage zum Verformungs- und Bruchverhalten der kleinen Probe eines Werkstoffes treffen zu können, müssen je nach Probenmaterial neue Messprinzipien und/oder Auswertemethoden entwickelt werden. Hierbei helfen Computersimulationen, die Grenzen der Messmethoden zu verstehen und Auswertestrategien zu entwickeln. Diese Herausforderungen zu meistern ist ein zentraler Aspekt der Forschungsarbeiten.

### Live dabei: Einblicke in die Verformungsvorgänge

Erstmals wurden bei unterschiedlichen Temperaturen an sehr dünnen Kupferleiterbahnen ( $20\ \mu\text{m}$

Durchmesser, also  $\sim 1/5$  des Durchmessers eines Haares) Zugversuche durchgeführt, um Einblicke in die Verformungsvorgänge zu erhalten. Die untersuchten Leiterbahnen entsprechen Metallisierungsstrukturen, wie sie in elektronischen Bauteilen zur Anwendung kommen.

Die Kupferleitbahnen weisen starke Unterschiede auf, je nachdem, ob das Experiment bei Raumtemperatur oder bei Temperaturen von 200°C – oder mehr – erfolgte. Bei Temperaturen ab 200°C geht die Duktilität verloren, d. h. die Fähigkeit sich möglichst lange zu verformen, ehe das Material versagt. Untersuchungen im Elektronenmikroskop zeigen, dass die Korngrenzen – also die Berührungsfläche von zwei unterschiedlich orientierten Kupferkörnern – unter Temperatur versagen: die Leitbahnen zeigen Risse (**Abb. 2**).

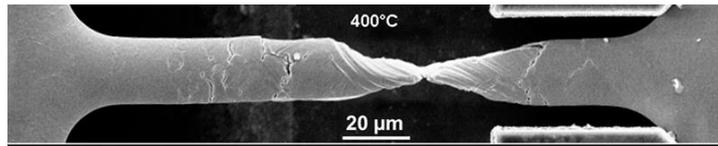


**Abb. 2:** (a) Zugversuch an einer polykristallinen Cu-Probe, die sich plastisch verformt und einschnürt. (b) Das gleiche Material, bei 200°C getestet, zeigt Risse entlang der Korngrenzen und ein sprödes Versagen. (c), (d) Vergrößerte Aufnahmen des versagenden Bereiches.

© A. Wimmer (KAI)

Zumeist bestehen Werkstoffe aus sehr vielen einzelnen Körnern (siehe z. B. Abb. 1c). Mithilfe von dreidimensionaler Atomsondentomographie, bei der die chemische Zusammensetzung eines Stoffes bei annähernd atomarer Auflösung der Positionen einzelner Atome ermittelt wird, konnte in aufwendigen analytischen Untersuchungen gezeigt werden, dass Schwefel und Chlor in die Korngrenzen eingebaut werden und diese schwächen. Vermeidet man Chlor und Schwefel an der Korngrenze, entscheidet das Korn, das sich am leichtesten verformen lässt, über das mechanische Verhalten – unabhängig von der Temperatur [2]. Proben gleicher geometrischer Gestalt und gleicher mittlerer Korngröße unterscheiden sich plötzlich in ihrem Verformungsverhalten, je nachdem, wie sich das „schwächste“ Korn verhält (**Abb. 3**) [3]. Dieses stochastische Verhalten führt dazu, dass jede Probe ein anderes mechanisches Verhalten zeigt. Den gleichen Effekt findet man an winzigen Einkristallen – unterhalb einer bestimmten Größe variiert das mechanische Verhalten von einem Einkristall zum anderen.

Die Untersuchungen der Arbeitsgruppe haben wesentlich dazu beigetragen, die Ursache dieses Verhaltens aufzuklären: Die Anzahl der Versetzungsquellen und ihre Größe bestimmen die mechanische Verformbarkeit [4]. Versetzungen sind Liniendefekte, die zu einer Verformung des Materials auf der Ebene der Atome führen. Kleinere Proben (Kristalle) zeigen tendenziell höhere Festigkeiten als größere Proben, da die Versetzungsquellen durch das kleinere Volumen des Stoffes eingengt werden. Wie hoch die Festigkeit letztendlich ist, hängt zusätzlich von der lokalen Versetzungsstatistik ab.

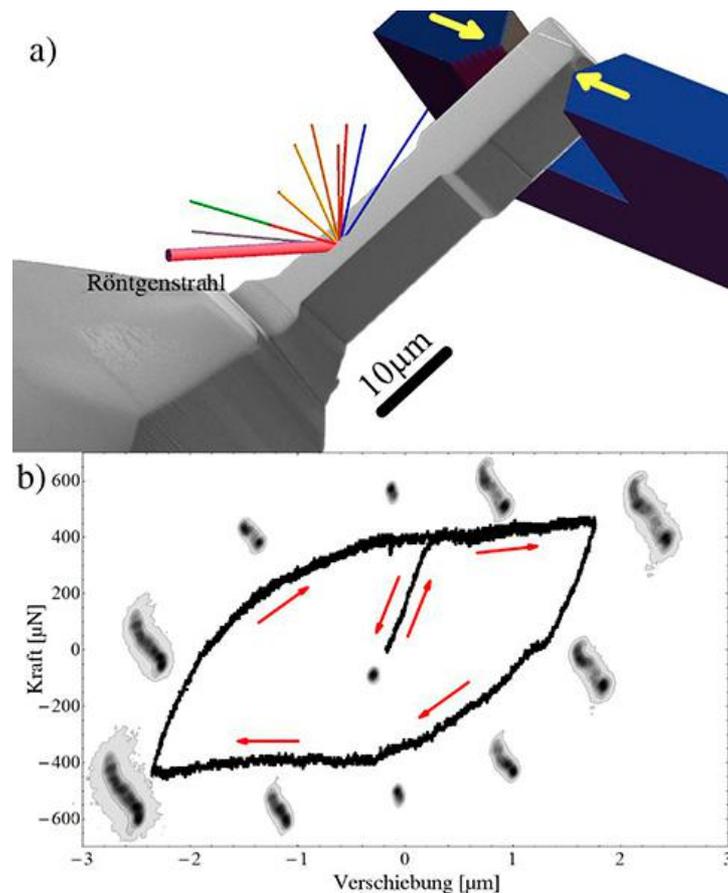


**Abb. 3:** Zugprobe aus Kupfer, die lokale Verformung in einem großen Korn zeigt.  
© modifizierte Abbildung aus [2]

## Dem Anfang vom Ende auf der Spur: Wieso versagen Metalle unter zyklischer Belastung?

Wenn ein Werkstoff immer wieder belastet wird, kommt es zu einer kollektiven Vor- und Rückbewegung von Versetzungen. In makroskopischen (größeren) Proben können sich dadurch geordnete Versetzungsstrukturen (z. B. Zellstruktur, Labyrinthstruktur) ausbilden. Auch hier unterscheiden sich Werkstoffe im Mikrometer- und Sub-Mikrometer-Bereich deutlich von Massivwerkstoffen: Beispielsweise laufen viele Versetzungen unmittelbar an eine freie Oberfläche und bilden beim Verlassen des Kristalls eine sichtbare Stufe an der Oberfläche. Diese Versetzungen stehen nun für eine weitere Verformung nicht mehr zur Verfügung. Dadurch können zyklisch verformte Werkstoffe mit kleinen Dimensionen ein vollkommen anderes Erscheinungsbild der Versetzungsanordnungen und somit einen höheren Widerstand gegenüber Materialermüdung aufweisen als die entsprechenden Massivwerkstoffe.

Um dies zu verstehen, müssen Verfahren verwendet werden, welche Informationen über die Anzahl und Anordnung der Versetzungen im Inneren des Materials bieten. Dazu verwendet man das Verfahren der Mikro-Laue-Beugung ( $\mu$ Laue), bei der in kleinen Proben mittels spektral breitbandigen Röntgenstrahlen in Echtzeit Informationen zur Versetzungsart und -dichte im Material geliefert werden. Biegt man einen einkristallinen Kupferbalken mehrfach hin und her, so sieht man wie der ursprünglich runde Lauepunkt (**Abb. 4**) in die Länge gezogen wird: Dieser Fingerabdruck plastischer Verformung entsteht, wenn sogenannte geometrisch notwendige Versetzungen produziert und gespeichert werden.



**Abb. 4:** (a) Die bei der Ermüdung eines Kupfer-Biegebalkens entstehenden Defekte werden mithilfe der  $\mu$ Laue-Beugung studiert. Die gelben Pfeile zeigen die Richtung der wiederholten Verformung. (b) Kraft-Verschiebungs-Diagramm während einer Verformung. Der (111)-Laue-Reflex ist zusätzlich dargestellt und zeigt eine Verbreiterung, die sich vollkommen wieder aufheben lässt.

© C. Kirchlechner (MPI für Eisenforschung)

Beim Zurückbiegen geschieht nun etwas, das makroskopisch in dieser Form noch nie beobachtet wurde: Die Dichte an Versetzungen nimmt sehr stark ab, bis sie den Wert des unverformten Materials erreicht [5]. Das wiederholt verformte Material unterscheidet sich also nicht vom Ausgangsmaterial. Biegt man in die entgegengesetzte Richtung, steigt die Versetzungsdichte wieder an. Dieser Vorgang kann vollständig rückgängig gemacht und für über 200 Durchläufe beobachtet werden. Insbesondere die Tatsache, dass die gleiche Anzahl an Versetzungen erzeugt wie auch wieder vernichtet wird, ist eine große Überraschung und wirft viele neue Fragen auf.

### Was nützen uns die neuen Erkenntnisse? Materialdesign für die Zukunft

Das grundlegende Verständnis der mechanischen Eigenschaften in kleinen Dimensionen, insbesondere der Einfluss und die Auswirkung von Größen- und Grenzflächen-Effekten auf die plastische Verformung, ist nicht nur in den zuvor genannten Materialsystemen von Belang: Ein Verständnis, das alle Längenskalen umfasst – von der atomaren Elementarzelle bis zur Bauteildimension im Meterbereich – macht es möglich, in Zukunft neue Massivwerkstoffe mit Eigenschaften zu designen, die ihrer Beanspruchung gerecht werden, sie zu synthetisieren und fit für den täglichen Gebrauch zu machen.

## Literaturhinweise

[1] **Dehm, G.; Howe, J.; Zweck, J. (Eds.)**

**In-situ electron microscopy: SEM and TEM applications in physics, chemistry and materials science**

Wiley VCH Verlag, Weinheim, Germany (2012)

[2] **Smolka, M.; Motz, C.; Detzel, T.; Robl, W.; Griesser, T.; Wimmer, A.; Dehm, G.**

**Novel temperature dependent tensile test of freestanding copper thin film structures**

Review of Scientific Instruments 83, 064702 (2012)

[3] **Dehm, G.**

**Miniaturized single-crystalline fcc metals deformed in tension: New insights in size-dependent plasticity**

Progress in Materials Science 54, 664-688 (2009)

[4] **Wimmer, A.; Leitner, A.; Detzel, T.; Robl, W.; Heinz, W.; Pippan, R.; Dehm, G.**

**Damage evolution during cyclic tension-tension loading of micron-sized Cu lines**

Acta Materialia 67, 297–307 (2014)

[5] **Kirchlechner, C.; Grosinger, W.; Kapp, M. W.; Imrich, P. J.; Micha, J.-S.; Ulrich, O.; Keckes, J.; Dehm, G.; Motz, C.**

**Investigation of reversible plasticity in a micron-sized, single crystalline copper bending beam by X-ray  $\mu$ laue diffraction**

Philosophical Magazine 92, 3231-3242 (2012)